

食品中重金属元素形态分析的前处理方法比较及检测技术研究

张燕

国家轻工业食品质量监督检测南京站

摘要: 本文梳理了食品中重金属元素形态分析的前处理办法和检测技术。比如说, 前处理常用的有微波辅助萃取、超声波辅助萃取和固相萃取, 这些方法各有各的好处和不足; 形态分离时会用到液相色谱、气相色谱和毛细管电泳, 不同技术在实际应用里特点不一样; 检测环节则有原子吸收光谱法、电感耦合等离子体质谱法和 X 射线荧光光谱法, 这些技术的性能指标也各有差异。像微波辅助萃取速度快、效率高, 但可能需要专门的设备; 超声波辅助萃取操作简单, 不过对某些成分的萃取效果不稳定。液相色谱在分离复杂形态时表现不错, 气相色谱更适合挥发性强的物质。原子吸收光谱法成本低、操作方便, 电感耦合等离子体质谱法灵敏度高, 能同时检测多种元素。这些技术的选择, 往往要结合实际检测需求和条件来定。

关键词: 食品重金属; 形态分析; 前处理技术; 形态分离技术; 检测技术

一、前处理方法概述

1.1 重金属元素形态分析的重要性

重金属元素形态分析在食品安全、环境监测以及人类健康评估中有着重要作用。同一种重金属元素的不同形态, 在生物体内被吸收、分布、代谢的过程不一样, 毒性表现也有很大差别。准确分析食品里重金属元素的形态, 能帮助判断它可能带来的健康风险, 也能为制定合理的食品安全标准提供依据, 还能指导消费者安排更健康的饮食。另外, 这种形态分析还能让人更清楚环境里污染物是怎么移动和变化的, 给环境保护和污染治理工作提供科学支持。

1.2 前处理方法的分类及其作用原理

前处理方法涵盖多种技术类型, 比如微波辅助萃取、超声波辅助萃取、固相萃取等。微波辅助萃取借助微波加热的方式, 能快速且高效地从样品里提取出想要的成分, 操作起来比较简单, 提取的效率也比较高。超声波辅助萃取依靠超声波产生的空化效应、机械效应等作用, 推动样品中目标成分的释放与溶解, 进而提升提取的效率。固相萃取是基于固相吸附剂对目标成分的选择性吸附和洗脱来实现分离的技术, 操作上较为灵活, 富集倍数比较高, 还容易实现自动化操作。不同的前处理方法有着各自的特点, 在实际应用中, 可以根据具体样品的情况以及目标成分的性质, 挑选合适的前处理方法来使用。

二、样品采集与保存

2.1 样品采集的规范与注意事项

在样品采集过程中, 得严格按照相关规范来做, 这样才能保证样品能代表整体情况, 结果也准确。比如说, 采集的人要穿干净的工作服、戴手套, 别让自己把样品弄脏了。另

外, 用来采集的工具也得好好清洗消毒, 不然可能会让不同样品之间互相污染。对于不一样的食品样品, 要用合适的采集方法。像液体样品, 得用没被污染的容器装, 采集的时候注意别让外面的东西混进去; 固体样品的话, 要用干净的采样器在多个地方取, 这样才能反映出整个样品的情况。采集的时候还得做好标识和记录, 比如样品叫什么名字、什么时候采的、在哪里采的这些信息都得记下来。这些信息很重要, 后面分析样品或者要追溯来源的时候都用得上。

2.2 样品保存条件对形态分析的影响

样品保存时的环境条件, 会对重金属元素不同形态的检测结果产生非常大的影响。如果保存方式不合适, 元素原本的存在形式可能会发生改变, 最终让检测出来的数据和实际情况有偏差。通常情况下, 样品要放在温度低、见不到光、密封起来的地方, 这样能避免温度变化、光线照射或者接触氧气这些因素, 导致元素形态出现变动。有些元素的形态对保存条件特别敏感, 这时候就得用一些专门的办法来保存, 比如往样品里加能让形态稳定的物质, 或者用指定的容器装样品。另外, 样品保存的时间也不能太长, 最好尽快做分析, 这样能减少保存过程中形态改变的可能性。

三、样品前处理技术

3.1 微波辅助萃取技术

微波辅助萃取技术是一种样品前处理方法, 它借助微波能加热样品与溶剂的混合体系, 让目标化合物从样品基质里更快地进入溶剂中。这种技术有不少优势, 比如萃取效率比较高、花费的时间短、用到的溶剂也不多, 在食品里重金属元素形态的萃取工作中用得比较多。在具体操作的时候, 调整微波功率、萃取时长和溶剂类型这些参数, 能对不同形态

的重金属元素进行选择萃取,这样形态分析的准确性和可靠性也能得到提升。

选择合适的溶剂是这项技术的关键所在。溶剂既要能很好地溶解目标重金属元素的形态,又要能和微波作用相匹配。目前常用的溶剂有水、有机溶剂,还有它们按一定比例混合的体系。另外,微波辅助萃取设备的性能也会影响萃取效果。性能好的设备能提供更均匀的微波场,让样品受热更均匀,萃取效率和重现性也能进一步提高。在实际使用时,还要结合食品样品的特点和分析的具体要求,对萃取条件进行调整优化,这样才能达到更好的萃取效果。

3.2 超声波辅助萃取技术

超声波辅助萃取技术是一种样品前处理方法,它借助超声波带来的空化、机械和热效应,让样品里的目标化合物更快地扩散到溶剂里并溶解。这种技术操作起来比较简单,萃取效率也不错,不需要高温高压的条件,还能有效破坏样品的基质结构,帮助目标元素的形态释放出来并被萃取。在实际应用时,得选好超声波的频率、功率、萃取时间和溶剂类型这些条件。选对了条件,就能高效地、有选择性地萃取食品里的重金属元素形态,给后面的形态分析提供可靠的样品溶液。

3.3 固相萃取技术

固相萃取技术是一种基于液固相色谱分离原理的样品前处理技术,它利用固体吸附剂对样品中目标化合物与基质成分之间吸附能力的差异,实现对目标化合物的分离、富集和净化。该技术具有操作简便、回收率高、重现性好、有机溶剂用量少等优点,在食品中重金属元素形态分析中得到了广泛应用。通过选择合适的固相萃取柱和洗脱条件,可以实现对不同重金属元素形态的高效分离和富集,为后续的检测分析提供准确可靠的样品。

固相萃取柱的种类繁多,根据吸附剂的性质和目标化合物的特性,可分为反相、正相、离子交换和吸附型等多种类型。在实际应用中,需根据食品样品中重金属元素的种类和形态,以及分析方法的要求,合理选择固相萃取柱的类型和规格。同时,洗脱条件的选择也至关重要,它直接影响到目标化合物的回收率和纯度。通过优化洗脱溶剂的种类、浓度和洗脱速度等参数,可以实现目标化合物的高效洗脱和基质成分的有效去除。

四、形态分离技术

4.1 液相色谱技术在形态分离中的应用

液相色谱技术能高效、精准地分离不同物质,在食品里重金属元素不同形态的分离工作中用得很多。它的原理是利用不同形态的重金属在固定相和流动相里分配情况不一样,把这些形态一个个分开。高效液相色谱(HPLC)是目前用得最多的技术,分离速度快、柱子的分离效果好,能处理的物质类型也多。如果搭配紫外检测器、荧光检测器或者质谱检测器,就能确定重金属的具体形态,还能算出含量多少。另外,离子色谱技术也常用来分离食品里的重金属离子形态,特别是带负电的重金属形态,它的检测灵敏度高,选择性也不错。

实际操作时,高效液相色谱可以根据要分离的物质特点选合适的固定相和流动相。比如遇到极性比较强的重金属形态,用反相色谱柱分离,能让分离结果更清晰,峰形也更好看。调整流动相的成分、流动速度和柱子的温度这些参数,分离的效率和分辨率还能再提高一些,保证每种重金属形态都能准确分开。离子色谱靠离子交换的方式分离物质,对于食品里常见的砷、硒等重金属的阴离子形态,像亚砷酸盐、砷酸盐、硒酸盐这些,分离效果特别好。这种技术能满足食品中重金属离子形态分析的严格标准,在实际检测中很实用。

4.2 气相色谱技术在形态分离中的应用

气相色谱技术具备分离效果好、分析速度快的特点,在食品里不同形态重金属元素的分离工作中用得挺多。它的原理是靠不同形态的重金属在气相和固定相里的分配情况不一样,来把这些形态分开。要是碰到本身容易挥发的重金属化合物,这种技术的分离作用就更明显了。不过用的时候得先把重金属的形态变成能适应气相色谱分析的挥发性物质,之后再选合适的色谱柱来分离。比如说,用专门的试剂处理这些重金属形态,再搭配毛细管色谱柱和氢火焰离子化检测器,就能把好几种不同形态的重金属准确分开并检测出来。这种技术现在已经成了食品中重金属形态分析的重要帮手。

4.3 毛细管电泳技术在形态分离中的应用

毛细管电泳技术是最近几年发展较快的分离分析技术,在食品里重金属元素不同形态的分离工作中,能发挥不小的作用。这种技术主要靠高压电场来推动,把毛细管当作分离的通道,不同形态的重金属元素在电场里移动的速度不一样,利用这个差异就能把它们高效分开。它的优势很明显,比如分离的效率高、分析速度快、需要的样品量也少,还能同时处理好几种不同形态的重金属元素。

在食品分析领域,毛细管电泳技术已经用在铅、汞、砷

这些重金属的形态分离上了,像无机汞和有机汞的区分、三价砷和五价砷的分离,都能通过它来完成。要是调整一下电泳的条件,比如换不同的缓冲液、改变 pH 值、调整电压等,再选合适的检测器,比如紫外检测器或者电感耦合等离子体质谱检测器,就能让分离的灵敏度和准确性更高一些。这种技术也给食品中重金属元素形态的分析,提供了一种新的、比较可靠的办法。

五、检测技术比较

5.1 原子吸收光谱法(AAS)

原子吸收光谱法是一种分析方法,它的原理是通过气态基态原子外层电子对紫外光和可见光范围内特定原子共振辐射线的吸收强度,来确定被测元素的含量。这种方法有不少优点,比如灵敏度高、能精准识别目标元素、不容易被其他物质干扰,所以在食品里重金属元素形态的检测中用得很多。具体来说,检测时要先把样品溶液变成雾状,再送进原子化器,让需要检测的元素变成基态原子。之后用特定波长的光源照射这些原子,测量它们对光的吸收程度,就能知道样品里重金属元素的含量了。不过这种方法也有一些局限。比如一次只能测一种元素,如果需要同时检测多种元素,它就不太能满足需求。

5.2 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)

电感耦合等离子体质谱法是一种结合了电感耦合等离子体离子源和质谱仪检测功能的分析手段。这种方法的灵敏度很高,能检测出样品里含量极少甚至极微的重金属元素,检测下限也很低,足以满足食品中重金属元素形态分析的高精需求。

它还有一个特点是线性范围比较宽,可以同时多种元素做定量分析,这样一来检测速度就快了不少。具体的检测过程是:先把样品雾化,让它进入电感耦合等离子体,在高温环境下变成离子;接着通过质谱仪的质量分析器,把不同质荷比的离子分开;最后用检测器测量离子的强度,就能知道样品里重金属元素的具体含量了。

不过这种方法也有一些需要注意的地方,比如购买和维护设备的成本不低,操作设备的人员得有专业的技术能力,而且检测结果容易受到基体效应的影响。

5.3 X 射线荧光光谱法(XRF)

X 射线荧光光谱法是一种借助原子内层电子跃迁实现的分析技术,它不用破坏样品就能快速完成检测。具体来说,就是用 X 射线照射样品,让样品发出带有自身特征的 X 射线,

再通过测量这些射线的能量和强度,就能知道样品里有哪些元素、每种元素占多少比例。这种方法有不少优势,比如分析速度快,不需要对样品做太复杂的前期处理,还能一次分析多种元素。对于固体样品来说,它特别适用——直接检测就能得到结果,不用像有些方法那样把样品溶解,也就减少了溶解过程中可能出现的误差。另外,它对样品的破坏很小,几乎不用消耗化学试剂,这和现在提倡的绿色化学理念是一致的。不过在实际应用中,这种方法也有一些局限。比如它的检测灵敏度不算高,分析氢、氧这类轻元素时会比较困难。而且样品表面是否平整、样品本身的成分会不会干扰检测结果等因素,都会对最终的分析数据产生影响。

结语

我们围绕食品里重金属元素形态分析的前处理方法和检测技术展开了系统研究,仔细梳理了不同前处理手段和检测技术的基本原理、主要特点,还有它们在实际场景中的具体应用情况。从技术对比的结果来看,每种方法都有自己的长处,也存在一定的短板。比如有的前处理技术操作简单,但可能对某些复杂样品的处理效果不够理想;有的检测技术灵敏度很高,不过检测成本相对较高。在具体工作中,得结合要分析的目标、样品本身的性质来挑选合适的前处理方法和检测技术,这样才能保证最终得到的分析数据是准确且可信的。现在科技发展速度很快,新的前处理技术和检测技术还在不断出现,这些新技术会让食品中重金属元素形态分析变得更高效、更精准,也能更好地满足实际检测工作的需求。

参考文献

- [1]张霞.食品重金属污染的快速检测技术与应用[J].现代食品,2024(06):210-212.
- [2]鲍秀娟.食品重金属污染的检测方法探讨[J].食品安全导刊,2023(04):174-176.
- [3]姜琴.食品安全中重金属检测方法及应用分析[J].中国食品,2023(11):72-74.
- [4]高鑫;周延;寇雷.现代仪器分析技术在食品安全检测中的应用[J].中国食品工业,2024(01):74-76.
- [5]肖猷雷;周俊帆;黄夏;侯军;任理顺.食品中重金属元素检测方法研究进展[J].中国食品,2023(08):75-77.