

微波消解原子荧光法测定食品中的砷

彭新然

漯河出入境检验检疫局, 漯河 462000

[摘要] 目的: 建立测定食品中砷的微波消解原子荧光法。方法: 采用微波消解处理样品, 原子荧光法分析测定。结果: 砷标准系列浓度在 0.0—8.0ng/ml 范围内线性关系良好。本方法检出限为 0.11ng/ml, 样品中砷回收率 88.0—93.2%, 具有简便、快速、灵敏、准确的特点。结论: 本方法测定结果令人满意, 具有一定的实用价值。

[关键词] 微波消解; 原子荧光; 食品; 砷

砷是食品中的有害元素, 是重要的食品、卫生检测项目, 各个国家对食品中砷都有严格的限量要求。如何迅速准确测定食品中的砷是一个急待解决的问题。本文报告了应用氢化物原子荧光光度法测定食品中砷的实验研究。并测定了咸牛肉罐头、咸羊肉罐头中的砷, 测定结果较为理想, 本法具有简便、快速、灵敏、准确的特点。

1 材料与方 法

1.1 仪器

XGY1012 原子荧光光度计 (国土资源部物化探研究所)

MDS-2002A 压力自控密闭微波消解系统(新仪微波化学科技有限公司)。

1.2 试剂

砷标准储备液 (1000 μ g/ml): 由国家标准物质中心提供; 砷标准应用液 0.1 μ g/ml; 浓硝酸、浓盐酸、30%过氧化氢、氢氧化钠均为优级纯; 预还原剂:50g/L 硫脲, 临用时配制; 30g/L 硼氢化钾溶液: 称取 3.000g 硼氢化钾, 0.5 克氢氧化钠, 于 250ml 烧杯中, 加 100ml 蒸馏水溶解, 转移至塑料瓶中, 临用前配制; 标准物质: 小麦粉 (国家标准物质中心提供), 编号: GBW08503; 试验用水均为超纯水。

1.3 仪器工作条件

1.3.1 原子荧光光度计工作条件: 光电倍增管负高压 250v; 砷空心阴极灯主电流 50mA, 辅助电流 50 mA, 氩气流速: 载气 600ml/min, 干燥气 500 ml/min, 炉温 200℃。

1.3.2 微波消解系统工作条件: 设定 4 个工步: 1 工步, 压力 0.5Mpa, 时间 2 分钟; 2 工步, 压力 1.0Mpa, 时间 2 分钟; 3 工步, 压力 1.5Mpa, 时间 2 分钟; 4 工步, 压力 2.0Mpa, 时间 2 分钟。

1.4 实验方法

1.4.1 标准系列的配制与测定

分别吸取砷标准应用液 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00ml 于 50ml 容量瓶中，加入 5ml 预还原剂，浓盐酸 5ml 混匀。最后用蒸馏水稀释至刻度摇匀。砷标准系列浓度分别为：0.0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0ng/ml，放置 1 小时后测定。

1.4.2 试样的制备与测定

样品处理：准确称取样品 1.000g，于微波消解专用内杯中，加入浓硝酸 10ml、30%过氧化氢 2 ml，在电子控温加热板上（150℃）预处理 30 分钟，冷却后放入微波专用外杯中，旋紧盖子，放入微波消解仪中消解 8 分钟，取出冷却至室温，将内杯置电热板上加热赶酸至 1-2 ml，将赶酸后的溶液全部移入 25ml 容量瓶中，用蒸馏水冲洗内杯两次，将冲洗液一并转入 25ml 容量瓶中，往容量瓶中加入 2.5ml 预还原剂，再加入 2.5ml 浓盐酸，用蒸馏水定容至刻度摇匀，放置 1 小时后测定，同时做空白试验。

计算：

$$X = (C_2 - C_1) \times V \times 1000 / W \times 1000$$

X: 样品中砷含量 $\mu\text{g}/\text{kg}$

C_1 : 试剂空白中砷含量 ng/ml

C_2 : 样液中砷含量 ng/ml

V: 样品定容的体积 ml

2 结果与讨论

2.1 方法线性与检出限

砷标准系列测试结果(见表 1)

表 1 砷标准系列测试结果

元素	标准溶液浓度 (ng/ml)					
	0.0	1.0	2.0	4.0	6.0	8.0
As						
荧光值	41.26	81.53	122.19	204.52	280.83	361.63

线性回归方程 $Y = 41.982 + 40.003X$ ，相关系数 $r = 0.99994$ 。

可见浓度在 0.0--8.0ng/ml 范围内线性关系良好。

本方法测定的检出限为 0.11ng/ml (按空白 3 倍标准偏差计算)。

2.2 样品中砷的测定结果(见表 2)

表 2 样品中砷的测定结果 (n=3)

样品名称	砷含量 $\mu\text{g}/\text{kg}$
咸牛肉罐头	15.7
咸羊肉罐头	13.5

2.3 标准物质的测定

测定小麦粉标准物质中砷的测试结果(见表 3)

表 3 标准物质中砷的测试结果(n=7)

标准物质名称	元素	标准物质含量 μ g/g	测定结果 μ g/g	标准偏差 s	变异系数 %
小麦粉	As	0.22±0.02	0.21	0.0068	3.24

2.4 回收率试验

在样品中加入不同浓度的标准溶液作回收试验, 测砷回收率 88.0-93.2%(平均回收率 90.6%), 结果(见表 4)

表 4 回收率试验结果(n=6)

测定元素	本底值 ng/ml	加入值 ng/ml	测定次数 (n)	测得值 ng/ml	回收率 %	平均回收率 %
As	0.63	2.0	6	2.42	89.51	90.6
		4.0	6	4.36	93.2	
	0.54	2.0	6	2.30	88.0	
		4.0	6	4.21	91.8	

2.5 方法精密度的测定

测定方法精密度结果(见表 5), 变异系数 2.75-3.53%。

表 5 精密度试验结果(n=7)

测定元素	浓度 ng/ml	测定值 ng/ml							平均值 ng/ml	标准偏差 s	变异系数 %
		1	2	3	4	5	6	7			
As	2.0	1.99	1.92	2.00	2.05	2.11	2.08	1.94	2.01	0.071	3.53
	4.0	3.80	3.95	3.87	4.12	3.94	4.02	4.05	3.96	0.109	2.75

3 结论

采用微波消解, 原子荧光法测定食品中的砷, 具有简便、快速、灵敏、准确的特点, 是一种具有实用价值的方法。

[参考文献]

- [1]GB/T5009.11-2003 食品中总砷及无机砷的测定[S].
- [2]国土资源部物化探研究所. 原子荧光分析方法手册
- [3]郭健, 范稚莉, 赵乃曼. 氢化物原子荧光光度法测定水产品中的总砷[J], 中国卫生检验杂志, 2005, 15(1) : 69.

[作者简介]

彭新然(1964-), 南, 工程师, 主要从事进出口食品的实验室检测工作。