

微波消解—端视 ICP-AES 法测定食用油中的微量元素

范 柯 王鲜俊 郎经畅
(成都市卫生防疫站,四川 成都 610021)

食用油的消化处理一直是分析工作者的难点。常规方法有干法灰化和湿法消解两种,^[1]其主要缺点是消化时间长,不易消化完全,易引起沾污,一些易挥发性元素(如 As 等)在消化时易损失。本文采用微波消化食用油试样,克服了上述缺点,消化液用端视 ICP-AES 法测定,该法具有一次顺序或同时测定多元素的优点,以较广泛应用于各类试样中微量元素的测定。^[2,3] 本文报道用微波消解端视 ICP-AES 法测定食用油中的 Pb、As、Cu、Fe、Ni,方法简便、快速、准确,曾用于食用油中上述元素测定,结果令人满意。

1 材料与方法

1.1 仪器

ICP 光谱仪 美国 TJA 公司 Trace Scan 电感耦合等离子体发射光谱仪,玻璃同心雾化器,旋流雾化室。

MK- 型压力自控微波溶样系统 上海新科微波技术研究所,高压密闭消化罐,DKP- 型电子控温加热板。

1.2 试剂 混合标准储备液 国家钢铁材料测试中心、冶金部钢铁研究总院提供的 1 000 μg/mL 各元素标准储备液。临用时用 1 %硝酸逐级稀释。

1.3 仪器分析条件 所选择仪器工作参数见表 1。

表 1 仪器工作参数

射频功率 W	1150	进样量(mL/min)	1.5
雾化器压力 PSI	25	冷却气流速 高	
积分时间 S	2	辅助气流速(L/min)	1.0
冲洗时间 S	15		

分析线 Pb 220.3、As 189.0、Cu 324.7、Fe 259.9、Ni 231.6 nm。

1.4 校正曲线的绘制 取标准储备液用 1 %硝酸稀释成不同浓度的混合标准系列,以 1 %硝酸为空白,测定并绘制校正曲线。

1.5 试样前处理 称取试样 0.5 g 于清洗好的聚四氟乙烯杯内,依次加入 5.0 mL HNO₃、2.0 mL H₂O₂,将溶样杯晃动几次,在电子控温加热板上进行试样预处理加热(注意试样至沸),处理完后放冷,盖上聚四氟乙烯内盖,以下操作严格按照 MK- 型压力自控微波溶样系统操作说明书进行,根据不同的油样选择压力 1.5 ~ 2.5 MPa,时间 5 ~ 10 min,消化完后试样液无色透明,脱硝,取出放冷,用蒸馏水洗涤定容至 10 mL 容量瓶中,同时做试剂空白。

1.6 试样测定 按 1.3 中的工作参数及分析线,分别测定标准系列,试样溶液和试剂空白值。经进行光谱干扰校正后的试样测定值,减去空白测定值,换算成油样中该元素的含量。

2 结果与讨论

2.1 消化方式的选择 微波消化法与其他消化法的加热方式不同,微波能直接穿透试样内部,里外同时加热,瞬间达到较高温度,同时在加压条件下,酸的氧化及活性增加,使试样在短时间内被消化。其次由于微波消化是在密闭容器中进行,一些易挥发性元素损失较少,因此回收率较高,同时因酸消耗量少,由酸带入的污染也大为降低,从而提高了测定结果的准确性。

2.2 微波消解条件的选择 微波消化试样时,很重要的限制参数是压力和时间,该仪器可实时观察消化罐压力变化,使消解过程在安全范围内进行。我们通过实验证明,一般油样压力选择 1.5 ~ 2.5 MPa,时间选择 5 ~ 10 min 即可消化完全。微波消解中酸体系也是很重要的因素,不同消解体系对微波吸收效率不同, H₂O₂ > 浓 HNO₃ > 浓 HF > 浓 H₂SO₄ > 6 mol/L HCl,通过实验我们选择 HNO₃-H₂O₂ 为消化食用油的体系,在高温、高压下可完全消解大多数食用油。由于消化罐压力取决于 HNO₃-H₂O₂ 加热后的分压及化学反应时形成的气态分解产物。实验证明当罐内体积约为 10 mL 时,压力上升快,消化效果

好,因此我们选择 5 mL HNO₃-2mL H₂O₂ 食用油消解体系。

2.3 酸度的影响 由于消化过程中加入了硝酸,其浓度对仪器的使用寿命和分析的准确性都有较大影响,实验证明酸浓度在 0.5 % ~ 10 %之间时,各待测元素的测定值稳定,对仪器使用无影响,本方法选择酸浓度为 1 %。

2.4 仪器条件的优化 实验证明,当选择 RF 功率为 1 150 W;雾化气压力为 25 PSI 时,仪器发射光强,灵敏度高,且光强稳定。同时通过进样速度比较发现进样量小于 1.0 mL/min 时,灵敏度较低,进样量在 1.0 ~ 1.8 mL/min 之间,灵敏度高且稳定,因此我们选用进样速度 1.5 mL/min。本文选用上述条件为工作条件。

2.5 光谱干扰及校正 光谱干扰是 ICP-AES 中的主要干扰,有背景位移与谱线重叠两类。前者可由仪器设置的离峰法校正,谱线重叠可通过调阅仪器分析线数据库,按灵敏度适中,干扰元素少的原则来选择待测元素波长加以克服。

2.6 方法的检出限 取 10 次平行测定空白溶液的结果,按 IUPAC 规定计算的各元素检出限,见表 2。

表 2 各元素检出限 μg/L					
元 素	Pb	As	Cu	Fe	Ni
检出限	7.3	6.2	4.0	2.4	3.4

2.7 方法精密度及回收率实验 取同一试样平行测定 4 次,计算出相对标准偏差,在试样中加入不同标准液测定并计算出 4 次加标测定的平均回收率,见表 3。

中图分类号:R15;O657.31;TS255 文献标识码:B 文章编号:1004 - 8456(2001)03 - 0016 - 02

表 3 各元素精密度及回收率测定 mg/L

试样	元素	测定均值	RSD %	加标量	加标测定值	回收率 %
菜子油	Pb	0.0785	1.8	1.0	1.0528	97.6
	As	0.0432	2.4	1.0	1.0098	96.8
	Cu	0.1058	0.6	1.0	1.1120	100.6
	Fe	0.6581	1.1	1.0	1.6421	99.0
	Ni	0.0105	4.2	1.0	0.9218	91.2
食用调和油	Pb	0.0432	2.1	1.0	1.0101	96.8
	As	0.0158	3.2	1.0	0.9261	91.2
	Cu	0.0502	2.2	1.0	1.0404	99.1
	Fe	0.2185	1.2	1.0	1.2215	100.2
	Ni	0.0064	8.8	1.0	0.0091	90.0
小磨香油	Pb	0.0587	2.4	1.0	1.0318	97.5
	As	0.0321	3.2	1.0	1.0115	98.0
	Cu	0.0758	1.8	1.0	1.0828	100.6
	Fe	0.0445	2.2	1.0	1.0325	98.8
	Ni	0.0105	6.2	1.0	0.9482	93.8
人造奶油	Pb	0.1025	1.1	1.0	1.0652	96.6
	As	0.0672	2.1	1.0	1.0058	94.2
	Cu	0.2541	1.8	1.0	1.2504	99.7
	Fe	0.0116	3.4	1.0	0.9218	91.1
	Ni	0.0214	4.8	1.0	0.9124	89.3
花生油	Pb	0.0213	1.2	1.0	0.9697	94.9
	As	0.0185	2.4	1.0	0.9328	91.6
	Cu	0.1025	1.0	1.0	1.1140	101.0
	Fe	0.0456	1.1	1.0	1.0404	99.5
	Ni	0.0064	10.2	1.0	0.9085	90.2

参考文献:

[1] 杨惠芬主编. 食品卫生理化检验标准手册[M]. 北京: 中国标准出版社, 1997.

[2] 王丽珍. ICP-AES 法测定动物脏器中的多种元素[J]. 光谱实验室, 1997, 14(1): 61—64.

[3] 莫定琪, 等. 微波消解—ICP-AES 法测定固体类化妆品中无机元素[J]. 预防医学情报杂志, 1999, 15(3-A): 24—25.

自吸收石墨炉原子吸收法测定食盐中铅

黄 灵 韩东海 孙宏宾
(泰兴市卫生防疫站, 江苏 泰兴 225400)

GB 5009—96^[1] 中规定测定食品中铅的第一法是石墨炉原子吸收光谱法,背景校正为氘灯或塞曼效应,其中对食盐中铅的测定方法没有作详细的叙述。笔者在实验室中发现由于食盐中无机盐成分含量大,共存元素多,背景干扰较严重,用氘灯扣背景校正能力比较差,而用塞曼效应扣背景又必须具有

特有的原子化器或光源,一般基层实验室难以得到,而文献^[2]报道的络合萃取-盐酸反萃取火焰原子吸收法测定食盐中铅的方法试剂难寻,步骤繁多。本文提出了用自吸收谱线校正背景石墨炉原子吸收测定食盐中的铅的方法,实验结果令人满意,现介绍如下。