

焙烤咖啡豆中铜的测定

傅书林¹, 蓝洁娜²

(1. 佛山市南海区质量技术监督检测所, 广东 佛山 528200) (2. 汕头市澄海区食品公司, 广东 汕头 515000)

摘要: 分别采用混合酸湿法消化、干法灰化对咖啡豆进行处理, 采用火焰原子吸收光谱法对焙烤咖啡豆中的铜进行测定, 在试验条件下, 本法检出限为 0.01 mg/L, 相关系数为 0.9999, 样品湿法消化加标回收率为 96.9%~99.1%, 干法灰化加标回收率为 92.0%~97.4%, 相对标准偏差为 0.49%~2.20%, 用本法对咖啡豆和 3 种标准物质中的铜进行测定, 结果满意。

关键词: 火焰原子吸收光谱法; 焙烤咖啡豆; 铜

中图分类号: TS207.5⁺1; 文献标识码: A; 文章篇号: 1673-9078(2007)07-0084-02

Determination of Copper in Baked Coffee Beans by FAAS

FU Shu-lin¹, LAN Jie-na²

(1. Nanhai Inspection and Test Institute of Quality and Technology, Foshan 528200, China)

(2. Chenghai Food Company, Shantou 515000, China)

Abstract: The contents of copper in baked coffee beans were determined by FAAS. Under the analytical conditions, the detection limit was 0.01 mg/L with the correlative coefficient being of 0.9999 and the coefficient of variation being of 0.49%~2.20%. The recovery rates for the samples treated by the mixture of nitric acid and perchloric acid and dry ashing method were 96.9%~99.1% and 92.0%~97.4%, respectively. The method was suitable for used for the determination of copper in baked coffee beans and three standard materials.

Key words: FAAS; baked coffee beans; copper

铜是人体必需的微量元素,对造血细胞生长、某些酶的活性及内分泌等功能有重要作用,但摄入过多则会发生中毒^[1]。近年来的研究表明,铜与肝病也有密切的关系,当肝脏有病时,肝脏不能有效地协调体内铜的平衡,使铜在体内积聚。铜成为部分食品重金属的监控指标之一。铜的测定方法有电分析化学法^[2],示波极谱法^[3],原子发射光谱法^[4],它们在实际应用中有一定的局限性,而原子吸收光谱法在重金属检测方面应用广泛,本文采用该法,通过湿法消化、干法灰化对比测定焙烤咖啡豆中的铜,均取得了满意的效果,具有操作简便、快速、干扰少、准确等优点,能够达到食品安全监控的目的。

1 试验部分

1.1 材料

茶叶 GBW07605 (地矿部物化所),猪肉 GBW08552, GSB07-1182-201113 (国家标物中心)。

1.2 试剂

硝酸 (GR), 高氯酸 (GR), 硝酸和高氯酸混合溶液 (v/v=4:1), 硝酸 (0.5 mol/L)。铜标准原液

收稿日期: 2007-04-10

作者简介: 傅书林 (1965-), 男, 硕士, 工程师, 研究方向为食品营养化学

(1000 μg/mL) (国家标物中心), 铜标准应用液 (10 μg/mL)。

1.3 仪器

AA-6650 原子吸收分光光度计附铜空心阴极灯; LD-50G-D 纯水机; MP1100B 电子天平; 可调温电炉; SGM28 型智能箱式电阻炉。

1.4 样品预处理

研磨样品并过 80 目筛。湿法消化, 称取样品 1.00~2.00 g 于 100 mL 高型烧杯中, 硝酸和高氯酸的混合溶液 10 mL, 于可调温电炉上消化。如有炭化现象, 可补加适量的硝酸, 继续消化至无色透明或淡黄色 (冒白烟止), 冷却后倒入 25 mL 的容量瓶用去离子水定容, 需同时作试剂空白; 干法消化, 称取样品 1.00~2.00 g 于 50 mL 坩埚中, 放入电阻炉中分别升温到 180 °C 和 380 °C, 各炭化 2 h, 最后升温到 500 °C 灰化 5 h, 冷却后用 0.5 mol/L 硝酸转移并定容 25 mL 容量瓶。

1.5 标准系列的配制

吸取铜标准应用液 (10 μg/mL) 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用 0.5 mol/L 硝酸定容至刻度。配制成 0 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、

1.0 μg/mL、1.5 μg/mL、2.0 μg/mL 的铜标准系列溶液。

1.6 仪器分析条件

波长 324.8 nm, 狭缝 0.5 nm, 灯电流 10 mA, 氘灯扣背境, 空气乙炔燃气流速 2.0 L/min, 预喷雾时间 3 s, 积分时间 5 s, 响应时间 1 s。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线

在本法的试验条件下测定, 铜标准溶液浓度在 0.0~3.0 μg/mL 测定范围内遵守比耳定律, 线性回归方程铜为 $Y=0.1229X+0.0004$, $r=0.9999$, 线性佳。

2.2 灵敏度

特征浓度: 用产生 1%吸收或 0.0044 吸光度所需的被测组分浓度或含量来表示低浓度区的灵敏度^[5]。

根据标准工作曲线, 按公式 $S=0.0044/k^{[6]}$ 计算 (S 为特征浓度, k 为标准曲线斜率)。铜的特征浓度为 $0.04 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}/1\%$ 。

2.3 检出限

在本法的试验条件下, 对试剂空白进行 11 次测

定, 用 3 倍空白样品吸光值的标准偏差除以标准曲线斜率即为本方法的最低检出限, 计算出铜的检出限为 0.01 mg/L, 以 1.00 g 样品消化后定容 25 mL, 样品最低检出限为 0.25 mg/kg。

2.4 精密度

对不同浓度的铜标准工作液各进行 6 次测定, 相对偏差分别为 0.49%~2.20%, 结果见表 1。

表 1 方法精密度

样品浓度(μg/mL)	测定值 $\bar{X} \pm S$ /(μg/mL)	测量次数 n	RSD/%
0.4	0.41±0.009	6	2.20
1.0	1.01±0.010	6	0.99
2.0	2.04±0.010	6	0.49

2.5 回收率

对比卡咖啡豆、第一街咖啡豆分别添加不同浓度的铜标液, 分别采用混合酸湿法消化、干法灰化, 测定回收率各为 96.9%~99.1%, 92.0%~97.4%。结果见表 2。

表 2 加标回收率

样品名称	本底值/(μg/g)	标准加入量/(μg/g)	测得值/(μg/g)	测量次数/n	平均回收率/%
湿法消化测定					
比卡咖啡豆	14.66	5.0	19.56	3	97.8
比卡咖啡豆	14.66	10.0	24.35	3	96.9
比卡咖啡豆	14.66	20.0	34.48	3	99.1
干法灰化测定					
第一街咖啡豆	11.71	5.0	16.58	3	97.4
第一街咖啡豆	11.71	10.0	21.14	3	94.3
第一街咖啡豆	11.71	20.0	30.11	3	92.0

2.6 标准参考物质分析

用本法对标准物质的铜含量进行测定, 结果与标准值吻合, 结果见表 3。

表 3 标准参考物质分析结果

标准参考物质	测定值/(μg/g)	标准值/(μg/g)
GBW07605	16.78	17.3 ± 1.8
GBW08552	3.68	3.88 ± 0.15
GSB07-1182-201113	1.09	1.08 ± 0.04

3 结论

采用干法、湿法对不同品牌的焙烤咖啡豆中铜的含量进行测定, 结果表明: 本方法准确可靠, 对食品可达到安全监控的目的。

参考文献

- [1] 杨惠芬. 食品卫生理化检验标准手册[M]. 北京: 中国标准出版社, 1998
- [2] 张志琪. 以罗丹明 B 为指示剂催化动力学测定痕量铜的研究[J]. 分析化学, 1990, 18(6): 520
- [3] 王月明. 示波极谱法测定茶叶中微量铜[J]. 分析试验室, 1992, 11(1): 67.
- [4] 陶锐. ICP-OES 法测定茶叶中十二种微量元素[J]. 中国卫生检验杂志, 1999, 9(05): 323
- [5] 邓勃. 应用原子吸收与原子荧光光谱分析[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003
- [6] 李松. 火焰原子吸收光谱法测定红车轴草及其提取物中铁和锰[J]. 理化检验-化学分册, 2007, 43(1): 21-22