

DOI: 10.13718/j.cnki.xdzk.2024.05.012

吴竹莲, 申佳禾. 基于 ICP-OES 评估口服抗糖产品中金属元素健康风险 [J]. 西南大学学报(自然科学版), 2024, 46(5): 130-135.

基于 ICP-OES 评估口服抗糖产品中 金属元素健康风险

吴竹莲, 申佳禾

西南大学 化学化工学院, 重庆 400715

摘要: 以口服抗糖产品为研究对象, 建立电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES), 同时测定样品溶液中铬、镁和锌含量。结果表明, 在一定浓度范围内, 各元素线性相关系数均为 0.999 9, 平均加标回收率为 88.21%~97.95%; 检出限为 0.000 6~0.003 3 $\mu\text{g/mL}$, 精密度为 0.25%~0.55%; 表明该方法简便、准确, 精密度高。同时, 依据国家相关标准的规定对测试结果进行分析, 得到 3 种金属元素的健康风险评估, 其含量均在安全范围之内, 并给出了饮用建议, 即需注意铬的总摄入量。

关键词: 电感耦合等离子体发射光谱法; 抗糖产品; 金属元素;
健康风险评估

中图分类号: O657.31; R155.5⁺9

文献标志码: A

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



文章编号: 1673-9868(2024)05-0130-06

Evaluation of Health Risks of Metal Elements in an Anti-sugar Product Based on ICP-OES

WU Zhulian, SHEN Jiahe

School of Chemistry and Chemical Engineering, Southwest University, Chongqing 400715, China

Abstract: In this paper, an inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) method was established for the simultaneous determination of chromium, magnesium, and zinc in an oral antisugar product. In a certain concentration range, the linear correlation coefficients of each element were 0.999 9, and the average recoveries ranged from 88.21% to 97.95%. The detection limit was between 0.000 6 and 0.003 3 $\mu\text{g/mL}$, and the precision was between 0.25% and 0.55%, indicating that the method was simple, accurate and high precision. At the same time, the test results were analyzed according to the provi-

收稿日期: 2023-12-07

基金项目: 国家自然科学基金青年科学基金项目(22201235); 重庆市高等教育教学改革研究项目(233077); 重庆市自然科学基金面上项目(cstc2021jcyj-msxmX0278).

作者简介: 吴竹莲, 硕士, 实验师, 主要从事环境和食品安全检测研究.

sions of relevant national standards, and the health risk assessment of the three metal elements was obtained, and the advice was given for taking this product.

Key words: inductively coupled plasma optical Emission spectroscopy; oral antisugar products; metal elements; health risks assessment

糖化反应是蛋白质或脂质分子上附加糖类分子, 产生糖基化终产物 AGEs 的过程. 研究发现, AGEs 正是皮肤衰老的加速器, 随着年龄增长, AGEs 聚集堆积, 导致皮肤松弛、黯淡发黄、长痘粗糙、出现皱纹等^[1]. 近年来, 随着“戒糖、抗糖”概念的流行, 各种抗糖产品在美容界掀起了热潮, 受到爱美人士的追捧. 它们都是通过活性成分作用, 减少身体内糖化反应, 或者快速代谢掉糖化产物, 达到美白皮肤、淡斑和减缓衰老等功效.

选取市面上流行的某口服抗糖产品(非食健类)作为研究对象, 成分表显示其含有铬(Cr)、镁(Mg)和锌(Zn), 它们是参与生命活动、维持生命健康不可或缺的金属元素. 在此产品中, Cr 元素协同生物素切断蛋白质和糖分的结合, 降低血液中的含糖量, 以达到减少 AGEs 的作用; Mg 元素参与调节皮肤细胞 DNA 修复所需要的酶, 促进分解身体中的 AGEs; Zn 元素促进机体内新陈代谢过程, 加速 AGEs 代谢. 因此, Cr, Mg 和 Zn 在该产品“抗糖”中起着关键作用, 但若过量摄入也会给人体带来一定的危害, 如高镁血症、锌中毒和铬中毒. 故准确测定该抗糖产品中 Cr, Mg 和 Zn 的含量并对其健康风险进行评估具有重要意义.

目前, 对金属元素的分析检测, 已有较为成熟的方法, 如原子吸收光谱法^[2-3]、电感耦合等离子体发射光谱法^[4-7]、电感耦合等离子体质谱法^[8-9]、原子荧光法^[10-11]等. 其中, 电感耦合等离子体发射光谱法具有分析速度快、灵敏度高、选择性好、线性范围宽、样品消耗量少、可同时对多元素进行定性和定量分析等优点, 常用于食品中金属元素的检测^[12-13].

因此, 本研究利用电感耦合等离子体原子发射光谱仪, 探索建立可靠的分析方法以检测该抗糖产品中 Cr, Mg 和 Zn 的含量. 同时, 分析测试结果与国家标准对比, 判断其含量是否在人体安全范围内, 并给出服用建议^[14].

1 材料与方法

1.1 试验材料

试验所用器材主要有: ThermoFisher ICAP 7000 系列电感耦合等离子体发射光谱仪(赛默飞世尔科技(中国)有限公司); 普利赛斯 Precisa LS120A 电子分析天平 321 系列(上海天美天平仪器有限公司); 集热式恒温加热磁力搅拌器 DF-101(海予英仪器有限公司); 超纯水机(重庆博创水处理设备有限公司).

三价 Cr, Mg, Zn 单元素溶液标准物质质量浓度均为 1 000 mg/L, 标准物质编号分别为 BW20203-1000-50, GBW(E)082779, GBW(E)082778, 坛墨质检科技股份有限公司生产; 超纯水; 浓硝酸优级纯; 抗糖产品有两种口味, 样品 1 为莓果味, 样品 2 为菠萝味.

1.2 试验方法

1.2.1 标准溶液配置

Cr 标准中间液(1 000 $\mu\text{g/L}$): 准确量取 0.1 mL Cr 标准溶液于 100 mL 容量瓶中, 用 5% 稀硝酸定容.
Mg 标准中间液(100 $\mu\text{g/mL}$): 准确量取 10 mL Mg 标准溶液于 100 mL 容量瓶中, 用 5% 稀硝酸定容.
Zn 标准中间液(20 $\mu\text{g/mL}$): 准确量取 2.0 mL Zn 标准溶液于 100 mL 容量瓶中, 用 5% 稀硝酸定容.
标准工作溶液配置: 用 5% 稀硝酸溶液逐级稀释 3 种元素标准中间液, 配制 Cr 元素质量浓度为 0.03, 0.04, 0.05, 0.08 和 0.15 $\mu\text{g/mL}$; Mg 元素含量为 5.0, 10, 15, 20 和 30 $\mu\text{g/mL}$; Zn 元素含量为 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 和 3.0 $\mu\text{g/mL}$ 的系列混合标准工作溶液.

1.2.2 样品前处理

精确称量 1.007 g 样品 1 和 1.004 g 样品 2 于两个干净烧杯中, 加入 38 mL 浓硝酸, 搅拌至几乎溶解,

继续在加热台上加热搅拌 5 min, 至淡黄色澄清透明溶液, 转移至 500 mL 容量瓶中, 加入超纯水定容即得样品母液. 后续试验所使用的样品溶液, 均由 5% 稀硝酸稀释母液所得.

1. 2. 3 仪器工作条件

为得到准确可靠的测定结果, 保证试验过程在最佳状态下进行, 对仪器的测定条件进行优化, 最终确定 ICP-OES 仪器工作条件如表 1 所示.

表 1 ICP-OES 工作参数

参数	参数值	参数	参数值
泵速	50 r/min	雾化器气体流量	0. 5 L/min
射频功率	1 150 W	冷却气流量	12 L/min
辅助气流量	0. 5 L/min	垂直观测高度	12 mm

2 结果与分析

2. 1 元素分析谱线选择

根据 ICP Expert 谱线库提供的分析谱线优先顺序和潜在的干扰, 应选择灵敏度高并能避开谱线重叠的波长为分析谱线^[15]. Cr 和 Mg 的高灵敏分析谱线较接近, 需通过试验确定其是否存在干扰, Cr 选择 267. 716 nm 和 283. 563 nm, Mg 选择 279. 533 nm, 280. 270 nm 和 285. 213 nm, Zn 元素选最强谱线 213. 856 nm 进行探索试验. 综合考虑干扰和信号强度因素, 分析试验结果, 最终选择各元素分析波长为 Cr 267. 716 nm, Mg 279. 553 nm, Zn 213. 856 nm. 在选定的波长下, 各元素信号强度高且谱线互不干扰.

2. 2 方法的稳定性考察

为了评价该试验方法长时间分析的稳定性, 对同一样品溶液每隔 10 min 进行一次检测, 一共检测 18 次, 分析元素在 180 min 内的测定浓度变化, 如图 1 所示. 可以看出, 各元素浓度变化很小, 表明该方法在长时间分析过程中稳定性好.

2. 3 方法的线性和检出限

利用选定的分析波长和仪器工作条件, 建立分析元素的标准曲线. 将空白溶液重复测定 11 次, 以各个元素检测结果的 3 倍标准偏差, 对应为各元素的仪器检出限^[16], 详细结果见表 2. 由表 2 可见, Cr, Mg 和 Zn 的线性回归方程相关性系数 r 为 0. 999 9, 表明该方法具有良好的线性关系. 各元素检出限为 0. 000 6~0. 003 3 $\mu\text{g/mL}$, 说明本研究方法有较高的检测灵敏度.

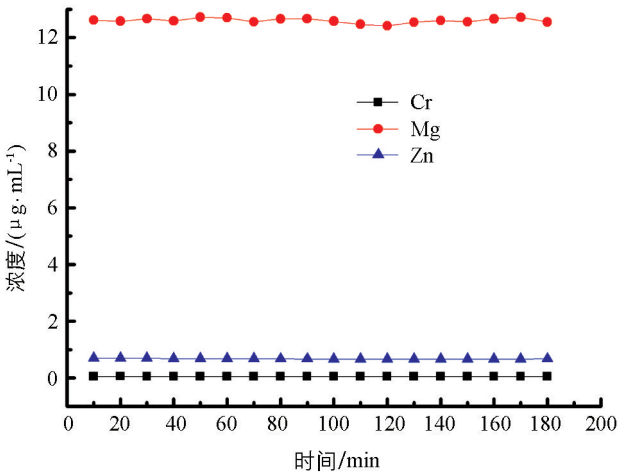


图 1 样品溶液中 Cr, Mg 和 Zn 元素的检测浓度随时间变化图

表 2 3 种元素的线性方程及方法检出限

元素	线性方程	相关系数(r)	线性范围/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	检出限/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$
Cr	$y=9.965\ 35+1\ 086.406\ 25x$	0. 999 9	0. 03~0. 15	0. 003 3
Mg	$y=10\ 325.933\ 33+50\ 700.04x$	0. 999 9	5. 0~30	0. 000 6
Zn	$y=13.239\ 59+1\ 162.568\ 69x$	0. 999 9	0. 5~3. 0	0. 001 1

2. 4 测定方法的精密度

采用同样的方法对混合标准溶液重复测定 6 次, 测定结果列于表 3, 并对检测结果进行计算处理, 得到各元素的相对标准偏差(RSD)为 0. 25%~0. 55%. 结果表明, 本研究方法的重复性较好, 其精密度满足分析要求.

表 3 方法的精密度试验

元素	质量浓度/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)						RSD/
	重复 1	重复 2	重复 3	重复 4	重复 5	重复 6	%
Cr	0.0707	0.0701	0.0705	0.0705	0.0708	0.0712	0.38
Mg	18.70	18.84	18.90	18.85	18.80	18.83	0.25
Zn	1.851	1.856	1.861	1.879	1.872	1.879	0.55

2.5 重复性试验

为了评价方法的准确性和可靠性,对样品进行重复性试验,每种样品设置 3 份平行样,测定结果如表 4 和表 5 所示.同时利用检测平均值计算相对标准偏差,结果为 0.13%~1.07%,说明该检测方法偏差小,试验数据可信度高,可重复性强.

表 4 样品 1 重复性试验

元素	质量浓度/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)				RSD/
	重复 1	重复 2	重复 3	平均值	%
Cr	0.060 6	0.059 1	0.060 0	0.059 9	0.89
Mg	12.76	12.76	12.91	12.81	0.52
Zn	0.722 2	0.725 0	0.721 1	0.722 8	0.21

表 5 样品 2 重复性试验

元素	质量浓度/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)				RSD/
	重复 1	重复 2	重复 3	平均值	%
Cr	0.046 7	0.047 4	0.048 2	0.047 4	1.07
Mg	11.81	11.78	11.82	11.80	0.13
Zn	1.289	1.319	1.295	1.301	0.92

2.6 回收率测定

选取样品 1 进行回收率试验,结果见表 6,在低、中、高 3 个加标水平下,Cr 元素平均加标回收率为 88.21%,Mg 元素平均加标回收率为 97.95%,Zn 元素的平均加标回收率在 94.47%.结果均符合《实验室质量控制规范 食品理化检测》(GB/T 27404—2008)中要求的加标回收率范围,说明该分析方法准确度高,能满足实际检测需要^[17].

表 6 加标回收试验

元素	样品含量/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	加标量/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	检出量/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	加标回收率/ %	平均加标回收率/ %
Cr	0.059 9	0.04	0.094	84.50	88.21
		0.06	1.136	89.50	
		0.08	1.324	90.63	
Mg	12.81	10	22.70	98.90	97.95
		12	24.60	98.25	
		14	26.26	96.07	
Zn	0.722 8	0.5	1.177	90.85	94.47
		0.7	1.404	97.32	
		0.9	1.580	95.25	

2.7 样品分析结果

根据重复性试验结果,分别计算单袋(2 g)样品 1 和样品 2 中 Cr,Mg 和 Zn 的含量,结果见表 7.样品 1

中 Cr、Mg 和 Zn 元素含量分别为 0.119, 25.4, 1.44 mg/袋; 样品 2 中 Cr、Mg 和 Zn 元素含量分别为 0.094 4, 23.5, 2.59 mg/袋.

表 7 样品中元素含量分析

元素	样品 1		样品 2	
	质量浓度/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	单袋含量/($\mu\text{g} \cdot \text{袋}^{-1}$)	质量浓度/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	单袋含量/($\mu\text{g} \cdot \text{袋}^{-1}$)
Cr	0.059 9	118.96	0.047 4	94.47
Mg	12.810 0	25 439.38	11.800 0	23 524.27
Zn	0.722 8	1 435.41	1.301 0	2 592.93

3 讨论

3.1 抗糖产品里 Cr 元素健康风险评价

由试验结果可得, 样品 1 中 Cr 元素含量约为 120 μg /袋, 样品 2 所对应的含量为 94 μg /袋. 根据产品包装上的使用说明: 成人每天最大剂量为两袋, 舌尖含服或倒入 250~600 mL 水后搅拌均匀、充分溶解后服用, 即每日最大服用量约为 188~240 μg .

中华人民共和国卫生行业标准《中国居民膳食营养素参考摄入量第 3 部分: 微量元素》(WS/T 578.3—2017)规定了三价 Cr 元素的适宜摄入量: 14 岁以上男女为 30 $\mu\text{g}/\text{d}$ (孕妇除外), 但没有规定可耐受的最高摄入量^[18]. 中国营养学会发布的《中国居民膳食营养素参考摄入量》中规定了 Cr 元素的安全最大可耐受剂量, 即成年人 500 $\mu\text{g}/\text{d}$ ^[19].

由以上分析可知, 该抗糖产品里 Cr 含量虽超过现行国家卫生标准中成人每日适宜摄入量, 但仍在最大限量之下. 日常饮食中, 如果服用此类抗糖产品, 需留意摄入 Cr 元素的总量, 谨慎服用并对自身健康状况多加观测, 如果身体出现异常, 应立即停止服用, 如情况严重, 需及时就医.

3.2 抗糖产品里 Mg 元素健康风险评价

Mg 元素是人体所需的常量元素, 中华人民共和国卫生行业标准《中国居民膳食营养素参考摄入量第 2 部分: 常量元素》(WS/T 578.2—2018)中规定了 Mg 元素的平均需要量(Estimated Average Requirement, EAR; 群体中各个体营养素需要量的平均值)和推荐摄入量(Recommended Nutrient Intake, RNI; 可以满足某一特定性别、年龄及生理状况群体中绝大多数个体需要的营养素摄入水平): 18 周岁以上, 65 周岁以下人群(孕妇除外)Mg 元素 EAR 为 280 mg/d, RNI 为 330 mg/d ^[20].

经计算可得, 产品 1 中 Mg 元素含量约为 25.4 mg/袋, 产品 2 中 Mg 元素含量约为 23.5 mg/袋, 根据产品服用说明, Mg 的摄入量为 23.5~50 mg/d, 远低于 RNI 值(330 mg/d). 故本产品可作为成年人日常生活中的补镁剂, 能够适当补充身体所需的 Mg 元素.

3.3 抗糖产品里 Zn 元素健康风险评价

本产品里, Zn 是以葡萄糖酸锌的形式存在, 我国常用葡萄糖酸锌作为营养强化剂, 治疗由于缺锌所引起的营养不良、口腔溃疡和儿童生长发育迟缓等. 我国卫生行业标准 WS/T 578.3—2017 对不同年龄段男女性 Zn 元素 RNI 参考量做了规定: 14 岁到 18 岁男性, Zn 元素 RNI 为 12 mg/d, 18 岁以上男性为 12.5 mg/d; 14 周岁到 18 周岁女性, RNI 值为 8.5 mg/d, 18 周岁以上女性(孕妇除外) RNI 值为 7.5 mg/d. 同时, 该标准明确规定了 Zn 元素的可耐受最高摄入量 (tolerable upper intake level, UL; 平均每日可以摄入营养素的最高量): 14 周岁到 18 周岁青年, Zn 元素 UL 值为 35 mg/d; 18 周岁以上个体(孕妇除外)Zn 元素 UL 值为 40 mg/d.

分析检测结果可知, 产品 1 Zn 元素含量约为 1.44 mg/袋, 产品 2 Zn 元素含量约为 2.59 mg/袋, 根据每日推荐服用量, 日服用 Zn 元素量为 1.4~5.2 mg, 低于 RNI 值(7.5~8.5mg/d), 故严格按照说明服用, 该产品中 Zn 元素不会带来健康风险.

4 结论

本研究建立 ICP-OES 法同时测定口服抗糖产品中 Cr、Mg 和 Zn 元素含量。该方法线性关系好、准确度和精密度高, 简便快捷。同时, 基于国家标准评估 3 种元素的健康风险, 其含量均在安全范围之内, 但饮用该产品时需注意 Cr 的总摄入量。本研究对于评价此类产品的健康风险, 提供了思路和科学依据。

参考文献:

[1] 潘丹峰. 抗糖等于抗衰老? [J]. 健康中国观察, 2021, 1(1): 96-96.

[2] DUYCK C, MIEKELEY N, PORTO DA SILVEIRA C L, et al. The Determination of Trace Elements in Crude Oil and Its Heavy Fractions by Atomic Spectrometry [J]. Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy, 2007, 62(9): 939-951.

[3] 张金生, 李丽华. 微波消解试样-火焰原子吸收光谱法测定原油和渣油中铁、镍和铜 [J]. 理化检验-化学分册, 2007, 43(12): 1065-1067.

[4] 彭辉. 电感耦合等离子体原子发射光谱法同时测定地表水中的微量铅、铬、钴、铁、锰 [J]. 化学分析计量, 2018, 27(3): 89-91.

[5] ZHAO L L, ZHONG S X, FANG K M, et al. Determination of Cadmium(II), Cobalt(II), Nickel(II), Lead(II), Zinc (II), and Copper(II) in Water Samples Using Dual-Cloud Point Extraction and Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometry [J]. Journal of Hazardous Materials, 2012, 206(12): 239-240.

[6] 张胜帮, 郭玉生. ICP-AES 法测定干姜中多种微量元素的研究 [J]. 食品科学, 2005, 26(9): 395-397.

[7] 冯凤, 刘婧, 陶曦东. 电感耦合等离子体-原子发射光谱法同时测定铝合金中 9 种元素 [J]. 化学分析计量, 2020, 29(1): 87-90.

[8] 侯敏, 李志, 孙啸涛, 等. ICP-MS 直接进样法测定白酒中 24 种金属元素 [J]. 中国食品学报, 2017, 17(5): 239-246.

[9] 王倩, 直俊强, 石奥, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法同时测定土壤中 11 种金属元素 [J]. 中国无机分析化学, 2021, 11(1): 7-11.

[10] 严腊梅, 赵静, 汪地强. 微波消解-原子荧光光谱法测定白酒中的总砷 [J]. 酿酒科技, 2009(5): 107-109.

[11] 唐莲仙, 吴晓, 郑绍成. 氢化物发生-原子荧光光谱法测定白酒中的痕量铅 [J]. 化学分析计量, 2008, 17(2): 34-36.

[12] 阮桂色. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)技术的应用进展 [J]. 中国无机分析化学, 2011, 1(4): 15-18.

[13] 杨红本, 杨凡, 胡赠彬, 等. 食品中无机元素分析方法研究进展 [J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(10): 3935-3943.

[14] 李秀林, 田先娇, 田孟华, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定胡蜂酒中无机元素 [J]. 中国无机分析化学, 2022, 12(1): 155-162.

[15] 李爱阳, 陈宇, 殷子懿, 等. 糙米中多元素的原子发射光谱快速分析 [J]. 食品与发酵工业, 2023, 49(5): 275-281.

[16] 高若梅, 刘鸿皋. 检出限概念问题讨论——IUPAC 及其它检出限定义的综合探讨和实验论证 [J]. 分析化学, 1993, 21(10): 1232-1236.

[17] 国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 实验室质量控制规范 食品理化检测: GB/T 27404—2008 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.

[18] 国家卫生和计划生育委员会. 中国居民膳食营养素参考摄入量 第 3 部分: 微量元素: WS/T 578.3—2017 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.

[19] 中国营养学会. 中国居民膳食营养素参考摄入量: 2013 版 [M]. 北京: 科学出版社, 2014.

[20] 国家卫生健康委员会. 中国居民膳食营养素参考摄入量 第 2 部分: 常量元素: WS/T 578.2—2018 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2018.