

比较微波消解和湿法消解测定粉条粉丝中铝含量的优缺点

徐 慧¹, 朱禹澎¹, 高 鹏¹, 孙晓阳¹, 宋奇繁^{2*}

(1. 辽阳市食品检验检测所, 辽阳 111000; 2. 重庆医药高等专科学校, 重庆 401331)

摘 要: **目的** 比较微波消解法和湿法消解法 2 种前处理方法测定粉条粉丝中铝含量的优缺点。**方法** 以粉条粉丝中铝成分分析标准物质为样品, 通过微波消解和湿法消解分别处理样品, 后用电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)测定标准样品中铝的含量, 对精密度和回收率, 以及 2 种前处理消耗时间和试剂消耗量等方面进行对比。**结果** 用微波消解法处理的 2 种标准物质回收率的相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)分别为 3.1%、2.7%, 回收率分别为 97.8%、97.3%, 消耗试剂为 5 mL, 消解完全用时 4~5 h; 湿法消解法处理 2 种标准物质的 RSD 为 4.7%、3.7%, 回收率分别为 92.6%、92.9%; 消耗试剂为 15 mL, 消解完全用时 5~7 h(不包括浸泡过夜时间)。**结论** 2 种消解方法都适合日常检验要求, 并有很好的效果, 但微波消解更准更快。

关键词: 微波消解; 湿法消解; 电感耦合等离子体质谱法; 铝; 粉丝

Comparison of the advantages and disadvantages of microwave digestion and wet digestion for determination of aluminum content in vermicelli

XU Hui¹, ZHU Yu-Peng¹, GAO Peng¹, SUN Xiao-Yang¹, SONG Qi-Fan^{2*}

(1. Liaoyang Food Inspection and Testing Institute, Liaoyang 111000, China; Chongqing Medical and Pharmaceutical College, Chongqing 401331, China)

ABSTRACT: Objective To compare the advantages and disadvantages of microwave digestion and wet digestion in the determination of aluminum content in vermicelli fans. **Methods** Standard aluminum sample was processed with microwave digestion and wet digestion, and the content of aluminum in standard samples was determined with inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). Comparison was performed on precision, accuracy, recovery rate and the consumption amount of reagent and time between the 2 pretreatment methods. **Results** The RSDs of 2 standard substances treated by microwave digestion method were 3.1% and 2.7%, the recovery rates were 97.8% and 97.3 %, reagent consumption was 5 mL, and dissolve completely took 4~5 h. The RSDs of 2 standard substances treated by wet digestion method were 4.7% and 3.7%, the recovery rates were 92.6% and 92.9%. Reagent consumption was 15 mL, and dissolve completely took 5~7 h (not including overnight soaking time). **Conclusion** This 2 digestion methods are able to meet the require of daily sample detection and analysis, but microwave digestion method is more accurate and reliable.

KEY WORDS: microwave digestion; wet digestion; inductively coupled plasma mass spectrometry; aluminum; vermicelli

基金项目: 重庆医药高等专科学校校级课题(ygz2018202)

Fund: Supported by the project of Chongqing Medical College (yg2018202)

通讯作者: 宋奇繁, 主要研究方向为食品卫生检测与安全。E-mail: songqifan_cmu@163.com

*Corresponding author: SONG Qi-Fan, Chongqing Medical and Pharmaceutical College, Chongqing 401331, China. E-mail: songqifan_cmu@163.com

1 引 言

铝是人体所需的微量元素,但过度摄入会对身体产生危害,仅 10%~15%的铝能排出体外,大部分富集在体内,从而导致神经系统出现混乱引起痴呆^[1-5]。日常食品中,粉丝、面粉油炸食品中铝含量较高。但 GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》中规定面制品含量不得超过 100 mg/kg^[6]。目前铝的检测方法有很多种,分光光度法^[7]、石墨炉法^[8]、电感耦合等离子体发射光谱法(inductively coupled plasma emission spectra, ICP-ES)、电感耦合等离子质谱法(inductively coupled plasma-mass spectrometry, ICP-MS)等。分光光度法灵敏度低,铝属于高温元素,使用石墨炉法时受到的干扰多,不稳定。电感耦合等离子体发射光谱法、电感耦合等离子体质谱法灵敏度、准确度高,检测快速,使用方便。相比 ICP-ES 法,ICP-MS 可通过内标物有效规避其他干扰,是目前金属元素检测效果最好的方法。此外,样品前处理是样品检测的关键^[11],本研究采用微波消解和湿法消解 2 种前处理方法提取标准样品中的铝,选择 ICP-MS 作为检测仪器,比较 2 种消解方法的优缺点^[12],以期在日常食品中铝的检测提供参考。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

PQ-MS 电感耦合等离子体质谱仪(德国耶拿分析仪器股份公司); Multiwave 微波消解仪(安东帕公司); PH64-360 电热板(北京华仪行科技有限公司); AW320 天平(日本岛津公司)。

2 种粉条粉丝中铝成分分析标准物质(GB W10119: 浓度为 27.1 mg/kg、GBW10122: 浓度为 70.1 mg/kg)(中国计量科学研究所); 铝标准溶液(浓度 1000 μg/mL, 国家有色金属及电子材料分析测试中心)、锆标准溶液(浓度 1000 μg/mL, 国家有色金属及电子材料分析测试中心); 硝酸(电子 UP 级,成都市科隆化学品有限公司); 高氯酸(优级纯,天津政成化学制品有限公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 溶液配制

用 2%硝酸将铝的标准溶液分别稀释成 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0 mg/L。将锆稀释成 50 μg/L 的溶液作为内标溶液。

2.2.2 样品前处理^[13,14]

(1) 微波消解

分别称取 GB W10120、GB W10122 标准物质 0.3 g 左右于消解罐中,每个样品称量 6 份。分别加入 5 mL 硝酸,按表 1 消解。冷却后取取消解罐,在赶酸器上以 150 °C 赶酸至 1 mL,消解罐放冷后,将消化液转移至 25 mL 容量瓶

中,用水少量多次洗涤消解罐,洗液合并于容量瓶中并定容至刻度,混匀备用;同时做试剂空白。

表 1 微波消解的升温程序

Table 1 The temperature programming of microwave digestion system

步骤	设定功率/w	升温时间/min	恒温时间/min
1	750	5	5
2	1100	5	30

(2) 湿法消解

分别称取 GB W10120、GB W10122 标准物质 1 g 左右于锥形瓶中,每个样品称量 6 份。分别加入 15 mL 混酸,在电热板上 100 °C 加热 1 h、150 °C 加热 1 h、180 °C 加热 2 h,然后升至 200 °C 加热,期间若变黑色补加硝酸直到白烟,消化液成无色透明加热至 1 mL 冷却,用水定容至 25 mL。同时作试剂空白。

2.2.3 电感耦合等离子体质谱仪条件

分析模式: 扫描模式: 跳峰; 每峰点数: 1; 样品读数: 3。

等离子体: 等离子气流量: 9 L/min; 辅助气流量: 1.65 L/min; 雾化气流量: 1 L/min。采样深度: 5 mm; 雾化器温度: 3 °C; 碰撞气体: He: 110 mL/min。

3 结果与分析

3.1 精密度及回收率实验

将粉条标准样品通过微波消解和湿法消解处理,12 个样品通过 ICP-MS 检测其结果并计算出样品中铝的含量值,求出其精密度和回收率。微波消解法处理的 GB W10120、GB W10122 回收率分别为 (97.8±3.1)% 和 (97.3±2.61)%, RSD 分别为 3.1%、2.7%。湿法消解法处理的 GBW10120、GBW10122 回收率分别为 (92.6±4.31)% 和 (92.9±3.45)%, RSD 分别为 4.7%、3.7%。2 种方法都符合正常检测要求,但微波消解结果更优于湿法消解,与真实值更为贴近。主要因为微波消解为密闭空间,避免了消解过程中元素的损失和污染。湿法消解为开放式消解,消解时间长,不可控制因素多,较易造成元素的损失和污染。

3.2 试剂消耗量和时间的比较

微波消解试剂用量为 5 mL,消解完全用时 4~5 h,空白值低,操作方便简单。但使用微波消解仪处理消解样品数目特定: 8、16、24、32、48。湿法消解,试剂用量 15~20 mL,消解完全用时 6 h 左右,样品数量不定,空白值相对微波偏高,试剂具有腐蚀性相对危险,消解后期需要人员长时间操作,不利于大批量检测。此外本次实验以粉条粉丝的铝成分的标准物质为样品,样品易于消化,实际复杂食品消解时,微波消解处理试剂消耗量和时间没有太大变动,但湿法消解,酸的加入量和消解时间会增大。

4 结 论

通过上述研究比较,微波消解和湿法消解前处理的精密度和回收率均符合实验室质量检测要求,但微波消解更为精准,损失较小,回收率相对更高、精密度更小,与真实值更为贴近,尤其对于盲样考核,未知样品测试,微波消解都是最优的选择^[15-17]。且实验中微波消解试剂消耗量和时间均远少于湿法消解,操作安全简单,复杂样品和简单样品处理相差不大,无需检验员长时间处理,适用大批量食品检测。综上,在日常食品检测中,微波消解是前处理方法优于湿法消解。

参考文献

- [1] 盛明纯. 铝对人体健康影响的研究进展综述[J]. 安徽预防医学杂志, 2006, 12(1): 46-48.
Sheng MC. A review on the effects of aluminum on human health [J]. Anhui J Prev Med, 2006, 12(1): 46-48.
- [2] 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.
Zheng X. Effects of aluminium on human health and determination of aluminium content in food [J]. J Chongqing Univ Sci Technol (Nat Sci Ed), 2007, 9(1): 36-37.
- [3] 甘莲莲, 赵康, 马林云. 食品中的铝与人体健康的分析[J]. 中国食品添加剂, 2010, (6): 183-186.
Gan LL, Zhao K, Ma LY. Analysis of aluminium in food and human health [J]. China Food Add, 2010, (6): 183-186.
- [4] 王林, 苏德昭, 王永芳, 等. 中国居民每日摄铝量及面制食品中铝限量卫生标准研究[J]. 中国食品卫生杂志, 1996, 8(2): 1-5, 12.
Wang L, Su DZ, Wang SF, *et al.* Study on hygienic standard of aluminium limit for daily consumption of Chinese residents and noodles [J]. Chin J Food Hyg, 1996, 8(2): 1-5, 12.
- [5] 孙亚真, 尤芳芳. 面制食品中铝含量两种方法测定结果的比较[J]. 食品工业, 2016, 37(2): 174-176.
Sun YZ, You FF. Comparison of the results of two methods for determination of aluminum content in flour food [J]. Food Ind, 2016, 37(2): 174-176.
- [6] GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
GB 2760-2014 National food safety standard-Standard for uses of food additives [S].
- [7] 李卫群, 朱慧, 池青, 等. 铝试剂分光光度法测定食品中铝的含量[J]. 中国食品添加剂分析测试, 2007, (5): 161-163.
Li WQ, Zhu H, Chi Q, *et al.* Aluminum reagent spectrophotometry determination of aluminum content in food [J]. Anal Test Food Add China, 2007, (5): 161-163.
- [8] 陈素军, 朱力. 微波消解-石墨炉原子吸收光谱法对食品中的铝的测定[J]. 环境与职业医学, 2008, 25(2): 25-26.
Chen SJ, Zhu L. Microwave digestion-determination of aluminium in food by graphite furnace atomic absorption spectrometry [J]. J Environ Occup Med, 2008, 25(2): 25-26.
- [9] 钟跃汉, 王利华. ICP-MS 微量进样法直接测定海水中微量元素的含量[J]. 环境化学, 2018, 37(10): 2329-2331.
Zhong YH, Wang LH. The content of trace elements in seawater was determined by microinjection method by ICP-MS [J]. Environ Chem, 2018, 37(10): 2329-2331.
- [10] 王欣美, 吴思霖. 快速湿法消解-电感耦合等离子质谱法同时测定紫菜中铅、砷、汞、镉含量[J]. 中国卫生检验杂志, 2018, 28(23): 2835-2837.
Wang XM, Wu SL. Simultaneous determination of lead, arsenic, mercury and cadmium in laver by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Chin J Health Lab Technol, 2018, 28(23): 2835-2837.
- [11] 蒋丽, 姚得平, 孔令威. 石墨炉原子吸收法测定食用油中铅含量 前处理方法比较[J]. 中国卫生检验杂志, 2011, (5): 1127-1128.
Jiang L, Yao XP, Kong LW. Comparison of pretreatment methods for determination of lead in edible oil by graphite furnace atomic absorption spectrometry [J]. Chin J Health Lab Technol, 2011, (5): 1127-1128.
- [12] 张瑞仙, 崔智勇. 高压罐消解和湿法消解测定食品中铅的比较[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 26(17): 2468-2470.
Zhang RX, Cui ZY. Comparison of determination of lead in food by high pressure digestion and wet digestion [J]. Chin J Health Lab Technol, 2016, 26(17): 2468-2470.
- [13] GB 5009.182-2017 食品安全国家标准 食品中铝的测定[S].
GB 5009.182-2017 National food safety standard-Determination of aluminium in food [S].
- [14] GB 5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定[S].
GB 5009.268-2016 National food safety standard-Determination of multiple elements in foods [S].
- [15] 刘琨, 周晓雪. 土壤不同酸性体系微波消解与电热板消解测试结果对比[J]. 化学工程师, 2015, (8): 28-29.
Liu K, Zhou XX. The results of microwave digestion with different acid systems in soil were compared with those of plate digestion [J]. Chem Eng, 2015, (8): 28-29.
- [16] 聂荣春, 罗乐, 王允雨, 等. 样品的消解方法对定量分析重金属元素的影响[J]. 河南农业科学, 2012, 41(11): 76-77.
Nie RC, Luo L, Wang YY, *et al.* Influence of sample digestion method on quantitative analysis of heavy metal elements [J]. Henan Agric Sci, 2012, 41(11): 76-77.
- [17] 王晓雯. 不同酸消解方法在土壤重金属测定中的比较研究[J]. 中国环境管理干部学报, 2014, (6): 67-68.
Wang XW. Comparative study on determination of heavy metals in soil by different acid digestion methods [J]. Chin J Environ Manag Cadres, 2014, (6): 67-68.

(责任编辑: 王 欣)

作者简介

徐 慧, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。
E-mail: 592933586@qq.com

宋奇繁, 主要研究方向食品卫生监测与安全
E-mail: songqifan_cmu@163.com