

电感耦合等离子体发射光谱法检测蜂蜜中铝含量*

杨小珊, 赵 博[△]

(重庆市食品药品检验检测研究院, 重庆 401121)

摘要:目的 检测蜂蜜中铝含量,判断蜂蜜真伪。方法 以微波消解法处理样品,应用电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定样品。结果 测定的60批次蜂蜜中有6批次检出铝,含量分别为117,109,100,103,118,251 mg/kg。该方法的检出限为0.008 mg/L,定量限为0.024 mg/L,回收率为90.20%~105.50%,平均99.53%,RSD为3.21%(n=6)。结论 该方法准确,快速,检出限低,灵敏度高,可用于检测蜂蜜中铝含量。

关键词:电感耦合等离子体发射光谱法;蜂蜜;铝;含量测定;质量控制

中图分类号:R917;S896.1

文献标识码:A

文章编号:1006-4931(2019)08-0022-02

Content Determination of Aluminum in Honey by Inductively Coupled Plasma - Optical Emission Spectrometry

YANG Xiaoshan, ZHAO Bo

(Chongqing Institute for Food and Drug Control, Chongqing, China 401121)

Abstract: Objective To detect the content of aluminum in honey and judge the authenticity of honey. **Methods** The honey samples were treated by microwave digestion method and determined by inductively coupled plasma - optical emission spectrometry (ICP - OES). **Results** Aluminum was detected in 6 batches among 60 batches of honey samples, the contents of which were 117, 109, 100, 103, 118 and 251 mg/kg, respectively. The detection limit of this method was 0.008 mg/L, the quantitative limit was 0.024 mg/L, the recovery rates ranged from 90.20% to 105.50%, the average rate was 99.53%, and RSD was 3.21% (n=6). **Conclusion** The method is accurate, rapid with low detection limit and high sensitivity, which can be used for the content determination of aluminium in honey.

Key words: inductively coupled plasma - optical emission spectrometry; honey; aluminum; content determination; quality control

蜂蜜营养丰富,在医药及农牧领域中应用广泛,被誉为“大自然中最完美的营养品”^[1]。近年来,由于需求量迅速增加,天然蜂蜜供不应求,受利益驱动,蜂蜜中掺杂现象时有发生,甚至有不法商贩用明矾、白糖等勾兑假蜂蜜,不容忽视^[2-6]。天然蜂蜜中主要营养成分包括碳水化合物、蛋白质、矿物质、维生素和酚类物质等^[7-9],主要矿物质包括钾、钠、钙、镁等,而用明矾勾兑的假蜂蜜中铝含量很高^[1]。为鉴别蜂蜜真伪,本研究中采用微波消解法处理蜂蜜样品,以电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定蜂蜜中铝含量。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

Optima 7300V 型 ICP-OES 仪(美国 PerkinElmer 公司);MARS5 型微波消解仪(美国 CEM 公司)。

1.2 试剂

铝元素标准溶液[质量浓度为 100 μg/mL,规格为每瓶 100 mL,中国计量科学研究院,批号为 17106,证书号为 GBW(E)080219];硝酸(优级纯,规格为每瓶 500 mL,批号为 20180601),30% 过氧化氢(优级纯,规

格为每瓶 500 mL,批号 20180101),均购自重庆川东化工(集团)有限公司;标准溶液及样品制备用水均为符合“分析实验室用水国家标准”(GB/T 6682-2008)的实验室一级用水。

2 方法与结果

2.1 仪器工作参数

详见表 1。

表 1 ICP-OES 工作参数

工作参数	设定值	工作参数	设定值
功率	1 300 W	冷却气流速	15.0 L/min
进样时间	30 s	辅助气流速	0.2 L/min
测量波长	396.153 nm	雾化气流速	0.8 L/min

2.2 样品处理

称取一定量的样品,置洗净的聚四氟乙烯消解罐中,加入 9 mL 浓硝酸和 1 mL 过氧化氢,分两步微波消解。第 1 步,设定温度为 120 ℃,升温 5 min,保留 3 min;第 2 步,设定温度为 185 ℃,升温 5 min,保温 20 min。消解完毕冷却后,打开密闭消解罐,将样品消解液转移至 25 mL 容量瓶中并定容,混匀,待测。

*基金项目:重庆市食品安全专项计划项目[渝科委发[2016]159号]。

第一作者:杨小珊,女,博士研究生,高级工程师,研究方向为食品安全监管,(电子信箱)419633431@qq.com。

[△]通信作者:赵博,男,硕士研究生,高级工程师,研究方向为食品安全,(电子信箱)2805325119@qq.com。

2.3 方法学考察

线性关系考察:用2%硝酸溶液将铝元素标准溶液逐级稀释,得质量浓度为0.5,1.0,2.0,5.0,10.0 mg/L的铝元素标准系列溶液,以2%硝酸作为空白溶液。在拟订仪器条件下,采集空白溶液及铝标准系列溶液,以铝溶液质量浓度(X ,mg/L)为横坐标、仪器响应值(Y)为纵坐标进行线性回归。得回归方程 $Y = 19\,440 X + 1\,016.2$, $r = 0.999\,9$ ($n = 5$)。结果表明,铝标准溶液质量浓度在0.5~10.0 mg/L范围内与峰面积线性关系良好。

检出限和定量限检测:取2%硝酸溶液作为空白溶液,按拟订仪器条件平行测定10次,记录仪器响应值并计算其标准偏差,以3倍和10倍标准偏差对应的待测元素质量浓度作为检出限、定量限。结果检出限为0.008 mg/L,定量限为0.024 mg/L。

精密度试验:取质量浓度为2.0 mg/L的标准溶液,依法重复测定6次。结果的RSD为0.92% ($n = 6$),表明仪器精密度良好。

重复性试验:取样品溶液,依法重复测定6次。结果的RSD为2.32% ($n = 6$),表明方法重复性良好。

加样回收试验:为进一步验证方法的可靠性,进行了加样回收试验,结果回收率均在90.20%~105.50%之间,表明此方法测定铝元素准确可靠。结果见表2。

表2 加样回收试验结果($n = 6$)

序号	样品含量 (mg/L)	加入量 (mg/L)	测得量 (mg/L)	回收率 (%)	$\bar{X}$ (%)	RSD (%)
1	0.604	1.00	1.645	104.10	99.53	3.21
2	0.604	1.00	1.571	96.70		
3	0.604	1.00	1.626	102.20		
4	0.604	1.00	1.581	97.70		
5	0.604	1.00	1.607	100.30		
6	0.604	1.00	1.566	96.20		

2.4 样品检测结果

检测了60批次蜂蜜样品,其中有6批次个体商贩制售的蜂蜜检出铝,含量分别为117,109,100,103,118,251 mg/kg。

3 讨论

目前,常用于金属元素含量测定的分析方法有原子吸收光谱法^[10]、原子荧光光谱法^[11]、ICP-OES法^[12]、电感耦合等离子体质谱法^[13]等。本研究中所用ICP-OES法具有检测速度快、灵敏度高、线性范围宽、能同时测定多种元素的优点,已越来越多地用于食品、生物医学样品、药品等的分析检测^[14-15]。

与传统湿法消解相比,微波消解可对样品进行批量

前处理,提高前处理速度,且安全可靠。电感耦合等离子体发射光谱仪测定铝元素的波长有396.153,308.215,394.401,237.313,309.271,167.022 nm可供选择,综合背景等效浓度、检测限、信噪比和信号强度考虑,选择396.153 nm作为本试验的测量波长。方法学考察结果显示,本方法具有检出限低、灵敏度高、准确可靠的优点。

60批样品检测结果显示,正规商家所售蜂蜜中均未检出铝,而一些个体商贩制售的蜂蜜中铝含量较高,提示消费者应尽量在正规商家选购来源可靠的蜂蜜。

参考文献:

- [1] 汪思凡,曹振辉,潘洪彬,等. 蜂蜜化学成分及其主要生物学功能研究进展[J]. 食品研究与开发,2018,39(1): 176-181.
- [2] 雷 鸣. 六种单花种蜂蜜掺假情况的分析检测研究[D]. 杭州:浙江工业大学,2013.
- [3] 樊永华. 蜂蜜的掺杂造假方式及鉴别方法[J]. 质量探索,2016,13(1): 78.
- [4] 裴高璞,史波林,赵 镭,等. 蜂蜜质量市场动态及掺假检测方法现状分析[J]. 食品科学,2013,34(15): 329-336.
- [5] 杨 娟,胡宗文,黄新球,等. 真假蜂蜜简易鉴别技巧的可行性研究[J]. 蜜蜂杂志,2017,37(9): 1-4.
- [6] 杜宗绪. 蜂蜜掺假鉴别检测方法研究进展[J]. 保鲜与加工,2015,15(5): 67-71.
- [7] 邓 勇,张杰良,宗 凯,等. 基于TLC和HPLC-CAD法比较分析天然和市售蜂蜜糖类成分[J]. 药物分析杂志,2018,38(1): 22-28.
- [8] 袁晓宇. 蜂蜜中金属元素含量的测定[J]. 当代化工,2018,47(1): 217-220.
- [9] 王静丽. 微波消解ICP-MS测定蜂蜜中重金属含量[J]. 齐齐哈尔大学学报(自然科学版),2018,34(1): 64-66.
- [10] 蒙明姜,李 丽,俞 兰. 原子吸收分光光度法测定水溶液中镉含量[J]. 中国药业,2018,27(16): 17-20.
- [11] 匡必玲. 氢化物发生ICP-AES与原子荧光光谱法测定化妆品砷汞含量比较[J]. 河南预防医学杂志,2018,29(10): 740-742.
- [12] 陈磊磊,陶宗涛,袁锡泰,等. 电感耦合等离子体原子发射光谱法测定地热水中钾、钠、钙、镁的含量[J]. 理化检验:化学分册,2018,54(8): 911-915.
- [13] 符 靓,施树云,陈晓青. 电感耦合等离子体串联质谱法测定活性白土中痕量毒理性元素[J]. 分析化学,2018,46(8): 1253-1260.
- [14] 黄先亮,辜世伟,刘 顶,等. 微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法测定油炸面制品中的铝[J]. 食品与发酵科技,2015,51(1): 74-75.
- [15] 宋志洲,朱兆中,桂婷婷,等. 等离子体发射光谱法测定血液中的铝[J]. 中国卫生检验杂志,2015,25(3): 330-331.

(收稿日期:2018-09-21)