

微波消解-石墨炉原子吸收测全麦中的铅

1 前言

全麦面是小麦经水洗之后晒干粉碎成面的全天然食品。全麦食物主要是用小麦做成的，也可以用大麦、燕麦等做成。全麦谷粒主要分为三层，包括最外层的糠，及内层的胚芽和内胚子。精制五谷类只有内层，可提供碳水化合物和少量蛋白质，但纤维和其它营养素并不如全麦谷类。为了检测全麦样品中的铅含量，按照《GB 5009.12-2017 食品安全国家标准 食品中铅的测定》微波消解法对全麦样品进行前处理，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-20 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 样品选择

将市场上买来的全麦样品，烘干、粉碎、混匀后备用，另选择 GBW(E)100379 全麦粉中 Cd、Pb 成分分析标准物质作为质控样

3.2 微波消解

称取已制备好的全麦样品与质控样各取三组，每组质量约为 0.3g (精确至 0.1mg)。

样品名称	质量/g		
全麦样品	0.3012	0.3007	0.3014
质控样	0.3025	0.3016	0.3007

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 左右 (待黄烟冒尽)。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	2
2	170	2.5	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。

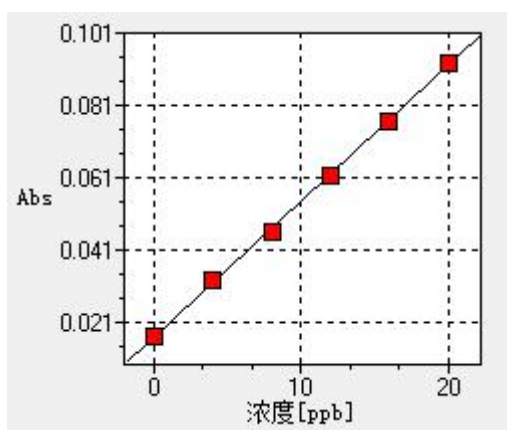
3.4 配制标液

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(1%)至刻度,混匀,即为铅标准中间液。

3.4.2 铅标准系列溶液:分别吸取铅标准中间液(1.00mg/L)适量于100mL容量瓶中,加硝酸溶液(1%)至刻度,混匀。配制成质量浓度分别为0μg/L、4.0μg/L、8.0μg/L、12.0μg/L、16.0μg/L和20.0μg/L的铅标准系列溶液。

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: $[A]=K_1[C]+K_0$

$K_1=0.0038, K_0=0.0170$

线性相关系数: 0.99966

4 实验结果

实验测定样品中的铅含量, 结果如下:

样品名称	检测结果/μg/kg			平均值/μg/kg	RSD/%
全麦样品	141.95	143.75	151.97	145.89	3.66
质控样	212.67	205.13	206.86	208.22	1.90

实验选择全麦样品检测结果为 $145.89\mu\text{g}/\text{kg}$ ，测量结果的 $\text{RSD}=3.66\%$ ；质控样检测结果为 $208.22\mu\text{g}/\text{kg}$ ，回收率 94.65% ，测量结果的 $\text{RSD}=1.90\%$ ，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