

ICP-OES 测定奶粉中的微量元素

夏峰¹, 程昊阳², 赵兰芳³ (1. 安徽省地质实验研究所, 安徽合肥 230001; 2. 北京理工大学生命学院生物工程专业, 北京 102400; 3. 内蒙古乾坤金银精炼股份有限公司, 内蒙古呼和浩特 010011)

摘要 采用 Prodigy XP ICP 光谱仪对牛奶中 Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Mn、Ni、Pb、Zn 等元素的测量条件进行了探讨试验, 并用所选条件进行了大批量实际样品的测定。结果表明, 采用 ICP-OES 法测定奶粉中的微量元素, 方法简便、快速, 结果准确, 检出限、精密度和准确度均符合质量管理要求。

关键词 ICP-OES; 奶粉; 微量元素

中图分类号 S879.1 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2013)34-13372-01

Determination of Microelements in the Milk Powder Sample by ICP-OES

XIA Feng et al (Anhui Institute of Geological Experiment, Hefei, Anhui 230001)

Abstract Prodigy XP ICP spectroscope was used to conduct discussion experiment on determination conditions of Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn. The selected conditions were adopted for determination of a large amount of samples. The results showed that the ICP-OES method is simple, fast and the result is accurate. The detection limit, precision and accuracy are in line with the requirements of quality management.

Key words ICP-OES; Milk powder; Microelements

随着人们生活水平的提高, 对日常饮食要求越来越高, 不仅关注其营养成分和有益元素, 同时也开始注意其微量元素对人体的影响。奶粉是人们日常生活中每天都离不开的食品, 其中含有的微量元素很多, 其含量往往都极微。食品中测定上述元素多采用分光光度法^[1]、阳极溶出伏安法^[1]、示波极谱法^[2]等, 这些方法大都操作复杂, 灵敏度较低, 且测定速度慢。电感耦合等离子体发射光谱法^[3] (ICP-OES 法) 具有多元素同时测定、分析速度快、线性范围宽等优点。笔者针对奶粉的特点和要求, 结合前人经验^[1-3], 拟定了一套测定奶粉中 Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Mn、Ni、Pb、Zn 等元素的方法。不仅解决了准确测定的问题, 而且由于预处理方法简便, 使得工作效率明显提高。精密密度均在 5% 以内, 加标回收率在 90% ~ 115% 之间。并将该方法用于批量奶粉中上述元素的测定, 结果令人满意。

1 材料与方 法

1.1 仪器和工作条件 美国 Leeman Labs 公司 Prodigy XP ICP 型全谱直读等离子体发射光谱仪, Salsa 操作软件; 等离子体高频发射功率: 1 100 W; 雾化器: 普通玻璃同心雾化器; 雾化压力: 234.4 kPa; 样品提升量: 1.40 ml/min; 辅助气体流量: 1.0 L/min; 积分时间: 10 s。

1.2 试剂和标准溶液 硝酸(优级纯); 标准溶液: 单个元素的标准储备溶液用光谱纯金属或化合物配制标准溶液分 3 组, 酸度均控制为 4% 硝酸。Hb-1: Fe、Zn 各为 5 μg/ml; Hb-2: Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Mn、Ni、Pb、Zn 各为 1 μg/ml; Hb-3: Cd、Co、Cr、Cu、Ni、Pb、Mn 各为 0.1 μg/ml。

1.3 条件试验

1.3.1 高频发生器功率的选择。 固定所有仪器的工作条件, 改变 ICP 射频功率。发射功率由 750 ~ 1 500 W 变化, 考

察各元素的谱线强度选择适宜的发射功率。

1.3.2 雾化器压力的选择。 在选定的高频功率 1 100 W 条件下, 固定仪器其他工作条件, 雾化器压力由 151.7 ~ 413.7 kPa 变化, 选择适宜的雾化压力。

1.3.3 样品提升量的选择。 采用同心雾化器、旋流雾室在高频功率 1 150 W, 雾化器压力为 241.3 kPa 的条件下, 提升量由 1.0 ~ 3.0 ml/min 变化, 观察信号的 RSD, 确定合适的样品提升量。

1.3.4 酸度的选择。 为了解酸度及介质对待测元素的影响, 做了在 5%、10%、20% 下硝酸和王水介质的试验。

1.3.5 分析线的选择。 各元素分析线的选择是分析过程中的重要一步, 该试验根据仪器提供的波长谱线资料及 Salsa 软件上附的各元素灵敏线库, 优选了各元素的最佳分析线。

1.3.6 方法检出限。 取 10 次平行测定空白溶液的结果, 按 IUPAC 规定计算, 计算各元素的检出限。

1.3.7 方法精密密度、回收率试验。

(1) 样品分析步骤。称取 10 g 奶粉于 200 ml 高型烧杯中, 加入 20 ml 硝酸, 5 ml 高氯酸, 盖上表皿, 于电热板上中温加热硝化。随时观察, 若未硝化好, 可再加 4 ml 硝酸、1 ml 高氯酸, 直至样品为无色透明无油状物。再加水稍许, 加热使烧杯中液体体积为 2 ~ 3 ml 时, 取下冷却, 移入 25 ml 聚乙烯塑料比色管中, 用超纯水冲至刻度, 摇匀, 待仪器预热稳定后, 上机进行测定。

(2) 标准样品分析。取同一样品平行测定 4 次, 计算出相对标准偏差, 在样品中加入适量标准溶液测定并计算出各元素的 4 次加标测定的平均回收率。

2 结果与分析

2.1 发射功率 结果表明, 对于大多数元素而言, 当射频功率较大时(大于 1 100 W) 有较高的灵敏度, 而部分元素(如 Fe 等) 受射频功率的影响不大, 可采用较低的射频功率, 为

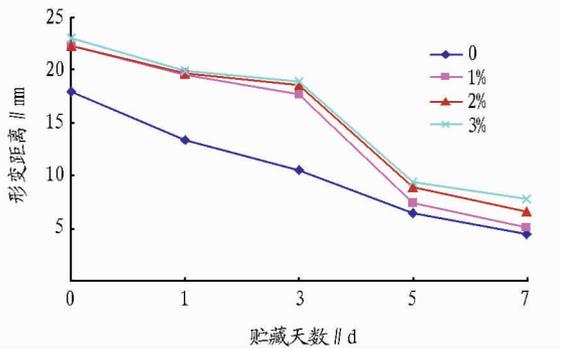


图4 不同添加量黄原胶对贮存期间莜麦面包硬度的影响

表5 不同添加量黄原胶对莜麦面包品质的影响

黄原胶添加量	体积//ml	质量//g	比容//ml/g	感官评分
0	131.67	33.33	3.93	55.0
1.0%	133.33	31.67	4.21	63.0
2.0%	145.00	35.00	4.14	71.5
3.0%	143.33	35.33	4.05	64.5

3 结论

试验表明,添加 α -淀粉酶、蔗糖酯、花生蛋白或黄原胶均可以有效抑制面包老化速度,提高面包品质,保持面包新鲜度。当添加0.06%的 α -淀粉酶、0.8%的蔗糖酯、6.0%的花生蛋白或2.0%的黄原胶在莜麦面包中,都可有效延缓面包硬化速度,抑制面包老化并改善面包品质。

参考文献

- [1] 张建平. 莜麦的营养成分和保健功能[J]. 食品与发酵工业, 2006(11): 128-129.
- [2] 顾尧臣. 小宗粮食加工(一)[J]. 粮食与饲料工业, 1999(4): 76-77.
- [3] 张丽萍, 翟爱华. 燕麦的营养功能特性及综合加工利用[J]. 食品与机械, 2004(2): 56-57.
- [4] 马得泉, 田长叶. 裸燕麦营养与人类保健[J]. 青海农林科技, 1998(1): 33-34.
- [5] 中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所. 食物成分表[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1991.
- [6] 宋桥, 韩伟. 延缓面包老化问题的探讨[J]. 江苏食品与发酵, 2000(4): 18-19.
- [7] 张超, 卢艳, 黄卫宁, 等. 面包老化抑制因素研究[J]. 粮食与油脂, 2005(5): 18-20.
- [8] 周翠英, 陆梅. 低聚木糖在面包中的应用[J]. 粮食加工, 2006(4): 61-65.

(上接第 13372 页)

了维持等离子体的稳定性,得到最好的信/背比和检出限,综合考虑同时测定9种元素时,选择1 100 W的射频功率。

2.2 雾化压力 雾化器压力的选择,取决于雾化器的类型和炬管的中心管孔径。试验表明,当雾化器压力为234.4 kPa时,多数元素工作曲线斜率大且光强恒定,所以该试验采用的雾化器压力为234.4 kPa。

2.3 样品提升量 样品提升速率取决于雾化器的种类。提升量为1.40 ml/min为最佳。

2.4 酸度的选择 试验结果表明,酸度对试验结果影响不大,硝酸较王水介质稍好。故采用硝酸酸化为10%左右后进行分析。

2.5 分析线的选择 分析线选择是否恰当,直接影响到测定结果的准确性以及测定方法的可信度。分析线选择的原则是所选的线检出限低,灵敏度高,干扰元素少,干扰程度低,线性范围宽,实际应用好等。该试验优选出的各元素最佳分析线如下: Cd 226.502(148)、Co 228.616(147)、Cr 267.716(125)、Cu 324.754(103)、Fe 239.562(140)、Mn 257.610(130)、Ni 231.604(145)、Pb 220.353(152)、Zn 213.856(157)。

2.6 方法的检出限 由表1可知,在试验条件下,该方法9种微量元素的检出限均在0.05 $\mu\text{g/ml}$ 以下,检出限较低。

2.7 方法的精密度、回收率 精密度试验结果表明,供试奶粉样品中9种微量元素的精密度均在5%以内。由表2可知,供试奶粉样品中9种微量元素的回收率均在90%~110%之间,说明用ICP-OES法在设定的试验条件下测得的结果是可靠的。

3 小结

利用ICP-OES法测定奶粉样品中的9种微量元素,在发

表1 各元素检出限

元素	谱线//nm	检出限// $\mu\text{g/ml}$
Cd	226.5	0.0005
Co	228.6	0.0004
Cr	267.7	0.01
Cu	324.7	0.005
Fe	239.5	0.03
Mn	257.6	0.005
Ni	231.6	0.003
Pb	220.3	0.005
Zn	213.8	0.01

表2 测定结果

元素	测定均值	10次RSD	加标量	加标测得值	回收率
	$\mu\text{g/ml}$	%	$\mu\text{g/ml}$	$\mu\text{g/ml}$	%
Cd	0.0125	10.2	0.02	0.0308	91.5
Co	0.0212	4.5	0.02	0.0397	92.5
Cr	0.7508	2.6	0.02	0.7719	105.5
Cu	0.1258	3.8	0.02	0.1466	104.0
Fe	5.8475	1.7	1.00	6.8332	98.6
Mn	0.1159	3.9	0.02	0.1353	97.0
Ni	0.0321	6.3	0.02	0.0505	92.0
Pb	0.0653	5.8	0.02	0.0867	107.0
Zn	3.5669	2.2	0.05	4.0582	98.3

射功率1 100 W、雾化压力234.4 kPa、提升量1.40 ml/min、硝酸酸度10%条件下,方法的检出限均在0.05 $\mu\text{g/ml}$ 以下。将该方法用于市场上主要奶粉的批量检测,精密度的均在5%以内,加标回收率在90%~110%之间。说明该方法简便、快速,结果准确,检出限、精密度和准确度均符合质量管理要求,可用于批量奶粉的检测。

参考文献

- [1] 杨惠芬. 食品卫生理化检验标准手册[K]. 北京: 中国标准出版社, 1997.
- [2] 王河川. 示波极谱在卫生检验中的应用[M]. 成都: 成都电子科技大学出版社, 1993.
- [3] 陈新坤. 电感耦合等离子体光谱法原理和应用[M]. 天津: 南开大学出版社, 1987.