

蒸馏液体积收集和吸取量对水发产品 甲醛测定的影响

李怡 李雁 黄保蓉 李文文 甘肃省食品检验研究院 甘肃兰州 730030

摘要: 研究根据 SC/T 3025-2006《水产品中甲醛的测定》中的分光光度定量分析法,检测本地水发产品中的甲醛含量。通过 15 个样品检测分析,发现在同样检测条件下,样品的吸光度值低于 0.01A (浓度值 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 时,改变收集蒸馏液体积和吸取蒸馏液体积,样品中甲醛含量结论截然不同。

关键词: 甲醛; 水发产品; 蒸馏液体积

引言:

甲醛是无色气体,易溶于水和乙醇,有刺激性气味,对人眼、鼻等有刺激作用。长期接触甲醛可引发呼吸功能障碍和肝中毒性病变,我国禁止在食品中添加和使用甲醛。然而,水发产品的不法商贩为了保持商品新鲜度,用甲醛溶液来浸泡。为保障水发产品的食用安全,测定水发产品中甲醛含量具有重要意义。研究采用 SC/T3025-2006 分光光度法测定水发产品甲醛含量。通过检测 15 个样品数据分析,发现在同样检测条件下,样品的吸光度值低于 0.01A (浓度值 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 时,改变收集蒸馏液体积和吸取蒸馏液体积对检测结果影响很大。

1 材料与方法

1.1 材料

实验样品均从本地市场购买。

1.2 试剂

磷酸(分析纯,天津河东区红岩试剂厂)、乙酰丙酮(分析纯、天津光复精细化工厂)、碘(分析纯、天津市滨海科迪化学试剂有限公司)、碘化钾(分析纯、成都科隆化学有限公司)、硫酸(分析纯、上海沪试)、淀粉(分析纯、天津市凯信化学工业有限公司)。

1.3 仪器与设备

UV-2700 紫外可见分光光度计(日本岛津公司),XPR-204 电子天平(梅特勒公司),HH-S6A 电热恒温水浴锅(北京科伟永兴仪器有限公司),A10basic 粉碎机(IKA)。

1.4 实验方法

SC/T 3025-2006《水产品中甲醛的测定》中的分光光度定量分析法。

2 试验分析

2.1 试验原理



水产品中的甲醛在磷酸介质中经过水蒸气加热蒸馏，冷凝后经水溶液吸收，蒸馏液与乙酰丙酮反应，生成黄色的二乙酰基二氢二甲基吡啶，用分光光度仪在 413nm 处比色定量分析。

2.2 试剂配制及标准溶液浓度

实验所用试剂均按照 SC/T 3025-2006 要求配制。

甲醛标准储备液：经 0.1mol/L 的硫代硫酸钠标准溶液标定后定值。

甲醛标准使用液（5 μg/mL）：根据甲醛标准储备液的浓度，精密吸取适量于 100mL 容量瓶中，用水定容至刻度，此液当日配制使用。

2.3 样品处理

水发水产品可取其水发溶液直接测定。或将样品沥水后，取可食部分测定。

2.4 操作方法

按照 2.3 样品处理要求取得样品，用粉碎仪将样品捣碎，混合均匀，在 250 mL 圆底烧瓶中加入 10.00g 样品和 20 mL 蒸馏水，搅拌均匀后浸泡 30 min，后加入 10 mL 磷酸溶液（1+9）后，用水蒸气进行蒸馏。在冰浴条件下，接收管下口插入事先盛有 20 mL 蒸馏水中。当收集适量蒸馏液时停止蒸馏，吸取蒸馏液 1mL ~ 10mL，用蒸馏水定容至 10mL，测定待测样品的吸光度，同时进行空白对照实验。

2.5 标准曲线的绘制

按照 SC/T 3025-2006 中 4.1.5.2 规定，精密吸取浓度为 5 μg/mL 的甲醛标准使用液分别为 0 mL、2.0mL、4.0mL、6.0mL、8.0 mL、10.0mL 于 20mL 比色管中，加蒸馏水定容至 10 mL；加入乙酰丙酮溶液 1mL，摇匀，放入沸水浴中加热 10min，取出冷却至室温，用空白液作为参比，在 413nm 波长处，用 1cm 比色皿进行比色，测定各系列的吸光度，以浓度值（μg）为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。曲线的线性方程为 $y=0.20659x+0.00000$ ，相关系数 $r=0.9997$ 。（标准曲线详见表一）

序号	标准溶液浓度 (μg/mL)	吸光度 WL(413nm)	权重因子	注释
1	0	0.0003	1.0000	/
2	1	0.2065	1.0000	/
3	2	0.4181	1.0000	/
4	3	0.6243	1.0000	/
5	4	0.8345	1.0000	/
6	5	1.0217	1.0000	/

表一 甲醛标准曲线标准表

2.6 样品甲醛含量的计算

$$X=C \times 10 \times 200 / m \times V$$

X- 水产品中的甲醛含量，单位：mg/kg;

C- 查曲线中样品的浓度值，单位：μg/mL

10- 显色溶液的总体积，单位：mL

200- 收集样品蒸馏液的总体积，单位：mL

m- 样品质量，单位：g

V- 样品测定取蒸馏液的体积，单位：mL

3 结果与分析

3.1 根据 SC/T 3025-2006 分光光度法定量分析，检测 15 个不同样品的甲醛含量，并按标准要求计算检测结果，具体检测数值见如下各表。

样品名称	水发海带 1	水发海带 2	水发海带 3	水发海带 4	水发海带 5
样品吸光度	0.0018	0.0052	0.0020	0.0017	0.0110
样品浓度值 (μg/mL)	0.0086	0.0253	0.0097	0.0082	0.0532
收集样品蒸馏液的总体积 (mL)	200	200	200	200	200
样品测定取蒸馏液的体积 (mL)	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
样品质量 (g)	10.32	10.30	10.76	10.52	10.99
样品甲醛含量 (mg/kg)	1.67	4.91	1.80	1.56	9.68

表二 水发海带样品检测数据



样品名称	水发海参 1	水发海参 2	水发海参 3	水发海参 4	水发海参 5
样品吸光度	0.0006	0.0012	0.0017	0.0010	0.003
样品浓度值 (μg/mL)	0.0029	0.0060	0.0083	0.0047	0.0066
收集样品蒸馏液的总体积 (mL)	200	200	200	200	200
样品测定取蒸馏液的体积 (mL)	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
样品质量 (g)	10.46	10.51	10.89	10.44	10.61
样品甲醛含量 (mg/kg)	0.55	1.14	1.52	0.90	1.24

表三 水发海参样品检测数据

样品名称	水发海蜇	水发海蜇	水发海蜇	水发海蜇	水发海蜇
样品吸光度	0.0024	0.0013	0.0019	0.0020	0.0051
样品浓度值 (μg/mL)	0.0118	0.0067	0.0094	0.0099	0.0247
收集样品蒸馏液的总体积 (mL)	200	200	200	200	200
样品测定取蒸馏液的体积 (mL)	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
样品质量 (g)	10.20	10.18	10.05	10.34	10.11
样品甲醛含量 (mg/kg)	2.31	1.32	1.87	1.91	4.89

表四 水发海蜇样品检测数据

从表二到表四可知,水发样品经蒸馏后按照 SC/T 3025-2006 分光光度法进行检测,取收集样品蒸馏液的总体积 200mL,样品测定取蒸馏液的体积为 1.00mL,测得样品的吸光度值均小于 0.01A,甲醛含量均大于该方法检出限 0.50 mg/kg,说明该 15 个样品均检出甲醛。

3.2 继续使用上述 15 个样品的收集蒸馏液,且总体积不变,还是 200 mL,样品测定取蒸馏液的体积变更为 10.0mL,检测各样品中甲醛含量为如下各表:

样品名称	水发海蜇	水发海蜇	水发海蜇	水发海蜇	水发海蜇
样品吸光度	0.0024	0.0013	0.0019	0.0020	0.0051
样品浓度值 (μg/mL)	0.0118	0.0067	0.0094	0.0099	0.0247
收集样品蒸馏液的总体积 (mL)	200	200	200	200	200
样品测定取蒸馏液的体积 (mL)	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
样品质量 (g)	10.20	10.18	10.05	10.34	10.11
样品甲醛含量 (mg/kg)	2.31	1.32	1.87	1.91	4.89

表五 测定取蒸馏液的体积变更为 10.0mL 水发海带样品检测数据

样品名称	水发海参 1	水发海参 2	水发海参 3	水发海参 4	水发海参 5
样品吸光度	0.0007	0.0010	0.0019	0.0013	0.0015
样品浓度值 (μg/mL)	0.0034	0.0048	0.0092	0.0063	0.0073
收集样品蒸馏液的总体积 (mL)	200	200	200	200	200
样品测定取蒸馏液的体积 (mL)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
样品质量 (g)	10.46	10.51	10.89	10.44	10.61
样品甲醛含量 (mg/kg)	0.065	0.091	0.17	0.12	0.14

表六 测定取蒸馏液的体积变更为 10.0mL 水发海参样品检测数据

样品名称	水发海蜇	水发海蜇	水发海蜇	水发海蜇	水发海蜇
样品吸光度	0.0027	0.0012	0.0016	0.0023	0.0053
样品浓度值 (μg/mL)	0.0131	0.0058	0.0077	0.0111	0.0253
收集样品蒸馏液的总体积 (mL)	200	200	200	200	200
样品测定取蒸馏液的体积 (mL)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
样品质量 (g)	10.20	10.18	10.05	10.34	10.11
样品甲醛含量 (mg/kg)	0.26	0.11	0.15	0.21	0.50

表七 测定取蒸馏液的体积变更为 10.0mL 水发海蜇样品检测数据

从表五到表七可知,样品蒸馏液总体积不变,且蒸馏液还是 3.1 检测的蒸馏液不变,变更测定取蒸馏液的体积为 10.0mL,发现样品的吸光度和 3.1 检测的吸光度相差不大,但计算结果差距很大。测得 12 个样品的甲醛含量均小于该方法检出限 0.50 mg/kg,说明该 12 个样品均未检出甲醛;有 3 个样品的甲醛含量均大于该方法检出限 0.50 mg/kg,说明该 3 个样品均检出甲醛。该结论和本文 3.1 的结论不符。

3.3 将上述 15 个样品重新称样蒸馏,检测时样品收集蒸馏液总体积变为 100mL,样品测定取蒸馏液的体积变更为 10.0mL,检测各样品中甲醛含量为如下各表:

从表八到表十可知,样品重新称样蒸馏,样品收集蒸馏液总体积变更为 100mL,样品测定取蒸馏液的体积变更为 10.0mL,发现样品的吸光度和 3.1 检测的吸光度相差不大,但计算结果差距很大。测得 15 个样品的甲醛含量均小于该方法检出限 0.50 mg/kg,说明该 15 个样品均未检出甲醛,该结论和本文 3.1 的结论截然相反。



样品名称	水发海带 1	水发海带 2	水发海带 3	水发海带 4	水发海带 5
样品吸光度	0.0020	0.0046	0.0019	0.0023	0.0096
样品浓度值 (μg/mL)	0.0096	0.0223	0.0092	0.0111	0.0465
收集样品蒸馏液的总体积 (mL)	100	100	100	100	100
样品测定取蒸馏液的体积 (mL)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
样品质量 (g)	10.28	10.15	10.43	10.95	10.34
样品甲醛含量 (mg/kg)	0.093	0.22	0.088	0.10	0.45

表八 蒸馏液总体积 100mL 测定取蒸馏液的体积 10.0mL 水发海带样品检测数据

样品名称	水发海参 1	水发海参 2	水发海参 3	水发海参 4	水发海参 5
样品吸光度	0.0009	0.0011	0.0021	0.0015	0.0018
样品浓度值 (μg/mL)	0.0044	0.0053	0.0102	0.0073	0.0087
收集样品蒸馏液的总体积 (mL)	100	100	100	100	100
样品测定取蒸馏液的体积 (mL)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
样品质量 (g)	10.23	10.65	10.28	10.06	10.47
样品甲醛含量 (mg/kg)	0.043	0.050	0.099	0.073	0.083

表九 蒸馏液总体积 100mL 测定取蒸馏液的体积 10.0mL 水发海参样品检测数据

样品名称	水发海蜇	水发海蜇	水发海蜇	水发海蜇	水发海蜇
样品吸光度	0.0029	0.0014	0.0018	0.0025	0.0051
样品浓度值 (μg/mL)	0.0140	0.0068	0.0087	0.0121	0.0247
收集样品蒸馏液的总体积 (mL)	100	100	100	100	100
样品测定取蒸馏液的体积 (mL)	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
样品质量 (g)	10.28	10.40	10.13	10.18	10.73
样品甲醛含量 (mg/kg)	0.14	0.065	0.086	0.12	0.23

表十 蒸馏液总体积 100mL 测定取蒸馏液的体积 10.0mL 水发海蜇样品检测数据

4 结论

使用 SC/T 3025-2006《水产品中甲醛的测定》中的分光光度定量分析法对 15 个样品检测试验发现, 当检测样品的吸光度值均小于 0.01A 时, 取收集样品蒸馏液的总体积 200mL, 样品测定取蒸馏液的体积为 1.00mL, 检测结果为不合格; 当取收集样品蒸馏液的总体积为 100mL, 样品测定取蒸馏液的体积为 10.0mL, 检测结果为合格。研究发现水发产品甲醛检测时改变样品收集蒸馏液总体积、样品测定取蒸馏液体积, 检测结论截然不同。因此, 检测机构在水发产品中检出甲醛就认定该产品不合格不够严谨, 建议参考本文研究结论做判断。■

参考文献:

- [1] 中华人民共和国农业部. SC/T 3025-2006 水产品中甲醛的测定 [S]. 中国标准出版社, 2006.
- [2] 孙小砚, 张玮晨, 李洪芹等. 水发产品中甲醛的检测方法 [J]. 山东化工, 2019, (48): 90-91.
- [3] 李娟, 陈斌, 游京晶, 郭杨. 水产品及其水发产品中甲醛含量本底值的调查研 [J]. 现代食品, 2018,(24):190-196.
- [4] 姚亚东. 浅谈水产品中甲醛对人体的危害 [J]. 中国动物检疫, 2004,21 (1): 28.
- [5] 陈宏靖, 刘富强. 市售水发水产品中甲醛含量调查与分析 [J]. 中国卫生检验杂志, 2009, 19 (11): 2660-2661.
- [6] 戈树人. 海水产品甲醛本底值调查分析 [J]. 海峡预防医学杂志, 2008, 14 (1): 63-64.
- [7] 李荣华, 安莎, 卢旭等. 食品中残留甲醛问题探讨 [J]. 食品安全导刊, 2015 (21): 161-162.

