

ICP-MS 检测臭豆腐中铁、铝元素含量方法研究

胡文武, 汪琼

长沙市疾病预防控制中心, 湖南 长沙 410004

摘要: **目的** 建立同时检测臭豆腐中铝元素和铁元素含量的方法。 **方法** 臭豆腐经高压消解后, ICP-MS 碰撞模式测定铁和铝, 外标法定量。 **结果** 铁元素在 0~20 mg/L 范围内线性方程为: $Y=644.196X$, 相关系数 $r=0.999\ 2$, 相对标准偏差为 4.1%~6.9%, 检出限为 0.415 $\mu\text{g/L}$, 回收率为 91.3%~94.2%; 铝元素在 0~2.0 mg/L 范围内线性方程为: $Y=12\ 259X$, 相关系数 $r=0.999\ 0$ 。相对标准偏差为 5.1%~6.2%, 检出限为 0.053 $\mu\text{g/L}$, 回收率为 90.5%~94.7%。 **结论** ICP-MS 方法简便、快速、准确, 适用于臭豆腐中铝和铁的测定。

关键词: ICP-MS; 铁; 铝; 臭豆腐

中图分类号: R155.5 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-3110(2019)02-0242-02 **DOI:** 10.3969/j.issn.1006-3110.2019.02.036

近年来, 食品质量问题已成为世界上广为关注的问题, 随着我国经济的发展和人民生活水平的提高, 远离重金属污染, 保证食品安全成为现阶段需解决的重大公共卫生问题之一。臭豆腐全国闻名, 是湖南长沙最有名的特色小吃, 古书记载, 臭豆腐可以寒中益气, 和脾胃, 消胀痛, 清热散血, 下大肠浊气, 长食者, 能增强体质, 健美肌肤。但臭豆腐制作工艺繁杂, 对环境要求相当苛刻。因此一些不良商家为了卖相和品相在臭豆腐的制作过程中加入添加剂明矾和青矾, 缩短制作时间, 制作出口感极佳的臭豆腐。而明矾中的铝不是人体必需元素, 过多的摄入将对身体健康有所影响: 国际研究表明摄入过多的铝主要影响骨骼和神经系统健康。青矾短暂过多食用会引起消化不良、呕吐、腹泻等, 因此建立一种简单且高效的检测臭豆腐中铝元素和铁元素含量的方法尤为必要。

目前现行国家标准 GB/T 5009.182-2017《食品中铝的测定》检验方法中有电感耦合等离子体质谱法检测食品中铝的含量。食品中铁的测定有分光光度法、火焰原子吸收法、电感耦合等离子体质谱法^[5-9]。其中分光光度法依赖于显色剂发展, 使该法选择性低, 灵敏度也较低。传统原子吸收法测定铝和铁有较好的检测效果, 但是不能同时测定多种金属元素。而 ICP-MS 具有分析速度快、多元素同时测定、选择性好、灵敏度高特点, 该方法更受人青睐。国内鲜有关于同时测定臭豆腐中铁和铝方面的报道。因此本文建立 ICP-MS 法测定臭豆腐中铁和铝含量, 为保障油炸食品的安全和质量提供技术支持。

作者简介: 胡文武 (1974-), 男, 本科学历, 主管检验师, 主要从事理化检测工作。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 ICP-MS (PerkinElmer NexION™ 300x); 恒温干燥箱 (上海跃进医疗器械有限公司); 电热板 (湖南金蓉园仪器设备有限公司); 压力罐。标准品: 铁元素 (GSB G 62020-90 (2601)) 和铝元素 (GSB G 62006-90 (1301)); 硝酸、高氯酸 (国药集团化学试剂有限公司, 优级纯); 超纯水; 臭豆腐购买于市场。

1.2 实验方法

1.2.1 样品前处理 臭豆腐样品, 捣碎, 取 0.50 g 左右捣碎臭豆腐放入高压消化罐内, 加入 5.00 ml 硝酸浸泡过夜, 旋紧不锈钢外套, 放入恒温干燥箱消解, 80 $^{\circ}\text{C}$ 消解 2 h, 120 $^{\circ}\text{C}$ 消解 3 h, 160 $^{\circ}\text{C}$ 消解 5 h, 冷却开罐, 放置电热板上 150 $^{\circ}\text{C}$ 赶酸, 赶至 1~2 ml 再用超纯水定容到 10 ml 备用。

1.2.2 ICP-MS 检测条件 铁的荷质比为 56。仪器基本参数设置见表 1。

表 1 ICP-MS 仪器参数

工作参数	设定值	工作参数	设定值
喷雾器	20.0L/min	载气(氩气)流量	0.94L/min
辅助气流量	1.2L/min	氦气流量	4.8L/min
雾化室温度	3 $^{\circ}\text{C}$	采样深度	1.93mm
RF 功率	1 300W	反应模式	KED

1.2.3 标准溶液的配制 金属离子混合标准溶液配制: 取铝离子标准溶液 (1 000 mg/L) 0.2 ml, 铁离子标准溶液 (1 000 mg/L) 2.0 ml, 用 1% HNO_3 硝酸溶液稀释至 10 ml, 得铁离子浓度 200 mg/L、铝离子浓度 20 mg/L 混合标准储备液。不同浓度标准溶液配制: 取一定量的混合标准储备液, 用 1% HNO_3 硝酸溶液稀释

为以下浓度:Fe:0、4、8、12、16、20 mg/L; Al:0、0.4、0.8、1.2、1.6、2.0 mg/L。

2 结 果

2.1 前处理条件优化 对同一样品采用不同消解方法进行测定,两次平行测定值见表 2。

表 2 不同消解方法结果数据

消解方式	Fe (mg/kg)		Al (mg/kg)	
湿法	16.917	17.352	4.371	4.096
高压罐	18.484	18.573	5.166	5.287

湿法消解:称取 1 g 匀碎样品于 100 ml 玻璃试管中,加入 20 ml HNO₃+HClO₄(9+1)于试管中,160 ℃消解至样品呈无色透明状,冷却,转移至 10 ml 容量瓶并定容。见表 2。湿法消解结果偏低,说明铁和铝的化合物不是完全可溶性。

2.2 方法线性范围与检出限 根据实际分析需要,确定标准系列浓度,其中铁元素在 0~20 mg/L 范围内线性方程为:Y=644 196X,相关系数 r=0.999 2;铝元素在 0~2.0 mg/L 范围内线性方程为:Y=12 259X,相关系数 r=0.999 0。采用 1% HNO₃ 溶液重复测定 20 次,计算金属元素标准偏差,3 倍标准偏差对应的浓度为检出限。其中铁元素检出限为 0.415 μg/L,铝元素检出限 0.053 μg/L。由此可知,该 ICP-MS 灵敏度较高。

表 3 加标回收与精密度 RSD 值数据

元素	样品本底值 (mg/kg)	加标量 (mg/L)	平均测定值 (mg/kg)	平均回收率 (%)	RSD (%)
铝	1.500	0.100 0	1.589 0	91.08	0.12
铝	1.500	0.300 0	1.770 2	92.14	0.36
铝	1.500	0.500 0	1.947 6	91.59	0.47
铁	2.647	5.000	7.133 5	91.79	4.10
铁	2.647	10.000	11.723 2	92.85	4.55
铁	2.647	15.000	16.262 1	92.86	4.68

注:加标量的体积均为 1 ml;样品的称量质量为 1.023 g。

2.3 方法回收率与精密度 选取一份本底值较低的白色臭豆腐样品,分别加入低、中、高三个水平浓度的标准混合液,按照上述优化的实验方法测定,并设置各样品平行测定 6 次,计算精密度相对标准偏差(RSD)值(n=6),再根据加入标准量计算加标回收,结果见表 3。

2.4 样品测定 针对长沙具有代表性的臭豆腐样品进行铁和铝元素含量测定,其中黑色臭豆腐相对于白色臭豆腐的铁元素含量高,高者达到 600 mg/kg,而国家对油炸和面制食品中铝含量限制比较严格,臭豆腐中铝的含量均低于 50 mg/kg。

3 讨 论

本研究优化了电感耦合等离子体质谱联用仪(ICP-MS)各项仪器条件,且优化了样品前处理方法条件,建立了 ICP-MS 同时测定臭豆腐中铁、铝元素含量的新方法。结果表明该方法具有很强的可行性,前处理过程简单,回收率高,检出限低,精密度高。将该方法应用于臭豆腐中铁、铝元素含量的检测,结果令人满意,且对市场油炸小吃食品监管具有指导意义。

参考文献

[1] 马红军. 分光光度法测定食品中的铝含量[J]. 粮油食品科技, 2009,17(1):43-46.
[2] 陈光,林立,周谙非,等. 微波消解-ICP-MS 法测定油条中的铝[J]. 化学分析计量,2009,18(1):51-52.
[3] 卞金辉,张晓卫,倪巍巍. 微波消解/干灰化分光光度法测定面制食品中的铝[J]. 化学研究,2011,22(1):61-64.
[4] 陈素军,朱力,刘裕婷,等. 微波消解-石墨炉原子吸收法对食品中铝的测定[J]. 环境与职业医学,2008,25(2):215-216.
[5] 李培. 草酸钴、氯化钴、钴酸锂中铁的测定[J]. 化工技术与开发, 2006,35(1):17-18.
[6] 王起华. 金属铁测定方法的改进[J]. 冶金分析,1988,8(1):21-23.
[7] 张琦,龚丽芳,姚成. 微波消解-原子吸收光谱法测定三醋酸纤维素中铜和铁的含量[J]. 光谱实验室,2010,27(3):202-205.
[8] 龚思维,楚民生. ICP-AES 法测定标准阴极铜中的砷、铋、铁、镍、锡和锌[J]. 现代科学仪器,2002,19(1):48-50.
[9] 邓良平. ICP-AES 法测定 RZnAl5RE 合金中的镧、铈、铁、铝、铅、镉[J]. 分析实验室,2000,19(1):67-70.

收稿日期:2018-01-02