

实验技术与方法

电感耦合等离子体质谱测定油条中的铝

侯建荣 贺小平 彭荣飞 钟远波

(广州市疾病预防控制中心,广东 广州 510080)

摘要:目的 建立电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)简便、快速、准确的测定油条中铝含量的分析方法。方法 样品消化后直接用 ICP-MS 进行分析,用混合内标校正基体干扰和漂移。结果 检出限为 11.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$,相对标准偏差均小于 4.9%,加标回收率 93.0%~98.0%。对标准参考物质的分析结果令人满意。结论 该方法简单、快速和准确,能用于油条中铝含量的测定。

关键词:食品;白矾;铝;分光光度法,原子

Determination of Aluminum in Fried Bread Stick by
Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

HOU Jian-rong, HE Xiao-ping, PENG Rong-fei, ZHONG Yuan-bo

(Guangzhou Municipal Center for Disease Control and Prevention, Guangdong Guangzhou 510080, China)

Abstract: **Objective** To develop a simple, rapid and accurate method for determination of aluminum in fried bread stick by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). **Method** The samples were directly determined by ICP-MS after digestion with nitric acid, and the mixed internal standard was used to correct matrix interference and signal drifting. **Results** The detection limit was 11.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$. The RSD was less than 4.9%. Recoveries for samples were in the range of 93.0%~98.0%. The results of detection of standard reference material were satisfactory. **Conclusion** This method was simple, rapid and accurate, and could be used to determine the concentration of aluminum in fried bread stick.

Key word: Food; ALUMEN; Aluminum; Spectrophotometry, Atomic

油条是中国传统食品,在油条中添加明矾(硫酸铝钾)可以起到膨松作用。经常食用添加明矾的油条,往往会使人体摄入过量的铝,可能引起神经系统病变,表现为记忆力减退、痴呆等,也会影响到儿童的智力。过量的铝蓄积在人体脏器还会引起相应的病理损害^[1]。世界卫生组织(WHO)早在 1989 年就正式将铝确定为食品污染物加以控制。根据近几年我们进行的污染物的调查结果显示,馒头、油条等面食食品铝含量经常超标。

目前对于油条中铝的测定仍是沿用国标推荐的铬天青 S 比色法^[2],该方法操作繁琐,影响因素较多,灵敏度、准确性和重现性都不好。电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)是近十几年发展最快的无机痕量元素分析技术之一,在生物样品、水质、食品分析等方面应用十分广泛^[3,4]。该方法测定食品中铝具有灵敏度高、准确度高、精密度好、操作简单等特点^[5,6]。本文建立了用 ICP-MS 测定油条中铝的方

法,并对广州市市售的油条进行了检测。

1 材料与方法

1.1 仪器和工作条件 Thermo X7 四极杆电感耦合等离子体质谱,带自动进样器、半导体制冷雾化器、耐高盐接口和六极杆碰撞/反应池(美国热电公司)。仪器工作条件如下:RF 功率 1 400 W,萃取电压 - 161 V,离子透镜 1、2、3 分别为 2.0、- 29.0、- 198.4 V,采样深度 82 mm,冷却气、辅助气流速分别为 13.0、0.80 L/min,聚焦电压 20.5 V,六极杆偏 - 4.5 V。Milli-Q 纯水机(美国密理博公司)。

1.2 主要试剂 硝酸(BV III级) 北京化学试剂研究所。水(18.3M Ω 去离子水),铝标准溶液(1 000 mg/L) 国家标准物质研究中心购置。内标元素(1 000 mg/L):In 和 Re,国际标准物质研究中心购置,测试用内标元素浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。牡蛎标准物质 GSBZ 19002—1995,购自国家标准物质研究中心。

1.3 试样制备 将样品粉碎均匀,称取 0.5 g 置于烧杯中,加入 3 ml 硝酸置于电热板上缓缓加热至消化液无色透明,转入比色管,用纯水定容至 50 ml,稀释后上机测定,同时做试样空白。

基金项目:广州市医学科研课题(2007-YB-122)

作者简介:侯建荣 男 硕士 技师

通讯作者:贺小平 女 主管技师

1.4 测定方法 试样按上面的仪器工作条件进行测定,用混合内标校正基体干扰和漂移,采用校正曲线法定量。

1.5 评价标准 评价标准依据 GB 2762 —2005《食品中污染物限量》,面制食品铝限量指标(MLS) ≤ 100 mg/kg。

2 结果与讨论

2.1 仪器工作条件的优化 使用内含 10.0 $\mu\text{g/L}$ 的 Be、Co、In、U、Ba 和 Ce 的混合调谐液调试仪器,使仪器的灵敏度达到最高,信号稳定,同时氧化物和双电荷产率最低。

2.2 待测元素同位素选择及内标元素的选择 铝只有一种同位素²⁷Al 作为分析对象。由于食品中含有少量的 Li、Sc 和 Ce,而 In 和 Re 几乎没有,因此用 In 和 Re 作为内标元素来校正分析过程中的基体干扰和质量数漂移。

2.3 干扰及消除 由于²⁷Al 干扰比较小,且比较恒定,本法通过扣除试样空白来进行消除。

2.4 方法检出限和线性范围 按照国际理论和化学联合会(IUPAC)的规定,用公式 $C_L = 3\sigma$ 计算检出限。试样空白运行 11 次,经计算铝的检出限为 11.2 $\mu\text{g/kg}$ 。Al 校正曲线范围为 0~500 $\mu\text{g/L}$,相关系数 0.999 987。

2.5 加标回收率及精密度实验 按上面的前处理方法,对油条中铝进行加标回收实验,测定结果见表 1。结果显示,3 个实际试样的加标回收率在 93.0 %~98.0 %之间,RSD 均小于 4.9 %。

表 1 方法精密度及加标回收实验 ($n = 7$)

试样编号	原含量 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	测定值 (mg/kg)	RSD (%)	回收率 (%)
1	376	100	470	3.5	94.0
		200	568	3.8	96.0
2	248	100	346	2.7	98.0
		200	439	3.4	95.5
3	523	100	618	4.2	95.0
		200	709	4.9	93.0

2.6 标准物质的分析 为了验证本方法的准确性,对牡蛎标准物质 GSBZ 19002 —1995 进行了测定。

证书值($\mu\text{g/g}$) :347.2 $\pm$ 47.0,测定值($\mu\text{g/g}$) :363.5。
2.7 试样的测定 对广州市市售的一些油条进行了测定,测定结果见表 2。结果显示,18 份样品中铝含量全部超标,平均含量为 598 mg/kg,几乎是国家食品卫生标准规定限量的 6 倍。表明广州市油条铝超标现象比较严重,对消费群体的健康存在潜在危害,应引起重视,卫生监督部门也应该加大监督力度。

表 2 试样分析结果 mg/kg

试样序号	铝含量	试样序号	铝含量
1	233	10	462
2	107	11	760
3	633	12	502
4	842	13	392
5	367	14	544
6	756	15	831
7	1126	16	628
8	636	17	442
9	740	18	763

3 小结

本实验建立了油条中铝的 ICP - MS 分析方法。该方法简单、快速,而且具有灵敏度高、准确度好的特点,应用于实际样品的加标回收试验以及对标准物质的测定,均取得了令人满意的效果。

参考文献

[1] 郑新. 铝对人体健康的影响及食品中铝含量的测定[J]. 重庆科技学院学报(自然科学版),2007,9(1) :36 - 37.
[2] 王伟,周昌,黄培林,等. 贵阳市售油条中铝含量检测[J]. 微量元素与健康研究,2005,22(2) :41 - 42.
[3] 陈杭亭,曹淑琴,曾宪津. 电感耦合等离子体质谱方法在生物样品分析中的应用[J]. 分析化学评述与进展,2001,59(5) :592 - 600.
[4] 徐先顺,张新荣,彭玉秀. 电感耦合等离子体质谱在水质分析中的应用[J]. 中国卫生检验杂志,2006,16(6) :763 - 733.
[5] 林松,陈湘君. 微波消解 - 电感耦合等离子体质谱法测定面制食品中铝的含量[J]. 福建分析测试,2007,16(1) :50 - 51.
[6] 杨振宇,唐建民. 开放式微波消化 - ICP - MS 法快速测定食品中多种微量元素[J]. 光谱实验室,2005,22(2) :322 - 328.

[收稿日期 :2007 - 12 - 09]