

ICP-AES 测定口香糖中的 7 种元素

王义惠^① 宋晓春 赵英飞 罗剑秋 周伟

(中国钢研科技集团有限公司北京纳克分析仪器有限公司 北京市海淀区丰贤中路 11 号 100094)

摘要 对比了碱熔法和湿法消解两种不同的方法处理样品,用电感耦合等离子体-原子发射光谱法(ICP-AES)测定口香糖中的 Ti、Mn、Al、Ca、As、Pb、Cd 元素。并对结果比较好的湿法消解方法进行了加标回收实验,平均回收率在 97.5%—102.5% 之间。

关键词 电感耦合等离子体-原子发射光谱法;口香糖;碱熔;湿法消解

中图分类号:O657.31 文献标识码:B 文章编号:1004-8138(2011)06-3215-03

1 引言

口香糖是世界上最古老的糖果之一,因其能吹泡、清洁口腔和牙齿、确保口气清新而深受人民喜爱。它主要由胶基加入糖浆、甜味剂和压制而成,也加入少量色素、香料和抗氧化剂。乳酸钙、TiO₂ 等含金属元素的食品添加剂常见于口香糖中,此外还需确保口香糖中不含 As、Pb、Cd 等对人体有害元素,所以对口香糖进行检测对于食品安全来说十分必要。

赵林同等^[1]曾用碱熔法测定口香糖中的 Ti,实验结果令人满意。但碱熔法步骤复杂,难以避免 NaOH 和坩埚带入杂质,并且被测溶液中的盐浓度大导致基体效应明显,不利于标准溶液的配制和仪器维护。本文提出了用湿法消解处理口香糖,ICP-AES 同时测定 Ti、Mn、Al、Ca、As、Pb、Cd 含量,取得了较好的结果。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

Varian 725-ES 型电感耦合等离子体发射光谱仪(美国瓦里安公司),功率 1.15kW,等离子气流量 15.0L/min,辅助气流量 2.25L/min,雾化气流量 0.70L/min,观察高度 8mm;SRJX-5-15 型马弗炉(天津市东丽实验电炉厂),5kW。

盐酸、硝酸、高氯酸、氢氧化钠均为优级纯试剂。实验用水为二次去离子水。

2.2 标准溶液的配制

根据称样量和定容体积,计算出各百分比含量所对应的浓度。本文中称取 0.5000g 样品定容到 100mL,则 0.0005% 对应的溶液浓度为 0.025 μ g/mL。按照表 1 用校准溶液(1000 μ g/mL,国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院)逐级稀释,得到两条校准曲线。为了消除基体效应干扰,校准曲线 1 中加入 10% HCl 和 2% NaOH;校准曲线 2 中只加入 10% HCl。

^① 联系人,电话:(010)82472657;E-mail:illusion@tom.com

作者简介:王义惠(1983—),男,山东省青岛市人,助理工程师,硕士,主要从事 ICP-AES 的使用与研发工作。

收稿日期:2011-01-16;接受日期:2011-03-01

表 1 各元素校准曲线含量

(%)

元素	Ti	Mn	Al	Ca	As	Pb	Cd
空白	0	0	0	0	0	0	0
1	0.001	0.001	0.01	0.10	0.0005	0.0005	0.0005
2	0.005	0.005	0.05	0.50	0.001	0.001	0.001
3	0.01	0.01	0.10	1.00	0.005	0.005	0.005
4	0.05	0.05	0.50	2.00	0.01	0.01	0.01

2.3 样品处理

碱熔法:称取 0.5000g 样品置于 50mL 刚玉坩埚(或镍坩埚)中,将坩埚放入不超过 100℃ 的马弗炉,使炉门留有 15mm 左右的缝隙,在不少于 1h 的时间内将炉温缓慢升至 600℃,并在此温度下保持 1h,取出冷却。加入 2.0g NaOH,移入马弗炉中在 600℃ 下熔融 30min,取出冷却。用 10% HCl 多次提取转移至 150mL 烧杯,放在电热板上加热至澄清。冷却后移至 100mL 容量瓶中用二次去离子水定容。同时做空白待测。

湿法消解:称取 0.5000g 样品置于 150mL 三角瓶中,加入少量水、10mL 浓硝酸,放在电热板上加热消解。加入 3mL 浓高氯酸,继续加热冒高氯酸白色烟雾,防止迸溅直至瓶中高氯酸近干,取下冷却。沿瓶壁吹入少量水,加入 10mL 浓 HCl,电热板上加热至沸。冷却后移至 100mL 容量瓶中用二次去离子水定容。所得溶液中含白色或微黄色粉末,用慢速滤纸干过滤,取滤液待测。同时做空白。

3 结果与讨论

3.1 测定结果

选出所测元素检出限低、灵敏度高的谱线作为分析用谱线。按实验方法测定 11 次空白溶液,其结果的 3 倍标准偏差除以曲线斜率计算出检出限,结果见表 2。

表 2 分析线波长及检出限

元素	Ti	Mn	Al	Ca	As	Pb	Cd
波长(nm)	336.1	293.9	396.2	396.8	189.0	220.4	226.5
检出限($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	0.0011	0.0016	0.0069	0.0003	0.0251	0.0280	0.0015

为了消除碱熔法中的基体干扰,用校准曲线 1 检测碱熔法样品,用校准曲线 2 检测湿法消解样品。结果见表 3。

表 3 口香糖中各元素含量*

(%)

元素	Ti	Mn	Al	Ca	As	Pb	Cd
1	0.0043	0.0015	1.672	1.130	0.0000	- 0.0001	0.0000
2	0.0044	0.0016	1.652	1.039	- 0.0003	- 0.0004	0.0000
碱熔法平均值	0.0044	0.0016	1.66	1.08	未检出	未检出	未检出
1	0.0044	0.0014	0.035	0.15	0.0001	0.0001	- 0.0001
2	0.0045	0.0015	0.036	0.16	0.0000	- 0.0001	- 0.0001
湿法消解平均值	0.0044	0.0014	0.036	0.16	未检出	未检出	未检出

* 由于校准曲线和仪器检出限的限制,低于 0.0005% 的值仅供参考,可视为该元素含量极低或者没有。

两种方法测得的 Ti 和 Mn 含量基本一致,但碱熔法中的 Al 和 Ca 含量比湿法消解高很多。因为碱熔法需要用到 NaOH 和坩埚(本文使用的是刚玉坩埚),即使是优级纯的 NaOH 也不可避免的会含有微量杂质,坩埚本身及其吸附的成分更加复杂,所以会导致个别元素测定偏高。

湿法消解的另一个优点是几乎没有基体效应,可以适当增加称样量。由于所测元素的含量均极低,适当增加称样量有利于元素的检出。碱熔法如要增大称样量必须同时增大熔剂 NaOH 的量,就

增加了引入的杂质,还极大提高了溶液的盐度,增强了基体效应,对测量的稳定性和仪器的维护不利。

3.2 回收率实验

称取 2.0000g 样品两份,分别加入相当于样品含量不同的标准溶液,用湿法消解法溶样,用校准曲线 2 测量,测得的结果除以 4(2.0000g 样品中各元素浓度相当于原来 0.5000g 样品的 4 倍)。测定各元素的回收率,结果见表 4。

表 4 回收率实验结果

元素	原测定值 (%)	加入值 (%)	测定值 (%)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
Ti	0.0044	0.0020	0.0065	105.0	102.5
		0.0040	0.0084	100.0	
Mn	0.0014	0.0010	0.0023	90.0	97.5
		0.0020	0.0035	105.0	
Al	0.036	0.020	0.0555	97.5	98.9
		0.030	0.0661	100.3	
Ca	0.16	0.10	0.2613	101.3	100.4
		0.20	0.3588	99.4	
As	未检出	0.0040	0.0041	102.5	102.3
		0.010	0.0102	102.0	
Pb	未检出	0.0040	0.0040	100.0	99.5
		0.010	0.0099	99.0	
Cd	未检出	0.0040	0.0039	97.5	99.3
		0.010	0.0101	101.0	

由表 4 知, Ti、Mn、Al、Ca、As、Pb、Cd 元素回收率在 97.5%—102.5% 之间,结果令人满意,方法切实可行。

4 结论

使用湿法消解处理口香糖样品具有步骤简便、基体干扰小、不易引入污染、可增大称样重量等优点。该方法简单快速,结果准确可靠,为生产厂商和相关检测部门提供了一种便利实用的检测途径。

参考文献

- [1] 赵林同,沈珂,殷新. ICP-AES 测定口香糖中的 Ti[J]. 光谱实验室, 2007, 24(4): 662—663.

Determination of Seven Elements in Chewing Gum by ICP-AES

WANG Yi-Hui SONG Xiao-Chun ZHAO Ying-Fei LUO Jian-Qiu ZHOU Wei
(China Iron & Steel Research Institute Group, Beijing NCS Analytical Instruments Co., Ltd., Beijing 100094, P. R. China)

Abstract The contents of Ti, Mn, Al, Ca, As, Pb and Cd were measured by ICP-AES after the chewing gum digestion by alkali fusion method and wet digestion. The results of wet digestion were better, and the added standard recovery experiment was carried out, and the average recoveries were from 97.5% to 102.5%.

Key words ICP-AES; Chewing Gum; Alkali Fusion; Wet Digestion