

端视 ICP-AES 法直接测定食品添加剂 DL-酒石酸中的有害元素

鲁丹

(浙江出入境检验检疫局技术中心, 浙江 杭州 310012)

摘要: 通过同时提高 RF 发射功率及雾化气流量, 使端视电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法可以直接用于测定食品添加剂 DL-酒石酸中有害元素铅和砷。确定了 ICP-AES 测定条件。铅和砷的检出限分别为 0.003mg/L 和 0.005mg/L, 定量限分别为 0.25mg/kg 和 0.41mg/kg, 回收率为 96.2%~105.6%, 相对标准偏差为 1.82%~2.42%。本法完全满足食品添加剂 DL-酒石酸中有害元素的测定要求。

关键词: 端视 ICP-AES 法; 食品添加剂; DL-酒石酸; 有害元素

Direct Determination of Harmful Elements in Food Additive DL-Tartaric Acid by Axial View Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy (ICP-AES)

LU Dan

(Technic Centre of Zhejiang Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Hangzhou 310012, China)

Abstract: A new method was developed for the direct determination of harmful elements, such as Pb and As, in food additive DL-tartaric acid with axial view ICP-AES through simultaneous elevation of RF emission power and atomization gas flux. The working parameters of ICP-AES were optimized in this study. The results showed that the limits of detection (LODs) of Pb and As by this method were 0.003 mg/L and 0.005 mg/L, respectively, and the limits of quantification (LOQs) were 0.25 mg/kg and 0.41 mg/kg, respectively. The recoveries of Pb and As at two spiked amounts of 0.50 mg/kg and 1.00 mg/kg were 96.2% to 105.6%, and the relative standard deviations were 1.82% to 2.42%. In conclusion, this method can meet the demand of determining harmful elements in food additive DL-tartaric acid.

Key words: axial view inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry (ICP-AES); food additive; DL-tartaric acid; harmful elements

中图分类号: TS202.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2009)10-0225-03

随着人们对食品安全的日益关注, 对食品添加剂中有害元素残留等安全性问题也日益关注。DL-酒石酸是出口量很大的一种食品添加剂, 被广泛用作糖果、饼干、罐头、葡萄酒等食品的酸度调节剂、膨松剂及啤酒发泡剂、矫味剂等。现行国家标准 GB15358-94^[1]中规定食品添加剂 DL-酒石酸中铅和砷的限量分别为 10mg/kg 和 2mg/kg, 测定方法为样品经干法灰化后, 铅用硫化物比色法、砷用砷斑法, 分别测定。不仅灵敏度低, 而且操作烦琐费时, 不能满足食品添加剂进出口快速检验通关的要求。随着 DL-酒石酸出口量的增加, 对其有害元素的测定要求日益迫切。由于 DL-酒石酸中铅和砷的含量甚微, 给测试带来很大困难。样品的预处

理, 如干法灰化、湿法消解等, 易引起待测元素的逸失或污染, 使操作烦琐, 分析周期长。虽然电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法具有多元素同时测定、分析速度快、灵敏度高、线性范围宽、稳定性好、干扰少等优点^[2-3], 且近年来随着端视 ICP-AES 的普及, 进一步提高了该方法的灵敏度, 但 ICP-AES 法在常规条件下不能直接测定有机样品。本实验探讨通过提高 RF 发射功率及雾化气流量, 将 DL-酒石酸样品用稀酸溶解后, 直接用端视 ICP-AES 法测定其中的有害元素铅和砷, 以免去烦琐的前处理过程, 寻求操作简便、快速、分析周期短。结果准确、灵敏度高、干扰少, 适用于 DL-酒石酸中铅和砷的快速检测的方法。

收稿日期: 2008-08-12

作者简介: 鲁丹(1964-), 女, 高级工程师, 本科, 研究方向为食品中有害元素原子光谱分析。

E-mail: hzxyj2002@yahoo.com.cn

1 材料与与方法

1.1 试剂与仪器

铅和砷标准储备液：均为 1000mg/L，由国家标准物质中心提供，临用前用硝酸(1:99)逐级稀释；硝酸(优级纯)；Milli-Q 超纯水(电导率为 18.2MΩ·cm)。

Vista PRO 型全谱直读电感耦合等离子体原子发射光谱仪(配有 40MHz 自激式射频发生器、Vista Chip CCD 检测器、玻璃同心雾化器、旋流雾化室、水平等离子炬、蠕动进样泵) 美国瓦里安公司。

1.2 仪器测定条件

RF 发射功率：1.30kW；等离子气流量：15.0L/min；辅助气流量：1.50L/min；雾化气流量：0.75L/min；分析波长：铅为 220.353nm、砷为 188.980nm；积分时间：6s；清洗时间：10s；进样延时：15s；读数次数：3 次；扣除背景方式：Fitted；蠕动泵转速：15r/min。

1.3 样品处理

称取试样 1.0g(精确到 0.0001g)，置于 25ml 容量瓶中，用(1:99)硝酸溶解并定容至刻度，摇匀，待测。

2 结果与分析

2.1 样品取样量的选择

分别称取样品 0.25、0.50、1.0、1.5、2.0、2.5g，置于 25ml 容量瓶中，用(1:99)硝酸溶解并定容至刻度，摇匀，按本实验方法进行测定。结果表明，样品取样量小于 1.0g 时，稀释倍数过大，灵敏度较低；样品取样量大于 1.0g 时，有机物干扰严重，无法直接测定。故样品取样量选为 1.0g。

2.2 ICP-AES 测定条件选择

2.2.1 分析线的选择

利用仪器上显示的谱线干扰中被测元素谱线的强度及存在的潜在干扰谱线进行筛选，用待测元素的混合标准和单一标准进行扫描对比，优选出灵敏、光谱干扰最小、信噪比高、检出限低的谱线。实验结果选择铅和砷的分析线分别为 220.353nm 和 188.980nm。

2.2.2 RF 发射功率选择

通常测定水溶液样品时，RF 发射功率选择为 1.20kW 即可。而本实验测定的是酒石酸样品，酒石酸是有机酸，在等离子体中解离比在水溶液中消耗更高的能量，因此，需要提高 RF 发射功率，增强 ICP-AES 发射强度。将 RF 发射功率提高为 1.30kW 条件进行测定，结果表明单一提高 RF 发射功率，炬管火焰不稳定且容易熄火、检测数据重现性差。

2.2.3 雾化气流量的选择

雾化气流量大小直接影响雾化效率，进而影响各元

素的检出限。通常较低雾化气流量使等离子更稳定。一般测定水溶液样品时，雾化气流量选择 0.60L/min。本实验在 RF 发射功率 1.30kW 条件下对雾化气流量在 0.60、0.65、0.70、0.75、0.80L/min 时进行试验，结果表明：雾化气流量小于 0.75L/min 时，炬管火焰不稳定且容易熄火，而雾化气流量大于或等于 0.75L/min 时，才能够得到明亮稳定饱满的火焰和良好的检测重现性。故选择雾化气流量为 0.75L/min。

2.3 样品提升量的影响

考察了样品提升量分别为 0.5、0.8、1.0、1.3、1.5L/min 时对测定的影响。结果表明，样品提升量小于 1.0L/min 时，灵敏度较低；样品提升量在 1.0~1.3L/min 时，灵敏度高且稳定；样品提升量大于 1.3L/min 时，由于进样量太多，影响溶液的雾化效率且浪费样品。故选择样品提升量为 1.0L/min。

2.4 干扰实验

对 DL- 酒石酸中常见的共存元素进行了干扰实验。结果表明，浓度为 20.0mg/L 的钙、铁、镁、铬、锌、镉、铜对待测元素的干扰均小于 5%，即基本无干扰。10.0mg/L 铅和砷相互间也无干扰。

2.5 线性方程和检出限

在本实验条件下，铅标准曲线回归方程的斜率(4191.1)与标准加入法的斜率(4190.3)相近，砷标准曲线回归方程的斜率(836.5)与标准加入法的斜率(837.2)相近，同一 DL- 酒石酸样品用标准曲线法测得结果为铅 0.84mg/kg，砷 0.90mg/kg，而用标准加入法测得值为铅 0.83mg/kg，砷 0.89mg/kg。说明 DL- 酒石酸基体不呈干扰，可用标准曲线法进行测定。

在本实验条件下，铅浓度在 0.010~2.0mg/L 范围内、砷浓度在 0.020~2.0mg/L 范围内线性关系良好。空白溶液连续测定 11 次，以 3 倍标准偏差除以标准曲线斜率，得出铅和砷的检出限；以 10 倍标准偏差除以标准曲线斜率，得出铅和砷的定量限。各待测元素线性方程、相关系数、检出限、定量限见表 1。

表 1 线性方程、检出限和定量限

Table 1 Linear equations, LODs and LOQs of Pb and As

元素	线性范围 (mg/L)	线性方程	相关系数	检出限 (mg/L)	定量限 (mg/kg)
Pb	0.010~2.0	$y = 4191.1x + 42.5$	0.9996	0.003	0.25
As	0.020~2.0	$y = 836.5x + 17.9$	0.9994	0.005	0.41

2.6 精密度实验

连续测定 0.50mg/L 铅和砷的标准溶液 8 次，相对标准偏差分别为 1.82% 和 2.04%。连续测定铅和砷含量分别为 0.89mg/kg 和 1.06mg/kg DL- 酒石酸样品 8 次，相对

标准偏差分别为 2.36% 和 2.19%。

2.7 重现性实验

精密称取 DL- 酒石酸样品 5 份, 每份 1.0g, 按本实验方法测定, 铅和砷含量分别为 0.97mg/kg 和 1.09mg/kg; 相对标准偏差分别为 2.42% 和 1.92%。

2.8 加标回收实验

应用本实验方法对 DL- 酒石酸样品进行加标回收实验, 铅和砷的回收率分别为 96.2%~105.6% 和 97.3%~103.0%。结果见表 2。

表 2 加标回收实验(n=3)

Table 2 Recoveries of Pb and As at two spiked amounts of 0.50 mg/kg and 1.00 mg/kg (n=3)

元素	测定值(mg/kg)	加标量(mg/kg)	测定总值(mg/kg)	回收率(%)
Pb	0.66	0.50	1.141	96.2
		1.00	1.716	105.6
As	0.73	0.50	1.245	103.0
		1.00	1.703	97.3

2.9 样品分析

用本实验方法检测日常送检的 10 批 DL- 酒石酸样品, 铅含量为 0.27~1.3mg/kg, 砷含量为 0.49~1.2mg/kg, 均符合国家限量标准^[1]的要求。

3 结 论

本研究提出了同时提高 RF 发射功率及雾化气流量, 将 DL- 酒石酸样品用稀酸溶解后, 采用端视 ICP-AES 法直接进样测定铅和砷的方法。方法简便、快速、准确、可靠、灵敏度高, 省去了通常必需的烦琐、耗时的干法灰化或湿法消解过程, 缩短了分析周期, 避免了不必要的损失和污染。适用于出口 DL- 酒石酸中铅和砷含量的快速测定。

参考文献:

- [1] GB 15358—94 食品添加剂 DL- 酒石酸[S].
- [2] MONTASER A, GOLIGHTLY D W. 感耦等离子体在原子光谱分析法中的应用[M]. 陈隆懋, 绍友彬, 殷宁万, 等, 译. 北京: 人民卫生出版社, 1992: 477-479.
- [3] 辛仁轩. 等离子体发射光谱分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 225-229.