

doi: 10. 20236/j. CJIAC. 2025. 03. 015

王一鸣, 刘丽萍, 刘洋, 等. 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定红糖中无机元素及其分析评价[J]. 中国无机分析化学, 2025, 15(3): 433-440.

WANG Yiming, LIU Liping, LIU Yang, et al. Determination of Inorganic Elements in Brown Sugar by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) and Its Analysis Evaluation[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2025, 15(3): 433-440.

电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定 红糖中无机元素及其分析评价

王一鸣^{1,2} 刘丽萍^{1,2*} 刘洋¹ 陈绍占¹ 周天慧¹ 李乾玉^{1,2} 张晶¹

(1. 北京市疾病预防控制中心, 食物中毒诊断溯源技术北京市重点实验室, 北京 100013;

2. 首都医科大学 公共卫生学院, 北京 100069)

摘要 为了解红糖中多元素含量及分布情况, 采用微波消解技术进行样品前处理, 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定红糖中31种元素, 并对红糖中无机元素进行分析评价。结果表明, 31种元素测定的方法检出限在0.002~0.5 mg/kg, 方法重现性好, 相对标准偏差RSD均小于6%, 不同元素加标回收率在80.0%~120%, 有证标准物质测定结果符合要求, 方法准确可靠, 适用于红糖中无机元素的测定。通过分析不同类别红糖的测定结果发现, 以甜菜为原料的红糖中Na含量普遍较高, 甘蔗为原料的红糖中K、Ca、Mg等微量元素含量丰富, 营养价值高; 对红糖中各元素含量的主成分分析结果表明Ca、Sr、Zn、Na等为红糖的特征元素; 安全性评价表明红糖中砷、铅等重金属含量符合食品安全要求。对不同原料来源红糖中元素组成、含量分布特征的研究, 为评价红糖的营养价值与食品安全提供有效依据。

关键词 红糖; ICP-MS; 无机元素; 分析评价

要点

- 建立了微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定红糖中无机元素的方法。
- 系统分析了不同原料来源红糖中元素组成及分布特征。
- 研究表明不同原料红糖中富含Cu、Zn、Fe、Rb等微量元素, 有利于人体健康。

中图分类号: O657.63 文献标志码: A 文章编号: 2095-1035(2025)03-0433-08

红糖是我国居民日常饮食不可或缺的调味品之一, 主要以甘蔗或甜菜为原料, 经过榨汁、熬糖、出糖等工序制成的一种营养价值高的结晶糖^[1]。现代医学研究表明, 红糖及其制品具有健脾暖胃、缓中止痛、活血化瘀、缓解痛经等疗效, 这与红糖中丰富的微量元素含量相关^[2]。近年来红糖也作为一种具有滋补保健的糖制品, 以药用辅料的形式被广泛用在中成药处方中, 诸多研究显示, 红糖富含蛋白质、氨基酸、多酚、黄酮类等营养活性物质, 具有抗氧化、促进生长、保护细胞的功能^[3]; 同时由于富含Fe、Zn、Cu等微量矿物质元素, 常被产妇、经期等女性群体用于益

气补血, 一直以来深受广大消费者青睐。目前我国市售红糖多以甘蔗原料制成, 但在我国北方以甜菜原料制成为主, 由于产地、原料不同, 红糖功效和品质差异也较大^[4]。肖爱玲等^[5]采用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定了红糖中的Fe、Cu、Zn、Mg等14种元素; 陆剑华等^[6]采用电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定了红糖中16种稀土元素, 杨伟等^[7]采用电感耦合等离子体质谱法测定了红糖中Mn、Fe、Co、Cu、Zn、Sr等6种元素, 有研究报道Rb、Sr有预防心脑血管疾病方面的功能^[8], 目前针对红糖中重金属等多元素的研究较少。国际癌症研究

收稿日期: 2024-06-11 修回日期: 2024-10-03

基金项目: 国家重点研发计划项目(2023YFF1105300)

作者简介: 王一鸣, 女, 硕士研究生, 主要从事与健康相关的有害物质和营养成分分析。E-mail: wym05130524@163.com

*通信作者: 刘丽萍, 女, 教授, 主要从事与健康相关的有害物质和营养成分分析。E-mail: llp9312@163.com

机构(IARC)的致癌物清单显示,食物中的Pb、Cd、As具有较强的毒性和致癌作用。长期暴露于高砷环境会对人体造成危害;镉暴露可引发肝、肾、神经、心血管等多器官和组织的功能损伤;铅具有较强的神经毒性,对儿童的中枢神经系统影响较大;摄入重金属会导致机体发生病理变化甚至器官功能失调等,2022年出台的《食品安全国家标准 食物中污染物限量》^[9]对食糖中重金属也作出相关规定,因此对红糖中的Pb、Cd、As等重金属进行分析十分必要。

目前关于食品中无机元素的测定方法主要有原子吸收光谱法(AAS)、原子荧光光谱法(AFS)、电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)^[10]和电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)^[11]。其中AAS和AFS测定元素的种类有限,ICP-OES法的灵敏度有一定局限性,不能满足红糖中重金属的测定要求;ICP-MS法具有线性范围宽、灵敏度高、准确度好的优点,可实现微量元素、痕量元素的同时测定,已广泛用于食品、环境及生物等领域中元素分析^[12]。本研究采用微波消解进行样品前处理,ICP-MS法对红糖中31种无机元素进行测定,涵盖K、Ca、Mg、Fe等营养元素和As、Pb、Cd等重金属元素,通过主成分分析、聚类分析等化学计量学分析了解红糖中元素分布情况,为红糖的质量控制和营养价值提供有效参考。

1 实验部分

1.1 主要样品

购买市售红糖样品共29份。由于市售甜菜红糖品牌相对单一,因此采集的样品数量较少。其中1[#]~20[#]样品为甘蔗红糖,21[#]~29[#]为甜菜红糖。

1.2 仪器与试剂

7700X电感耦合等离子体质谱仪(美国Agilent公司)、电子天平(瑞士Mettler Toledo公司)、TOPEX+微波消解仪(上海屹尧仪器科技发展有限公司)、Milliplus IQ 7015超纯水处理系统(德国MerckmilliPore公司);Sc、Ge、Rh、In、Tb、Lu、Bi内标混合溶液(美国Agilent公司),K、Ca、Na、Mg、Fe、Be、Al、V、Cr、Mn、Co、Ni、Cu、Zn、As、Se、Mo、Ag、Cd、Ba、Pb、Sb、Th、U、Tl混合标准储备溶液(美国Agilent公司),Li、B、Sr、Sn、Rb、Hg单元素标准溶液(中国计量科学研究院);硝酸(德国Merck公司)、过氧化氢(国药集团化学试剂有限公司)。黄豆粉成分分析标准物质GBW10190、胡萝卜标准物质GBW10047。

1.3 实验方法

1.3.1 ICP-MS工作参数

RF入射频率1 550 W、载气(高纯氩气)流速0.65 L/min、补偿气流速0.45 L/min、射频电压1.80 V、采样深度8.0 mm、泵速0.3 r/s。

1.3.2 微波消解程序

按照以下程序:先升温至120℃后保温5 min,再升温至160℃持续10 min,再升温至200℃,保持25 min。

1.3.3 样品前处理

将块状红糖用研钵磨碎后,准确称取0.4 g(精确至0.000 1 g)试样,置于微波消解罐中,加入6 mL HNO₃,按照消解程序进行微波消解。消解完全后用超纯水定容至25 mL,待测。同时做空白实验。

1.4 数据处理

采用Excel 2007、Origin 2021和SPSS 27.0对测得结果进行统计分析。

2 结果与讨论

2.1 线性关系及检出限

1)Be、V、Cr、Co、Ni、Cu、As、Se、Mo、Ag、Cd、Pb、Sb、Th、U、Tl混合标准溶液浓度分别为0.5、1.0、5.0、10.0、50.0、100 μg/L; 2)K、Ca、Na、Mg、Fe混合标准溶液浓度分别为0.05、0.1、0.5、1.0、5.0、10.0、30.0 mg/L; 3)Li、B、Sr、Sn、Rb、Al、Zn、Mn、Ba混合标准溶液浓度分别为1.0、5.0、10.0、50.0、100、300 μg/L; 4)Hg标准溶液浓度分别为0.1、0.5、1.0、3.0 μg/L。31种元素在测定范围内线性较好,相关系数(*r*)均大于0.999。当称样量为0.4 g,定容体积为25 mL时,方法检出限和定量限分别为0.002~0.5和0.006~1.5 mg/kg。

2.2 方法的重现性

通过测定实际样品精密度考察方法的重现性。选择一个红糖样品,同时制备7个样品进行精密度测定,结果见表1,相对标准偏差RSD均小于5%,表明方法精密度良好。

2.3 方法的准确性实验

由于样品中K、Ca、Na等元素含量较高,采用同为植物样品的国家一级标准物质黄豆粉(GBW10190)、胡萝卜(GBW10047)有证标准物质考察方法的准确度,结果见表2。由测定结果可知,有证标准物质的测定结果均在标准值范围内。

对样品中As、Se、Cu、Ni、Pb等微量元素采用加

表1 精密度测定结果

Elements	Determined values							Average values	RSD ^①
	Na	4.43	4.5	4.28	4.44	4.39	4.37	4.35	4.40
Mg	1 724	1 709	1 709	1 719	1 702	1 702	1 734	1 714	0.7
Al	3.69	3.58	3.93	3.68	3.82	3.77	3.71	3.74	3.0
K	12 987	14 637	14 727	14 569	14 408	14 797	14 730	14 408	4.4
Ca	1 581	1 784	1 758	1 740	1 765	1 769	1 800	1 743	4.2
Mn	74.1	74.4	76.8	75.3	75.9	77.9	76.8	75.9	1.8
Fe	52.9	51.3	50.4	49.5	50.6	50.6	51.2	50.9	2.0
Ni	0.264	0.262	0.246	0.247	0.264	0.259	0.26	0.258	2.9
Cu	0.789	0.803	0.796	0.79	0.805	0.81	0.78	0.796	1.3
Zn	5.02	5.09	5.07	4.98	4.96	5.07	5.02	5.03	1.0
Rb	7.55	7.82	7.82	7.87	7.77	7.57	7.98	7.77	2.0
Sr	3.04	3.12	3.05	3.08	3.08	3.05	3.09	3.07	1.0

Note: ^①The unit is %, the same below.

表2 有证标准物质测定结果

Certified reference materials	Elements	Accuracy		RSD ^①
		Standard values	Measured values	
GBW 10190	Na	26±3	26	3.8
	Mg	2 610±110	2 633	2.3
	Al	485	464	5.9
	K	17 900±5 000	18 676	2.7
	Fe	93±6	93	2.2
	Ca	2 020±200	2 134	0.30
GBW 10047	Cr	1.04±0.13	1.18	1.8
	Ni	0.67±0.1	0.68	2.4
	As	0.11±0.02	0.099	1.7
	Se	0.031±0.01	0.031	4.9
	Sr	22±2	23.6	1.1

标回收实验考察方法准确性,结果见表3。由结果可知,不同浓度水平下的加标回收率在80.0%~120%,RSD均小于6%。

2.4 样品含量的测定

对采集的红糖样品中无机元素进行检测,结果见表4。样品中Be、Ag、Sb、Th、U、Hg、Tl的含量均低于定量限,大多数样品中的B、Se、Sn、Ba、Pb、Ni、Mo的含量低于定量限,因此未列出。从测定结果可知,甘蔗红糖中常量元素平均含量排序为K>Ca>Mg>Na>Fe,甜菜红糖中常量元素平均含量排序为Na>K>Ca>Mg>Fe。红糖中K、Ca、Mg、Fe元素整体含量丰富,但不同样品间的差别较大,有文献表明摄入过量的Na会对人体健康造成损害^[13],除了5#样品外,其余甘蔗红糖中Na的平均含量在40 mg/kg左右,从样品采集信息看,该样品产于新西兰,其甘蔗的生长环境与国内差异较大。甜菜红

糖中Na含量远远高于甘蔗红糖。Ca是构成人类骨骼必不可少的一种矿物质^[14],甘蔗和甜菜红糖中的Ca平均含量为2 239和280 mg/kg;甘蔗红糖和甜菜红糖中的Mg平均含量分别为922和26.7 mg/kg,Mg在体内的新陈代谢活动中起着非常重要的作用;Fe是构成血红蛋白的关键元素,参与氧气的转运和储存^[15],甜菜红糖中Fe平均含量为21 mg/kg,甘蔗红糖的Fe平均含量为53 mg/kg,研究表明蔗糖中Fe能很好地改善术后贫血^[16],红糖中的Mg、Fe、Zn含量丰富,与孙晓峰等^[3]研究的义乌红糖中元素分布规律一致。甜菜红糖中营养元素Rb、Sr平均含量均低于1 mg/kg,甘蔗红糖中Rb、Sr的平均含量都在8 mg/kg左右;推测红糖中无机元素含量存在较大差异的主要原因为原料不同。甜菜和甘蔗属于不同的植物科属,甜菜属于藜科,多生长在东北等耐寒地区,甘蔗属于禾本科,多生长在云南、广西等亚热带地区;

表3 加标回收实验

Table 3 Spike recovery experiment ($n=7$)/($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)

Elements	Background	Added	Average	Recoveries ^①	Elements	Background	Added	Average	Recovery ^①
Li	0.042	0.27	0.304	97.0	Rb	0.114	0.27	0.334	91.2
		0.54	0.598	104			0.542	84.1	
Be	-	0.27	0.279	102	Sr	0.428	0.27	0.608	112
		0.54	0.548	101			0.857	102	
Al	0.83	0.54	1.03	87.5	Mo	0.021	0.27	0.273	93.0
		2.7	2.78	82.1			0.681	109	
B	-	0.54	0.311	81.0	Ag	-	0.27	0.226	82.9
		1.6	1.59	98.4			0.573	106	
V	0.015	0.27	0.304	105	Cd	0.046	0.27	0.296	92.4
		0.54	0.58	104			0.535	90.2	
Cr	-	0.27	0.335	119	Sn	-	0.27	0.265	99.5
		0.54	0.823	120			0.521	98.1	
Mn	0.215	0.27	0.477	95.2	Ba	0.595	0.27	0.819	82.5
		0.54	0.753	101			1.1	93.3	
Co	0.079	0.27	0.359	96.5	Pb	0.157	0.27	0.382	83.2
		0.54	0.619	96.2			0.676	95.6	
Ni	0.291	0.27	0.565	102	U	-	0.27	0.27	95.2
		0.54	0.88	108			0.44	84.5	
Cu	0.029	0.27	0.211	93.7	Th	0.012	0.27	0.297	105
		0.54	0.503	92.7			0.594	104	
As	0.038	0.27	0.229	80.1	Sb	-	0.27	0.295	105
		0.54	0.548	93.8			0.573	104	
Se	0.015	0.27	0.197	80.1	Tl	-	0.27	0.234	83.8
		0.54	0.506	90.3			0.531	92.7	

表4 红糖元素含量分析结果

Table 4 Analysis results of brown sugar

/($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)

Samples	Origin	Na	Mg	Al	K	Ca	V	Cr	Mn	Fe	Co	Cu	Zn	Rb	Sr
1 [#]	Jiangsu	11.5	997	7.22	5990	1505	0.020	0.890	8.89	64.4	0.064	0.167	2.69	4.70	2.35
2 [#]	Guizhou	187	557	10.9	8084	928	0.019	-	5.54	24.2	0.039	0.263	1.14	6.68	0.936
3 [#]	Heilongjiang	7.50	408	1.46	5321	887	0.025	0.080	4.18	24.2	0.068	0.134	1.20	3.71	0.803
4 [#]	Heilongjiang	21.6	740	12.6	12188	1839	0.042	-	27.7	26.3	0.151	0.606	2.23	8.83	1.73
5 [#]	New Zealand	2326	860	5.39	17270	12456	0.604	0.321	3.46	86.7	0.396	0.315	-	27.3	124
6 [#]	Yunnan	25.6	1368	9.90	15304	2908	0.022	0.157	22.8	37.9	0.155	0.680	2.43	8.65	1.49
7 [#]	Yunnan	18.1	988	5.72	14799	3076	-	0.118	27.8	34.8	0.109	0.521	3.23	8.51	1.81
8 [#]	Yunnan	73.8	344	9.36	2886	305	0.023	-	29.1	23.9	0.032	0.121	1.15	1.05	3.21
9 [#]	Yunnan	11.8	853	8.52	13422	2674	0.026	0.090	18.9	45.5	0.109	0.547	2.31	12.4	1.83
10 [#]	Guangdong	219	730	1.81	9546	1330	0.029	0.157	6.35	37.7	0.090	0.851	1.99	10.3	0.920
11 [#]	Guangdong	13.3	893	13.5	20026	4300	0.028	-	22.1	46.8	0.051	0.836	2.69	15.8	4.34
12 [#]	Guangxi	90.9	821	8.14	4613	910	-	-	110	41.6	0.153	0.489	4.34	8.76	2.84
13 [#]	Guizhou	10.8	875	20.5	5132	1452	0.049	1.90	9.56	81.2	0.062	0.457	3.22	3.61	2.07
14 [#]	Fujian	7.70	438	1.45	5664	1379	0.022	0.079	9.39	28.6	0.089	0.251	1.72	4.87	0.971
15 [#]	Yunnan	51.3	1363	9.18	15993	3213	-	0.134	32.0	40.9	0.149	0.704	4.20	15.0	1.69
16 [#]	Shandong	2.96	1193	12.2	6859	1977	0.043	0.692	18.1	91.7	0.104	0.310	3.66	5.58	3.25
17 [#]	Guangxi	6.10	713	4.66	10159	2062	0.024	0.101	28.7	25.6	0.123	1.24	3.44	9.08	1.44

续表

Samples	Origin	Na	Mg	Al	K	Ca	V	Cr	Mn	Fe	Co	Cu	Zn	Rb	Sr
18 [#]	Guangxi	1.40	340	4.06	6 123	1 120	0.022	0.082	14.2	11.6	0.069	0.451	1.41	3.94	0.848
19 [#]	Yunnan	1.39	1 284	5.43	11 633	1 743	0.018	0.064	75.9	50.9	0.084	0.796	5.03	7.77	3.07
20 [#]	Guangdong	4.40	1 714	3.74	14 408	2 327	0.020	-	26.7	19.4	0.094	0.541	3.11	12.1	1.32
21 [#]	Heilongjiang	705	28.2	1.56	107	201	0.021	0.160	0.271	11.5	-	0.112	0.932	0.114	0.428
22 [#]	Heilongjiang	837	39.4	1.92	131	392	0.040	0.186	0.289	18.0	-	-	0.754	0.140	0.879
23 [#]	Inner Mongolia	960	33.8	2.17	251	343	0.041	0.791	0.735	34.0	0.008	0.065	0.948	0.163	0.788
24 [#]	Heilongjiang	931	24.3	1.17	317	278	0.028	0.181	0.361	20.3	-	0.026	0.545	0.174	0.649
25 [#]	Inner Mongolia	922	24.2	1.35	310	262	0.028	0.193	0.363	20.3	-	-	0.546	0.169	0.629
26 [#]	Heilongjiang	916	23.5	1.16	304	256	0.027	0.180	0.362	19.4	-	0.029	0.531	0.168	0.592
27 [#]	Heilongjiang	1 047	36.4	2.26	279	375	0.045	0.858	0.804	36.6	0.009	0.056	1.05	0.179	0.861
28 [#]	Heilongjiang	921	24.1	2.28	301	258	0.028	0.282	0.353	20.5	-	0.039	0.501	0.164	0.600
29 [#]	Inner Mongolia	6 109	13.0	0.830	328	157	-	-	0.215	12.0	0.021	-	1.50	0.133	0.162

元素含量与地理环境也密切相关,甜菜红糖多产自北部地区,甘蔗红糖多产自南部地区,此外,加工过程也会带来一定的影响。甘蔗红糖和甜菜红糖中Zn的平均含量相当,Zn是多种人体活化酶的有效成分,能够补血升血,对孕期、哺乳期、经期女性等血液代谢较快的人群不可或缺。有文献^[17]报道铜能够促进血液新陈代谢,甘蔗红糖中Cu含量是甜菜红糖的数十倍,由于甘蔗红糖的Zn、Fe、Cu含量相对较丰富,也许更适合作为女性用于补血、补气的保健制品。

2.5 营养元素评价

红糖中含有人体所需的营养元素,如Ca、Mg等常量元素及Rb、Sr等微量元素,对不同原料红糖样品中K、Ca、Na、Mg、Fe、Rb、Sr等7种元素进行了分析评价,营养元素图谱见图1。由图1可知,甜菜红糖和甘蔗红糖中的营养元素含量差异较大,其中甘蔗红糖中的K、Ca、Mg的平均含量约是甜菜红糖的数十倍,甜菜红糖中Na的平均含量是甘蔗红糖的10倍,虽然甘蔗红糖和甜菜红糖中Fe、Rb、Sr含量没有数量级别的差异,但是由表4可知,甘蔗红糖中Fe、Rb、Sr的含量更为丰富。分析结果表明,不同原料制成的红糖样品中营养元素的含量存在明显差异,甘蔗中含有丰富的营养物质,且绝大多数可以被人体吸收利用^[18],因此甘蔗制成的红糖相比甜菜制成的红糖更适合人体食用。

2.6 安全性评价

GB 2762—2022中规定的元素污染物为Pb、As、Hg、Cr、Cd、Sn、Ni,其中只对食用糖中的Pb和As作出限量规定(≤ 0.5 mg/kg),测定结果表明,大多样品中的Hg、Sn、Ni低于定量限。对样品中

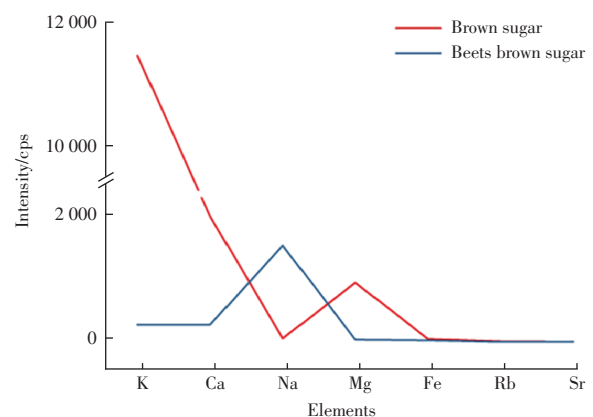


图1 红糖中营养元素图谱

Figure 1 Atlas of nutrients in brown sugar.

Pb、As、Cr、Cd进行安全性评价,结果表明,均低于规定的限量标准。采用单因子污染指数法评价红糖中单项重金属的污染程度,计算公式: $P_i = \frac{C_i}{S_i}$, P_i 为红糖中目标重金属的单因子污染指数, C_i 为红糖中目标重金属的测定含量, S_i 为红糖中目标重金属的限量标准。污染指数的评价等级为 $P \leq 0.7$ 表示安全,未受污染; $0.7 < P \leq 1.0$ 表示处于警戒线; $P > 1.0$ 表示污染^[19]。结果见图2。

由图2可知,29份红糖样品中的Cr、As、Pb、Cd的单因子污染指数均 < 0.7 ,其中As、Pb、Cd的单因子污染指数均 < 0.7 ,处于优良水平,Cr的单因子污染指数 < 0.7 ,处于安全水平,通过计算综合污染指数,红糖样品的综合污染指数为0.424,为安全级别。综上所述,采集的29份市售红糖样品符合我国食糖的重金属安全性的相关规定。

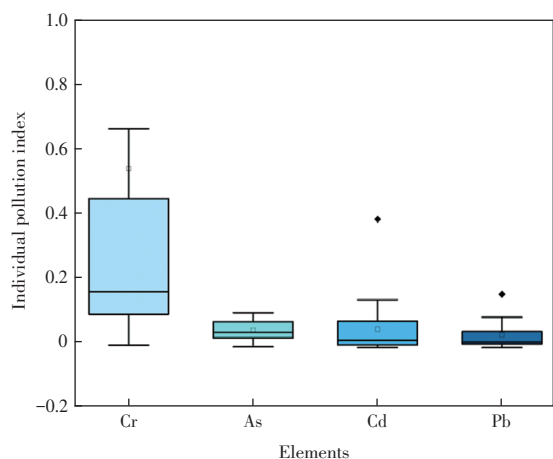


图2 单因子指数箱式图

Figure 2 P_i box diagram.

2.7 主成分分析

采用KMO和Bartlett球形检验,结果表明KMO值为0.607, Bartlett球形检验 <0.001 ,对红糖进行主成分分析,以特征值 >1 为衡量标准。红糖中提取得到3个主成分,特征值依次为5.99、2.30、1.31,累积方差贡献率达到87.23%,得到红糖的3个主成分可以代表实验结果的整体信息,同时对主成分作载荷矩阵分析,结果见表5。第一个主成分特征值为5.99,累积方差贡献率为54.41%,元素Ca、V、Sr、Co在第一主成分上具有较高载荷;第二个主成分的特征值为2.30,累积方差贡献率为75.54%,元素Zn在第二主成分上具有较高载荷;第三个主成分的特征值为1.31,累积方差贡献率为87.23%,Na在第三主成分上具有较高载荷,说明第三主成分主要反映了元素Na的信息,根据各元素在不同主成分上的载荷情况,

表5 红糖主成分载荷矩阵

Table 5 Principle component loading matrix of brown sugar

Elements	Principle component		
	1	2	3
Na			0.982
Mg	0.734	0.523	-0.344
K	0.620	0.532	-0.420
Ca	0.980		
V	0.915	-0.25	0.245
Fe	0.630	0.246	-0.159
Co	0.913	0.192	-0.121
Cu	0.115	0.816	-0.236
Zn		0.940	0.277
Rb	0.848	0.360	-0.220
Sr	0.930	-0.181	0.257

可以确定Ca、V、Sr、Co、Zn、Na为红糖的特征元素。

2.8 聚类分析

以测得的元素含量为指标导入SPSS 27.0软件,选择组间联接的系统聚类方法,默认测量区间为平均欧式距离,对29个红糖样品进行系统聚类,结果见图3。由分析结果可知,当距离为10时,所有样品被分为3类,其中可以明显看出,21[#]~28[#]样品可以聚为一类,其原料均为甜菜。其余的甘蔗红糖并没有完全聚成一类,可能是不同原料的样品个体差异较大;其中5[#]样品与其他样品差异最为明显,由于该样品的产地在新西兰,可能与大多数市售本地红糖有较大差异。

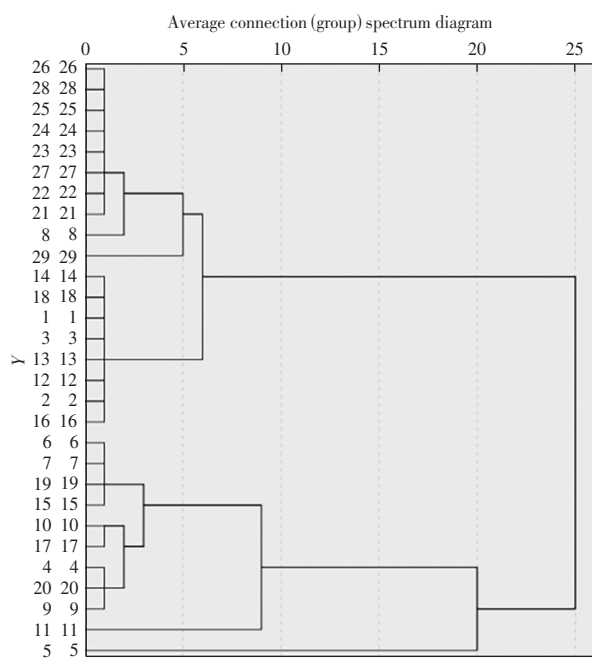


图3 组间联接的谱系图

Figure 3 Pedigree diagram of the joins between groups.

3 结论

对红糖样品进行微波消解处理,ICP-MS测定红糖中31种元素含量,方法准确可靠,适用于红糖中无机元素的测定。通过对29个市售不同类别的红糖样品分析测定显示,甘蔗来源的红糖中K、Ca、Fe、Rb、Sr较丰富,甜菜来源的红糖中Na含量较高;不同原料来源的红糖元素含量有较大差异,主要体现在K、Na、Mg、Ca、Fe、Mn等元素,但不同原料的红糖中均富含Mg、Fe、Cu、Zn等益气补血元素,对人体健康有益;根据主成分分析,红糖的特征元素为Ca、Sr、Zn、Na等;安全性评价结果表明市售红糖中As、Pb、Hg、Cd等重金属含量均低于限量标准。该

研究通过对不同原料红糖中无机元素进行分析研究,为红糖的质量评估和开发利用提供了有力支持。

参考文献

- [1] 吴松海,张树河,李和平,等.福建省红糖产业存在问题及发展对策[J].福建热作科技,2021,46(2):62-65.
WU Songhai, ZHANG Shuhe, LI Heping, et al. Problems and development countermeasures of brown sugar industry in Fujian province[J]. Fujian Hot Work Science & Technology, 2021, 46(2): 62-65.
- [2] 刘泽银,许文,陆斌,等.百年蔗红糖营养品质的综合评价分析[J].现代食品科技,2023,39(10):213-224.
LIU Zeyin, XU Wen, LU Bin, et al. Comprehensive evaluation and analysis of nutritional quality of sucrose brown sugar over a hundred years[J]. Modern Food Science and Technology, 2023, 39(10): 213-224.
- [3] 孙晓峰,陈东昊,郑建珍.义乌红糖中微量元素的测定与补血相关性分析[J].微量元素与健康研究,2020,37(6):45-47.
SUN Xiaofeng, CHEN Donghao, ZHENG Jianzhen. Correlation analysis of determination of trace elements in Yiwu brown sugar and blood supplementation[J]. Trace Elements and Health Research, 2020, 37(6): 45-47.
- [4] 徐灵均,袁义明,胡晓苹.红糖在我国的现状及其与精制砂糖的对比分析[J].食品研究与开发,2017,38(10):209-214.
XU Lingjun, YUAN Yiming, HU Xiaoping. Current situation of brown sugar in China and its comparative analysis with refined granulated sugar[J]. Food Research and Development, 2017, 38(10): 209-214.
- [5] 肖爱玲,平秋婷,郭剑雄,等.电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定红糖中的微量元素[J].广东微量元素科学,2013,20(11):1-5.
XIAO Ailing, PING Qiuting, GUO Jianxiong, et al. Determination of trace elements in brown sugar by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-AES)[J]. Guangdong Trace Element Science, 2013, 20(11): 1-5.
- [6] 陆剑华,范晓明,黄雪影,等.电感耦合等离子体质谱法测定红糖中痕量稀土元素[J].甘蔗糖业,2018(1):45-49.
LU Jianhua, FAN Xiaoming, HUANG Xueying, et al. Determination of trace rare earth elements in brown sugar by inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Sugarcane Sugar, 2018(1): 45-49.
- [7] 杨伟,李蓉,范晓旭,等.稀酸微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定红糖中六种营养元素[J].食品与发酵工业,2021,47(24):261-264.
YANG Wei, LI Rong, FAN Xiaoxu, et al. Determination of six nutrients in brown sugar by microwave digestion of dilute acids and inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Food and Fermentation Industry, 2021, 47(24): 261-264.
- [8] 吴志刚,曹璨. ICP-MS法分析不同培养基培育蛹虫草及制品中23种元素[J].食品与发酵科技,2023,59(3):96-102.
WU Zhigang, CAO Can. Analysis of 23 elements in cordyceps militaris and its products cultivated in different media by ICP-MS[J]. Food and Fermentation Science and Technology, 2023, 59(3): 96-102.
- [9] 国家卫生和计划生育委员会.食品安全国家标准食物中污染物的限量:GB 2762—2022[S].北京:中国标准出版社,2022.
National Health and Family Planning Commission of the PRC. National food safety standards-limit of pollutants in food: GB 2762—2022[S]. Beijing: Standards Press of China, 2022.
- [10] 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.
LI Xiulin, TIAN Xianjiao, TIAN Menghua, et al. Determination of inorganic elements in vespa wine by inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy (ICP-AES)[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2022, 12(1): 155-162.
- [11] 杨永建,夏莎莎,李红华,等.微波消解-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定茶叶中的砷、镉、铜、铅[J].中国无机分析化学,2024,14(12):1611-1616.
YANG Yongjian, XIA Shasha, LI Honghua, et al. Determination of arsenic, cadmium, copper and lead in tea by microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2024, 14(12): 1611-1616.
- [12] 王涛. ICP-MS法在食品多元素分析检测中的应用[J].食品安全导刊,2024(16):166-168.
WANG Tao. Application of ICP-MS method in multi-element analysis and detection of food[J]. Food Safety Guide, 2024(16): 166-168.
- [13] 方柯红,房玥晖,连怡遥,等.我国成年居民胃癌归因于钠摄入过量的发病和死亡负担研究[J].中华疾病控制杂志,2022,26(1):1-6.
FANG Kehong, FANG Yuehui, LIAN Yiyao, et al. Study on the morbidity and mortality burden of gastric cancer attributable to excessive sodium intake in adult residents in China[J]. Chinese Journal of Disease Control & Prevention, 2022, 26(1): 1-6.
- [14] 李奕,程永强,唐宁.肠道中钙和铁相互作用对其吸收影响的研究进展[J].食品科学,2024,45(4):323-35.
LI Yi, CHENG Yongqiang, TANG Ning. Research progress on the effect of calcium and iron interaction on intestinal absorption[J]. Food Science, 2024, 45(4): 323-35.
- [15] 刘程朗.钙、铁、锌对土壤中砷铅人体生物有效性的影响研究[D].济南:山东师范大学,2023.
LIU Chenglang. Study on the effects of calcium, iron and zinc on human bioavailability of arsenic and lead in soil[D]. Ji'nan: Shandong Normal University, 2023.
- [16] 薛鹏,杜斌,孙光权,等.加味归脾汤联合蔗糖铁治疗单侧人工全膝关节置换术后贫血疗效观察[J].现代中西医

- 结合杂志, 2018, 27(31): 3462-3465.
- XUE Peng, DU Bin, SUN Guangquan, et al. Efficacy of Jiaweigui Spleen decoction combined with iron sucrose in the treatment of anemia after unilateral total knee arthroplasty[J]. Journal of Modern Integrative Medicine, 2018, 27(31): 3462-3465.
- [17] 马彦平, 石磊, 何源. 微量元素铁、锰、硼、锌、铜、钼营养与人体健康[J]. 肥料与健康, 2020, 47(5): 12-17.
- MA Yanping, SHI Lei, HE Yuan. Trace elements of iron, manganese, boron, zinc, copper, molybdenum nutrition and human health[J]. Fertilizer and Health, 2020, 47(5): 12-17.
- [18] 李乔仙, 高月娥, 尚德林, 等. 云南甘蔗稍饲用现状及其中青贮营养成分测定[J]. 养殖与饲料, 2011(10): 45-47.
- LI Qiaoxian, GAO Yuee, SHANG Delin, et al. Status quo of sugarcane feeding and determination of nutrient composition of silage in Yunnan[J]. Breeding and Feed, 2011(10): 45-47.
- [19] 侯彦琳, 郝青, 孙秀梅, 等. 苍南近岸海域水产品重金属分布特征及风险评估[J]. 中国无机分析化学, 2024, 14(9): 1255-1263.
- HOU Yanlin, HAO Qing, SUN Xiumei, et al. Distribution characteristics and risk assessment of heavy metals in aquatic products from the coastal area of Cangnan[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2024, 14(9): 1255-1263.

Determination of Inorganic Elements in Brown Sugar by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry (ICP-MS) and Its Analysis Evaluation

WANG Yiming^{1,2}, LIU Liping^{1,2*}, LIU Yang¹, CHEN Shaozhan¹, ZHOU Tianhui¹, LI Qianyu^{1,2}, ZHANG Jing¹

(1. Beijing Key Laboratory of Food Poisoning Diagnosis and Traceability Technology, Beijing Center for Disease Control and Prevention, Beijing 100013, China;

2. School of Public Health, Capital Medical University, Beijing 100069, China)

Abstract In order to understand the content and distribution of multiple elements in brown sugar, 31 elements in brown sugar were determined by microwave digestion technology and inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). The inorganic elements in brown sugar were analyzed and evaluated. The results showed that the detection limit of the 31 elements was in the range of 0.002—0.5 mg/kg, and the method reproducibility was good. The RSD was less than 6%, and the recovery of different elements was in the range of 80.0%—120%. The determination results of the certified reference materials met the requirements. The method was accurate and reliable, and it was suitable for the determination of inorganic elements in brown sugar. Through the analysis of the determination results of different types of brown sugar, it was found that the Na content of brown sugar with sugar beet as raw material was generally high, and the brown sugar with sugarcane as raw material was rich in trace elements such as K, Ca, Mg, etc., and had high nutritional value. The results of principal component analysis of each element in brown sugar showed that Ca, Sr, Zn and Na were the characteristic elements of brown sugar. The safety evaluation showed that the heavy metals such as arsenic and lead in brown sugar met the food safety requirements. This study analyzed the element composition and content distribution characteristics of brown sugar from different raw material sources, which provided an effective basis for effectively evaluating the nutritional value and food safety of brown sugar.

Keywords brown sugar; ICP-MS; inorganic elements; analysis evaluation

HIGHLIGHTS

- 1) A method for the determination of inorganic elements in brown sugar by microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry was established.
- 2) The elemental composition and distribution characteristics of brown sugar from different raw sources were systematically analyzed.
- 3) Studies have shown that brown sugar of different raw materials is rich in trace elements such as Cu, Zn, Fe and Rb, which is beneficial to human health.