

文章编号:1671-1513(2012)05-0067-03

浸提法提取胶母糖中铅的测定方法

孔令艳

(烟台市牟平区疾病预防控制中心, 山东烟台 264100)

摘要:通过采用硝酸-过氧化氢过夜浸提改进胶母糖样品中测定铅的前处理方法,基体干扰少,三水平加标回收率在95.2%~110.3%,8次重复测定的变异系数为1.8%,与国家标准方法比较,采用 t 检验法分析,结果无显著性差异。

关键词:胶母糖;铅;测定方法;浸提

中图分类号:TS207.5

文献标志码:A

胶母糖(口香糖、泡泡糖)是由胶基、糖、香精等制成,是世界上最古老的糖果之一,因其能吹泡,清洁口腔和牙齿,确保口气清新而深受人们喜爱^[1],在整个糖类市场所占的份额越来越重,如箭牌口香糖近几年在全球的净销售额增长速度都超过10%^[2]。为确保口香糖中As、Pb、Cd等对人体有害元素不超过国家标准,对口香糖进行检测对于食品安全来说十分必要。

铅在人体内有蓄积作用,生物半衰期约1460 d,主要表现为神经毒性^[3]。1993年FAO/WHO联合法典委员会推荐人类每公斤体重每周可耐受铅摄入量(PTWI)为25 μg ^[4]。由于胶母糖中铅含量很低,易受基体、环境等条件影响,胶基给样品前处理带来很大的困难。按照国家标准方法规定,采用湿法消解完全所需时间长且消解完全十分困难^[5-6]。本研究在国家标准方法的基础上,在微热条件下,用硝酸-过氧化氢进行浸提,浸提液直接用原子吸收分光光度计测定铅的含量。

1 实验部分

1.1 实验原理

样品经 HNO_3 和 H_2O_2 长时间浸泡,使铅以离子状态溶入试液,然后用原子吸收分光光度法测定试液中铅含量。

1.2 仪器

TAS-986型原子吸收分光光度计,北京普析通

用仪器有限公司;铅空心阴极灯(工作条件:波长283.3 nm,狭缝0.2 nm,灯电流强度5 mA),北京真空电子技术研究所。

1.3 试剂

铅标准溶液: pb^{2+} 的质量浓度为1 mg/L;浓 HNO_3 ,优级纯;30% H_2O_2 ,优级纯;去离子水。

1.4 样品处理

精密称取1~2 g剪碎样品,加2 mL浓 HNO_3 ,5 mL 30% H_2O_2 ,摇匀浸泡过夜,次日于沸水浴中加热30 min,冷却后倾出液体,残渣中再加2 mL浓 HNO_3 ,5 mL 30% H_2O_2 重复浸提3次,残渣用少许去离子水冲洗,合并浸提液,定容至25 mL,备用,同时做试剂空白。

1.5 样品测定

移取0,0.2,0.4,0.6,0.8,1.0 mL铅标准溶液,分别置于25 mL比色管中,加水至刻度,分别测定标准溶液、空白和样品溶液,通过回归浓度-吸光度标准曲线,计算样品中铅含量。

2 结果与分析

2.1 实验条件选择

2.1.1 浸提液的选择

以国标法测得质量分数为0.324 mg/kg的样品,采用不同量 HNO_3 (1~10 mL)及 H_2O_2 (1~10 mL)进行浸提试验($n=3$),结果见表1、表2。

表1 固定 H₂O₂ 用量改变 HNO₃ 用量的结果Tab. 1 Results of different volume of HNO₃ in constant volume of H₂O₂

V(HNO ₃)/mL	1	2	3	5	10
w/(mg·kg ⁻¹)	0.256	0.322	0.325	0.324	0.327

表2 固定 HNO₃ 用量改变 H₂O₂ 用量的结果Tab. 2 Results of different volume of H₂O₂ in constant volume of HNO₃

V(H ₂ O ₂)/mL	1	2	3	5	10
w/(mg·kg ⁻¹)	0.216	0.253	0.301	0.321	0.325

从表1和表2可以看出, HNO₃ 体积在 2~10 mL, H₂O₂ 体积在 5~10 mL 均能获得较高的吸光度且测定结果稳定, 因此, 本法选用 2 mL HNO₃ 和 5 mL H₂O₂ 作为样品浸提液。

2.1.2 浸提时间的选择

对国标法测定质量分数为 0.324 mg/kg 的样品采用硝酸-过氧化氢浸提液进行浸提, 选择 10~60 min 浸提时间进行考察, 所得结果见表3。

表3 浸提时间选择结果

Tab. 3 Results of different lixiviation time

t/min	10	20	30	40	50	60
w/(mg·kg ⁻¹)	0.214	0.312	0.322	0.325	0.324	0.325

从表3可看出, 30~60 min 吸光度随时间延长变化不大, 故选择 30 min 为浸提时间。

2.1.3 浸提次数的选择

按已经选择的浸提液与浸提时间, 对含铅量为 0.5 mg/kg 的标准品进行多次浸提试验, 经 1~5 次浸提, 每次测得的铅含量见表4。

表4 浸提次数的选择结果

Tab. 4 Results of different lixiviating times

浸提次数	1	2	3	4	5
w/(mg·kg ⁻¹)	0.280	0.142	0.099	0.008	0.003
所占比例/%	56.0	28.4	19.8	1.6	0.6

从表4可看出, 前3次浸提效率已经达到 95% 以上, 因此选择浸提 3 次。

2.2 方法准确度分析

在样品(铅本底值为 0.403 mg/kg)中分别添加 0.5, 1.0, 2.0 mL 铅标准溶液, 依法测定, 其结果见表5。

表5 回收率测定

Tab. 5 Recovery for determination

添加质量/mg	w/(mg·kg ⁻¹)	回收率/%
0.5	0.908	101
	0.892	97.8
	0.915	102.4
	0.926	104.6
1.0	1.417	101.4
	1.382	97.9
	1.395	99.2
	1.504	110.1
2.0	2.500	104.8
	2.380	98.8
	2.307	95.2
	2.629	110.3

由表5可看出, 回收率为 95.2%~110.3%, 满足实际分析工作的需要。

2.3 方法精密度分析

对同一份样品进行 8 次重复测定, 结果见表6。

表6 精密度测定

Tab. 6 Accuracy of determination

测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8
w/(mg·kg ⁻¹)	0.421	0.420	0.423	0.426	0.437	0.425	0.409	0.423
平均值	0.423							
标准偏差	0.0077							
变异系数/%	1.8							

从表6可看出, 该方法重复测定的变异系数仅为 1.8%, 说明方法的重复性良好。

2.4 与国标法的比较

应用本法和国标法同时对 5 种市售胶母糖中的铅进行测定, 结果见表7。

表7 与国标法测定的对照结果

Tab. 7 Comparison with the national standard

样品编号	浸提法	国标法	差值 D
1	0.345	0.347	0.002
2	0.100	0.101	0.001
3	0.195	0.194	-0.001
4	0.425	0.425	0
5	0.308	0.307	-0.001
差值 D 的平均值 μ			0.0002
差值 D 的标准差 s_D			0.0013

采用 t 检验法进行分析. 计算 $t_D = \mu n^{1/2} / s_D = 0.34$, 查 t 分布表, 当 $f = n - 1 = 4$ 时, 临界值 $t_{0.05,4} = 2.78$, $t_D = 0.34 < t_{0.05,4} = 2.78$, 说明两种方法无显著性差异, 可认定二者测定结果一致.

3 结 论

本法采用硝酸-过氧化氢过夜浸提法来改进胶母糖中铅测定的样品前处理方法, 与国标法中的湿法消解相比较, 大大缩短消解时间, 操作简单易行; 采用此种前处理手段, 胶母糖样品三个水平的加标回收率为 95.2% ~ 110.3%, 变异系数为 1.8% ($n = 8$), 测定的准确度与精密度满足实际分析工作的需要; 通过 t 检验法分析, 本法测定结果与国标法无显著性差异, 值得推广应用.

参考文献:

- [1] 王义惠, 宋晓春, 赵英飞, 等. ICP-AES 测定口香糖中的 7 种元素 [J]. 光谱实验室, 2011, 28 (6): 3215 - 3217.
- [2] 周鸿媛, 李胡俊, 张金威. 侯大军除口臭功能性口香糖的研究现状 [J]. 食品与发酵科技, 2010, 46 (2): 19 - 22.
- [3] 郑鹏然, 周树南. 食品卫生全书 [M]. 北京: 红旗出版社, 1996: 936 - 938.
- [4] 赵丹宇, 郑云雁, 李晓瑜. 食品添加剂与污染物 [M]. 北京: 中国标准出版社, 2003: 475 - 481.
- [5] 郑星泉, 沈文, 王鹏, 等. 化妆品标准汇编 1995 [M]. 北京: 中国标准出版社, 1996: 150 - 151.
- [6] 中国疾病预防控制中心营养与食品安全所, 北京市疾病预防控制中心, 江苏省预防控制中心. GB/T5009.12-2003 食品卫生检验方法 理化部分(一) [S].

Atomic Absorption Method of Lead Determination in Chewing Gum by Lixiviation

KONG Ling-yan

(Yantai City Muping District Center for Disease Control and Prevention, Yantai 264100, China)

Abstract: The lead determination in chewing gum was improved by ameliorating sample preparation by using $\text{HNO}_3 - \text{H}_2\text{O}_2$ lixiviation solution with less matrix interference. The standard recovery of determination is 95.2% ~ 110.3% fortified at three levels. The coefficient of variation is 1.8% ($n = 8$). Analyzed by using t -test method, the result obtained by the improved method has no significant difference with that of national standard method.

Key words: chewing gum; lead; measuring method; lixiviation

(责任编辑: 叶红波)