第 6 卷第 4 期
2016 年 12 月
中国无机分析化学
Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry
Vol. 6, No. 4
8～10

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2016.04.003

原子荧光光谱法测定食品添加剂山梨酸钾中砷含量

邓新煜

（辽宁省食品检验检测院，沈阳 110015）

摘　要　采用微波消解法处理样品，建立了原子荧光光谱法测定食品添加剂山梨酸钾中砷含量的方法。实验结果表明，方法的检出限为 3.1 μg/kg，砷的质量浓度在 5～50 μg/L 范围内，回归方程为：$y=91.199x-20.113$，$r=0.9999$。平均回收率为 84.4%～96.8%，相对标准偏差（RSD）为 2.4%（$n=6$）。方法线性关系良好，检出限低，准确度高，精密度好，能够快速准确地检测出食品添加剂中砷的含量，满足食品添加剂山梨酸钾检测工作的要求。

关键词　微波消解；食品添加剂山梨酸钾；原子荧光光谱法；砷

中图分类号：O657.31；TH744.16　　**文献标志码**：A　　**文章编号**：2095-1035(2016)04-0008-03

Determination of Arsenic in Food Additive Potassium Sorbate by Atomic Fluorescence Spectrometry

DENG Xinyu

(*Liaoning Institute for Food Control*, *Shenyang*, *Liaoning* 110015, *China*)

Abstract　This article described a method for the determination of arsenic in food addictive potassium sorbate by atomic fluorescence spectrometry after the samples were digested by microwave digestion. The detection limit was 3.1 μg/kg. When the content of As was in the range of 5－50 μg/L, the regression equation was $y=91.199x-20.113$ with the correlation coefficient (r) of 0.9999. The average recovery was 84.4%－96.8% with relative standard deviation (RSD, $n=6$) of 2.4%. This method has good linearity, lower detection limit, high accuracy and good precision. The results show that this work presents a rapid and accurate analytical method for the reliable determination of As, and it can be suit for detecting arsenic in potassium sorbate samples.

Keywords　microwave digestion; food additives potassium sorbet; atomic fluorescence spectrometry; As

前言

山梨酸钾是一种白色的粉末或颗粒，稍有臭味，在空气中不稳定，容易氧化着色。主要用作食品防腐剂，能有效地抑制霉菌和酵母菌的活性，从而达到延长食品的保存时间，并保持食品原有的风味。因此山梨酸钾广泛应用于食品、饮料、烟草、农药、化妆品等行业。目前，食品添加剂的安全问题是食品安全的重要组成部分[1-2]，已引起各国高度重视，金属砷为食品添加剂必检项目。砷具有很强的生物毒性，长期食用可在人体内蓄积引起慢性砷中毒[3]。传统砷的测定方法存在检测步骤繁琐、耗时较长，试剂种类多而且用量大，灵敏度不高等缺陷，已不能满足当前检测工作的需求。原子荧光光谱法操作简便，检出限低，灵敏度高，干扰因素少，检测费用低，已经广泛应用在食品、中草药及化妆品中铅、砷、汞

收稿日期：2016-03-18　　**修回日期**：2016-05-16

作者简介：邓新煜，女，工程师，主要从事食品理化检验分析研究。E-mail：dxy716@126.com

等的测定[4-6]。

1　实验部分

1.1　主要仪器

AFS-9700/9730/A 系列原子荧光光度计(北京海光仪器公司);Mars6 高通量密闭微波消解仪(CEM 公司)。

1.2　主要试剂

过氧化氢(30%)、硝酸、盐酸均为优级纯。

硼氢化钠(10 g/L):称取 10.0 g 硼氢化钠,溶于 1 000 mL 氢氧化钠溶液中,混匀。临用现配。

硫脲溶液(50 g/L):称取 50 g 硫脲,溶于 1 000 mL 水中,混匀。

砷标准储备溶液(1 000 μg/mL,GSB04-1714-2004):购自国家有色金属及电子材料分析测试中心。

砷标准溶液(5.0 μg/mL):吸取 1.0 mL 砷标准储备溶液,用去离子水定容至 200 mL,摇匀。

所用试剂除注明纯度外,其它均为分析纯;实验用水均使用去离子水。

1.3　仪器工作条件

灯电流 30 mA,光电倍增管电压 270 V,原子化器高度 8 mm,载气流量 300 mL/min,读数延迟时间 4.0 s,屏蔽气流速 800 mL/min。

1.4　实验方法

1.4.1　微波消解法处理样品

称取 1.0 g(精确至 0.000 1 g)样品于微波消解罐中,用少量水润湿,加入 5 mL 硝酸,3 mL 过氧化氢,微波消解 35 min。消解结束后,将样品罐取出,冷却,打开样品罐将样品转移至 25 mL 容量瓶中,加少量纯水多次洗涤样品罐并将洗涤液移入容量瓶中,加 2.5 mL 硫脲,定容,摇匀,同时做试剂空白实验,放置 30 min 后测定。

1.4.2　标准曲线

分别用移液枪吸取砷标准溶液 0.05、0.1、0.2、0.3、0.5 mL 于 50 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 的抗坏血酸和硫脲混合液(100 g/L),用盐酸(10%)定容至 50 mL,摇匀。此时砷浓度分别为 5.0、10.0、20.0、30.0、50.0 μg/L,临用现配。按所选仪器工作条件测定荧光强度,并绘制工作曲线,结果见表 1。

表 1　砷元素标准曲线

Table 1　Standard calibration curve for arsenic element

项目 Items	1	2	3	4	5	相关系数 Correlation coefficient	线性方程 Linear equation
砷浓度/(μg·L^{-1}) Arsenic concentration	5.0	10.0	20.0	30.0	50.0	0.999 9	$y=91.199x-20.113$
响应值 Response values	450.819	877.626	1790.856	2730.233	4537.744		

由表 1 可知,在 0～50.00 μg/L 范围内,对标准系列溶液重复测定,取平均值,得标准曲线回归方程为 $y=91.199x-20.113$,相关系数 $r=0.999\ 9$,说明荧光强度(y)与砷浓度(x)的线性相关性良好。

2　结果与讨论

2.1　微波消解条件的选择

为了降低干扰和对仪器的损害,我们尽量不使用高氯酸、浓硫酸、磷酸等对仪器有腐蚀的酸。但单独使用硝酸消解样品时,消解液颜色比较深,消解不是很完全;当采用过氧化氢和硝酸混合液进行消解时,消解液较清亮,并可大大提高消解效率。因此实验选择过氧化氢和硝酸混合液进行样品消解。

2.2　消解试剂用量的影响

实验证明,对于 1.0 g 左右的样品,硝酸用量为 5 mL、过氧化氢为 3 mL 可使样品消解完全,故实验选择 5 mL 硝酸和 3 mL 过氧化氢作为消解试剂。

2.3　微波消解条件的选择

设置微波消解系统的最佳消解条件(见表 2)。

表 2　微波消解条件

Table 2　Microwave digestion conditions

步骤 Step	1	2	3
温度/℃ Temperature	120	160	180
保持时间/min Keeping time	10	10	15

在所选仪器工作条件下实验,对空白溶液进行 11 次测定,所得结果计算检出限为 3.1 μg/kg,通过对标准溶液(10.0 μg/L)连续 6 次测定得到较好的重现性,相对标准偏差(RSD)为 2.4%,结果

见表 3。

表 3 精密度实验数据

Table 3 Precision tests of the method

称样量/g Sample quantity	定容体积/mL Constant volume	砷浓度/(ng·mL^{-1}) Arsenic concentration	砷含量/(mg·kg^{-1}) Arsenic content	RSD/%
0.989 5	25.0	9.855	0.249	2.4
0.903 0	25.0	8.669	0.240	
0.946 7	25.0	8.975	0.237	
1.022 8	25.0	10.023	0.245	
1.016 7	25.0	9.476	0.233	
0.971 1	25.0	9.362	0.241	

2.4 加标回收实验

为评价方法的准确度，对食品添加剂山梨酸钾样品进行了标准加入回收实验，取 9 份样品试液分别用移液枪加入 0.05、0.10、0.15 mL 砷标准溶液(5.0 μg/mL)，加标回收率为 84.4%～96.8%，结果见表 4。

表 4 回收率实验结果

Table 4 Recovery tests of the method /(μg·L^{-1})

样品编号 Sample number	本底值 Background value	加标量 Addition amount	测定值 Determination value	回收率/% Recovery rate
1	0.38	10.00	9.86	94.8
2	0.35	10.00	9.48	91.3
3	0.36	10.00	9.36	90.0
4	0.39	20.00	17.27	84.4
5	0.39	20.00	19.75	96.8
6	0.37	20.00	18.79	92.1
7	0.38	30.00	27.12	89.1
8	0.37	30.00	27.16	89.3
9	0.35	30.00	27.92	91.9

2.5 样品分析

对食品添加剂山梨酸钾实际样品按照拟定的实验方法进行测定，平均结果为 0.012 mg/kg，测定结果的相对标准偏差(RSD)为 2.8%(n=6)。

3 结语

建立了微波消解样品，原子荧光光谱法测定食品添加剂山梨酸钾中砷含量的方法。砷的质量浓度在 5～50 μg/L 范围内呈线性关系，相关系数为 0.999 9，检出限为 3.1 μg/kg，加标回收率为 84.4%～96.8%，相对标准偏差 2.4%(n=6)。该方法简便快速、灵敏度高、准确可靠，可以满足食品添加剂山梨酸钾检测工作的要求。

参考文献

[1] 刘鹏，王守银．离子选择电极法测定食品添加剂硫酸钙中的氟离子[J]．中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*)，2015，5(4)：13-15.

[2] 王娜，张敏，刘鹏，等．电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定食品添加剂磷酸二氢铵中砷和铅[J]．中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*)，2013，3(3)：61-63.

[3] 朱梅，程薇．食品添加剂羧甲基纤维素钠中砷含量的测定[J]．食品研究与开发(*Food Research and Development*)，2011，32(2)：92-94.

[4] 张世仙，魏士倩，于永华．双道原子荧光光谱法测定蔬菜中的砷和汞[J]．中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*)，2015，5(1)：4-6.

[5] 周大颖．原子荧光光谱法测定食品添加剂磷酸中的砷[J]．光谱实验室(*Spectroscopy Laboratory*)，2012，29(5)：2831-2833.

[6] 张洪文，张永辉，韩康琴，等．多道全自动原子荧光光谱法测定土壤中的砷和汞[J]．中国无机分析化学(*Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry*)，2014，4(1)：18-21.