

微波消解/ICP-AES法测定面制食品 中五种常量元素的含量

覃毅磊, 赖毅东*, 何雪芬

(东莞市质量计量监督检测所, 广东东莞 523120)

摘要:基于国标法对食物中五种常量元素(Ca、Fe、Na、K、Zn)检测的缺陷, 本文探讨了用 ICP-AES 法测定面制食品中五种常量元素, 与国家标准测试方法相比, 微波消解/ICP-AES 法测定样品更具优势, 该方法的线性范围为 0.1~30 $\mu\text{g/mL}$, 检出限低于 0.01 $\mu\text{g/mL}$, RSD 小于 0.5%。与传统的酸解法样品处理相比, 不但分析结果相吻合, 而且更具有快速、高效、污染少等优点, 完全能满足食品分析的要求。

关键词:微波消解, ICP-AES 法, 面制食品, 常量元素

Determination of five macroelements in flour products by microwave digestion/ICP-AES

QIN Yi-lei, LAI Yi-dong*, HE Xue-fen

(Guangdong Dongguan Supervision Testing Institute of Quality and Metrology, Dongguan 523120, China)

Abstract: Because of the faults of the standard methods of food inspection, the method of ICP-AES have been developed to determine the content of five macroelements (Ca, Fe, Na, K, Zn) in flour products. The method is better than another method of digestion. And its detection limit is below 0.01 $\mu\text{g/mL}$ and the linear range is 0.1~30 $\mu\text{g/mL}$, RSD is below 0.5%. Compared with the traditional acid digestion method, the ICP-AES method is not only matched to the traditional analysis results, but also has advantages of high-speed, high-efficiency and low-emission. The method can satisfy the requirements of food analysis.

Key words: microwave digestion; ICP-AES; flour products; macroelement

中图分类号: TS207.5+1

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2010)02-0329-03

随着生活水平的提高, 食物的营养成分的种类及其含量分析引起了越来越多的关注。食品中的矿物质元素 Ca、Fe、Na、K、Zn 是人体几大基本常量元素, 国家对于该五种元素均制定了相应的标准方法^[1], 主要采用火焰原子吸收光谱法(AAS法)。该方法在实际检测工作虽然可以获得满意的结果, 但操作较为复杂, 耗时较长, 同时由于其线性范围较窄, 尤其对常量元素 Ca、Na 进行检测时, 常需经过多次稀释, 造成操作的不便。本文采用电感耦合等离子发射光谱法(ICP-AES法)对食物样品中的这五种元素进行检测, 其线性范围较 AAS 法宽^[1], 且检出限更低、精密度更高。传统的食品样品国标消解技术手续繁琐、耗时长、易交叉污染, 消解过程还会产生有害气体影响环境, 成为整个分析过程的薄弱环节和瓶颈。微波消解技术所具有的快速、高效、用量少、背景值低等特点能很好地解决这一问题, 已逐渐

为广大分析工作者所青睐。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

硝酸、高氯酸 分析纯; Ca、Fe、Na、K、Zn 单标储备液(1000 $\mu\text{g/mL}$) 国家标物中心; 高纯氩气, 待测样品为酥性饼干, 面包。

电感耦合等离子原子发射光谱仪 ProdigyXP 美国利曼, RF 功率 1.1kW, 辅助气流量 0.5L/min, 雾化器流量 0.5L/min, 辅助气压力 30PSI, 积分时间 25s, 泵流速 1.1mL/min, 分析波长 396.152nm; 微波消解仪 美国 CEM; 同心雾化器; 所用器皿 均以 10% 硝酸溶液浸泡过夜, 纯水洗净备用。

1.2 实验方法

1.2.1 湿法消解 将饼干、糕点样品粉碎, 各称取 1g 样品, 加入 30mL (5+1) 浓硝酸 + 高氯酸于高型烧杯, 盖上表面皿, 于电热板上中火消解至溶液透明, 继续加热至体积剩余 3~5mL, 加少量纯水, 煮沸 2min, 冷却定容 50mL。同时做试剂空白。

1.2.2 微波消解^[2] 将饼干、糕点样品粉碎, 各称取 0.5g 样品, 加入 8mL 浓硝酸于内罐中, 设定升温程

收稿日期: 2009-03-27 * 通讯联系人

作者简介: 覃毅磊(1971-), 女, 大学本科, 高级工程师, 主要从事光谱分析工作。

序,1~2个内罐选用400W功率,3~5个内罐选用800W功率,6个以上内罐选用1600W功率,设置120℃保持5min,150℃保持3min,190℃保持5min,1h后取出,于100℃赶酸至体积剩余2mL左右,冷却定容50mL。同时做试剂空白。

1.2.3 试液测定 将标准储备液用1%硝酸逐级稀释,混合至Ca、Fe、Na、K、Zn浓度分别为0、1、10、20、30μg/mL的标准系列,开机按1.1所示仪器工作条件的设定参数,在仪器最佳工作条件下作标准曲线,再测定样品溶液,同时做试剂空白。

2 结果与讨论

2.1 分析波长的选择

ICP-AES法对每个元素的测定都可以同时选择多条特征谱线,实验中对每个元素选取2~3条谱线进行测定,根据摄谱图像分析其光斑强度、谱线干扰情况,比较各谱线下所做标准曲线的相关性及数据的重现性,结合考虑方法灵敏度的要求,选择Ca(315.887nm)、Fe(259.940nm)、Na(589.592nm)、K(766.491nm)、Zn(206.200nm)。

2.2 干扰实验

对面制食品中可能存在的Cu、Mg、Al、Mn、Se等元素进行干扰实验,结果表明,100μg/mL的Cu、Al、Mn、Se和50μg/mL的Mg不干扰测定结果;采用1.2.1和1.2.2的实验方法,面制食品中这些元素含量均在上述范围以下,所以在检测中一般可不用进行相关的校正。

2.3 样品分析结果

由表1可知,微波消解的前处理方式所获得的数据重现性较好。

表1 样品分析结果(n=3)

元素	微波消解法		湿法消解法	
	测定值 (mg/kg)	相对标准 偏差(%)	测定值 (mg/kg)	相对标准 偏差(%)
饼干	Ca 212.41	2.1	207.13	4.6
	Fe 0.78	3.5	0.73	6.5
	Na 466.24	2.0	473.86	4.5
	K 14.51	3.5	14.68	5.8
	Zn 0.56	3.1	0.43	4.0
糕点	Ca 28.52	2.8	28.16	3.3
	Fe 0.45	4.3	0.36	4.1
	Na 378.41	3.2	374.25	5.3
	K 16.86	3.1	15.88	4.3
	Zn 0.67	3.8	0.71	4.8

2.4 标准曲线、检出限、精密度及线性范围

测得Ca、Fe、Na、K、Zn标准曲线相关系数均大于0.9999,对空白溶液重复测定11次,取3倍标准偏差所对应的浓度为各元素的检出限,对标准第2点测试5次计算相对标准偏差,并同国标方法进行比较^[1]。

从表2可以看出,使用ICP-AES法测定各元素的检出限较国标方法低1~2个数量级,而精密度更高。ICP-AES法中各元素的线性范围均为0.5~10μg/mL,国标方法中^[1]Ca为0.5~2.5μg/mL,Fe为0.5~4μg/mL,Na为1.0~4.0μg/mL,K为

0.1~0.5μg/mL,Zn为0.2~1.6μg/mL,显然ICP-AES法测定上述各元素的线性范围更宽。

表2 检出限和相对标准偏差比较表^[1]

元素	微波消解(ICP-AES法)		国标湿法消解(AAS法)	
	检出限 (μg/mL)	相对标准 偏差(%)	检出限 (μg/mL)	相对标准 偏差(%)
Ca	0.0051	0.32	0.1	1.2
Fe	0.0075	0.21	0.2	1.2
Na	0.0088	0.25	0.3	1.1
K	0.0046	0.22	0.05	1.3
Zn	0.0059	0.30	0.04	1.1

2.5 回收率实验

按1.2.2对糕点样进行加标回收实验,回收率为95%~110%,结果可信。

表3 样品分析结果(n=3)

元素	本底值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	测定量 (mg/kg)	回收率 (%)
Ca	28.36	50	75.91	95.1
Fe	0.47	1	1.426	95.6
Na	375.26	50	430.41	110.3
K	16.13	1	17.196	106.6
Zn	0.69	1	1.677	98.7

2.6 比较实验

对饼干样品用ICP-AES法和火焰原子吸收光谱法分别进行测定比较,结果如表4。可以看出,各元素检测结果的相对偏差均在10%以内,符合标准^[1]允差范围。

表4 ICP-AES法和AAS法样品分析结果(n=3)

元素	ICP-AES测定值 (mg/kg)	AAS测定值 (mg/kg)	相对误差 (%)
Ca	28.36	29.85	5.1
Fe	0.47	0.51	8.1
Na	375.26	362.18	3.5
K	16.13	15.25	5.6
Zn	0.69	0.65	5.9

3 结论

ICP-AES法与火焰原子吸收光谱法相比,其测定数据误差均在允差以内,但因其可一次进样,所有待测元素同时出峰,操作更为方便快捷,同时其线性范围较AAS法宽,而检出限更低,精密度更高,受干扰的影响小,加标回收率能很好地满足实验要求,该法较AAS法更为先进^[3]。由表1可看出,微波消解的方式其测定结果较湿法消解并无明显的差异,但其重现性较湿法消解好,因为其消耗酸量较湿法少,且只使用硝酸,由此产生的空白及基体的效应均小于湿法消解,故能获得更好的重现性。而且其消解费时少,无需人看管,较湿法在应用中更具优势。因此,采用微波消解方式,以ICP-AES法测定面制食品中五种常量元素,在检测实验室中能更好地满足批量样品的检测要求。

参考文献

- [1] GB/T 5009.1~5009.100-2003.食品卫生检验方法(理化部分I)[S].北京:中国标准化出版社,2004,2.
- [2] 王振河,王斌,霍云凤.微波溶样ICP-AES法测定三种珍

霉菌检测培养基改良实验研究

邵敏, 赵然, 周鹤峰

(遵义医学院珠海校区生物工程系, 广东珠海 519041)

摘要:在国标法 GB/T4789.15-2003 孟加拉红培养基中分别添加不同浓度的葡萄糖、牛肉膏、酵母浸膏、磷酸二氢钾、吐温 20、氯化钠, 对黑曲霉和不同种类的食品进行霉菌总数的测定。结果表明, 含 2.0% 的葡萄糖、0.15% 的吐温 20 和 0.25% 的磷酸二氢钾的改良孟加拉红培养基对霉菌的检出率均高于国标法孟加拉红培养基, 用改良孟加拉红培养基对不同食品中霉菌进行检测, 其检出率较国标法孟加拉红培养基平均高出 59.64%。改良孟加拉红培养基能提高食品中霉菌的检出率。

关键词:培养基, 霉菌, 检出率

Study on the improvement of medium for mold inspection

SHAO Min, ZHAO Ran, ZHOU He-feng

(Department of Bioengineering, Zunyi Medical College Zhuhai Campus, Zhuhai 519041, China)

Abstract: The substances of different concentrations such as glucose, beef extract, yeast extract, monopotassium phosphate, Tween-20 and sodium chloride were added to the Rose Bengal Medium of GB for counting the molds in *Aspergillus niger* and all kinds of foodstuff. The results showed that the modified Rose Bengal Medium was composed of 2.0% glucose, 0.15% Tween-20 and 0.25% monopotassium phosphate. By using the modified Rose Bengal Medium, the detectable rate of the molds was higher than the Rose Bengal Medium of GB, by using it to detect the molds of different foods, the average detectable rate was improved 59.64%. The modified Rose Bengal Medium can increase the detectable rate of the molds in foods.

Key words: culture medium; mold; detectable rate

中图分类号: TS201.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2010)02-0331-03

随着经济改革和对外开放, 食品生产的数量、种类和进出口贸易也不断增加, 各类食品常常遭受霉菌侵袭, 霉菌污染食品后会引发食品的霉烂变质, 降低食用价值, 甚至不能食用, 由于霉菌对于我们人类的危害极大, 因此提高食品中霉菌总数的检出率, 对于食品安全及我们人类的健康具有重大的意义。目前国内外食品霉菌总数检测常用的方法之一是平板计数法。霉菌检测国标法 GB/T 4789.15-2003 中所采用的培养基是孟加拉红培养基。本实验在孟加拉红培养基的基础上, 添加不同浓度的葡萄糖、牛肉膏、酵母浸膏、磷酸二氢钾、氯化钠和吐温 20, 改变培养基的营养成分并对黑曲霉菌液和不同种类的食品进行霉菌总数检测, 并与国标孟加拉红培养基测定的霉菌总数进行比较, 计算霉菌检出的提高率。优选出更适宜霉菌生长的改良孟加拉红培养基, 提高霉菌的检测率, 从而使食品中的霉菌更能被准确检测。

1 材料与方法

1.1 材料与设备

黑曲霉 (*Aspergillus niger*) 遵义医学院珠海校区中心实验室保存; 大米、花生、绿豆饼、蛋糕等 购于珠海市金湾区百福汇超市; 葡萄糖、牛肉膏、酵母浸膏、磷酸二氢钾、氯化钠、吐温 20 均为分析纯; 国标孟加拉红培养基 上海顺勃生物工程技术有限公司; 改良培养基 在上述培养基的基础上, 分别添加不同浓度的葡萄糖、牛肉膏、酵母浸膏、磷酸二氢钾、氯化钠和吐温 20。

富华 BS-1E 振荡培养箱 金坛市富华仪器有限公司; SPX-250B-Z 型生化培养箱、YXQ-LS-75S II 型全自动立式电热压力蒸汽灭菌器 上海博迅实业有限公司医疗设备厂; 101-3 型 电热鼓风干燥箱 上海锦屏仪器仪表有限公司通州分公司。

1.2 实验方法

1.2.1 确定黑曲霉菌液最佳稀释倍数 参照霉菌检测国标法 GB/T 4789.15-2003 中操作步骤并适当

收稿日期: 2009-03-27

作者简介: 邵敏 (1978-), 女, 硕士, 讲师, 研究方向: 食品生物化学。

稀药真菌中的微量元素[J]. 广东微量元素科学, 2007, 14 (6): 59-63.

[3] 王莹, 辛士刚. ICP-AES 法测定葡萄酒中的微量元素[J]. 中国公共卫生, 2005, 21 (2): 242-243.