

微波消解-石墨炉原子吸收测动物内脏中的铅

1 前言

近年来，随着环境污染的加剧，水质的变差，以及农药和激素在养殖业领域的不规范使用，动物内脏的安全性受到质疑。《GB 5009.12-2017 食品安全国家标准 食品中铅的测定》，本标准规定了食品中铅的含量及检测方法。通过微波消解方法对动物内脏样品进行前处理，有利于石墨炉原子吸收对样品中铅元素含量的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK 微波消解仪，TK-12 赶酸器，分析天平(十万分之一)，原子吸收分光光度计，铅空心阴极灯等



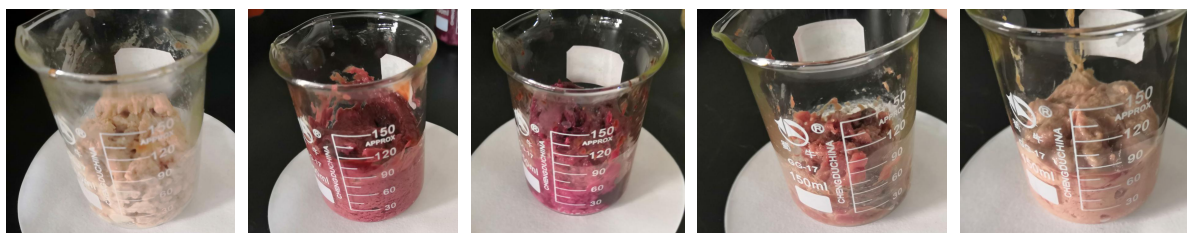
2.2 试剂

硝酸(68%)，过氧化氢(30%)，铅标准溶液(1000mg/L)

3 实验方法

3.1 样品制备

将市场上买来的动物内脏样品，用粉碎机粉碎、混匀后备用



猪肠

猪肝

猪心

鸡胗

羊腰

3.2 微波消解

称取已制备好的样品各取三组，每组质量约为 0.2g (精确至 0.1mg)。

样品名称	质量/g		
	猪肠	0.2029	0.2122
猪肝	0.2248	0.2329	0.2073
猪心	0.2005	0.2009	0.2068
鸡胗	0.2124	0.2021	0.2078
羊腰	0.2046	0.2130	0.2180

将称好的样品，置于消解罐底部，加入 7mL 硝酸，然后将消解罐放置在赶酸器上 120℃ 预处理 30min。预处理结束后，取下消解罐，冷却，再添加 1mL 过氧化氢。静置 10min 左右，待无明显反应后，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	压力/Mpa	升温时间/min	保温时间/min
1	150	2	8	1
2	170	2	2	2
3	190	3	2	15

3.3 赶酸定容

冷却后取出消解罐，在赶酸器上于 150℃ 赶酸至 1mL 左右。消解罐放冷后，将消化液转移至 10mL 容量瓶中，用少量水洗涤消解罐 2 次~3 次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至

刻度,混匀备用。同时做试剂空白试验。

3.4 配制标液

3.4.1 铅标准中间液(1.00mg/L)

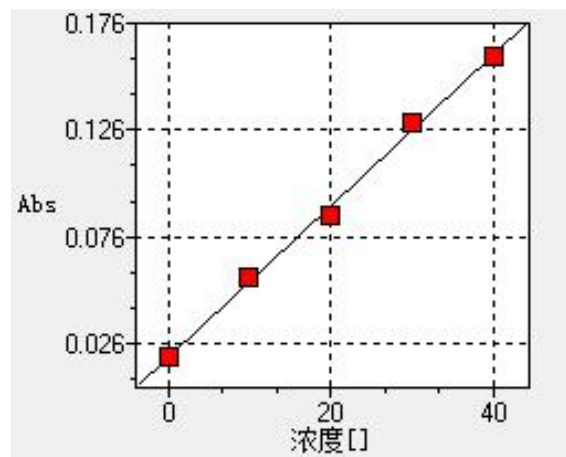
准确吸取铅标准储备液(1000mg/L)1.00mL 于 1000mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5+95)至刻度,混匀。

3.4.2 铅标准系列溶液

分别吸取铅标准中间液(1.00mg/L)0mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL 和 4.00mL 于 100mL 容量瓶中,加硝酸溶液(5+95)至刻度,混匀。此铅标准系列溶液的质量浓度分别为 0 μ g/L、10.0 μ g/L、20.0 μ g/L、30.0 μ g/L 和 40.0 μ g/L。

3.5 标准曲线

波长 283.3nm,光谱带宽 0.4nm,滤波系数 0.1,灯电流 2.0mA。



曲线方程: $[A]=K_1[C]+K_0$

$K_1=0.0035, K_0=0.0194$

线性相关系数: 0.99860

3.6 升温程序

	温度/°C	升温时间 s	保持时间/s	原子化	内气流量
干燥	90	5	10	✘	大
灰化 1	120	5	10	✘	大
灰化 2	500	5	5	✘	大
原子化	1700	0	5	✓	小
清除	1800	0	2	✘	大

4 结果与讨论

4.1 国标中规定了动物内脏中铅的限量指标

食品名称	元素	限量
可食用禽畜下水	铅	0.5

4.2 实验选用的五类样品均可以完全消解，铅的检测结果均低于国标中的限量值

编号	铅含量(mg/kg)
猪肠	0.0570
猪肝	0.2091
猪心	0.0486
鸡胗	0.0249
羊腰	0.0815

4.3 回收率试验

称取已知铅含量且粉碎的猪心样品 3 组，质量约为 0.5 g (精确至 0.1mg)，分别加入 1 μ g/mL 的铅标准溶液 50 μ L，按上述微波消解法进行实验，测定其中的铅含量，结果如下：

编号	样品中 铅含量/ng	标准品 加入量/ng	测得量 /ng	回收率 %	平均回收率 %	RSD %
1	24.5	50	71.29	93.58	95.01	1.51
2	24.7	50	72.21	95.02		
3	24.8	50	73.02	96.44		

加标回收率为 95.01%，测量结果的 RSD=1.51%，表明重复性良好。

参考文献

[1] GB 5009.12-2017 食品安全国家标准 食品中铅的测定

[2] GB 2762-2005 食品中污染物限量

注意事项

样品要尽量粉碎、混匀，选择压力较高的样品作为主控罐。