

# 测定蜂蜜中的钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、锰、铬、铅和镉含量

AAS-060

**摘要：**参考《GB/T 18932.12-2002 蜂蜜中钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、锰、铬、铅和镉含量的测定方法 原子吸收光谱法》标准，使用原子吸收分光光度法测定了蜂蜜中 11 种元素的含量。实验表明：该方法所得各元素标准曲线线性关系良好，检出限低，回收率高，适合蜂蜜中 11 种元素含量的测定。

**关键词：**蜂蜜 原子吸收 钾 钠 钙 镁 锌 铁 铜 锰 铬 铅 镉

蜂蜜是人们日常生活中最常用的滋补品之一，其营养丰富，除含有维生素、果糖、葡萄糖、氧化酶、还原酶等有机营养物质之外，还富含钙、镁、铜、铁、锌、锰、钾、钠等对人体有益的无机盐，具有滋养、润燥、解毒、润肠通便之功效，具有良好的保健作用。同时，由于环境污染、生产过程污染等原因，还有可能含有铬、铅、

镉等有害元素。

本文参考《GB/T 18932.12-2002 蜂蜜中钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、锰、铬、铅和镉含量的测定方法 原子吸收光谱法》，使用原子吸收光谱法测定了经过微波消解后的蜂蜜中这 11 种元素的含量。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-6880 原子吸收分光光度计

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿包括玻璃器皿和聚四氟乙烯容器（30% 硝酸浸泡 24 小时）；实验所用硝酸为优级纯试剂，过氧化氢为分析纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件和参数

配置 11 种元素的一系列标准溶液，其中钾和钠标准溶液中加入 0.15% 硝酸锂作为电离抑制剂，钙和镁标准溶液中加入 0.1% 氯化铯作为释放剂，实际样品中同样加入相同浓度的硝酸锂和氯化铯。仪器稳定后，按表 1 和表 2 中的仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 火焰法工作条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	燃烧头高度 (mm)	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
K	766.5	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	NON-BGC	1.0	10	2.0	15.0
Na	589.0	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	NON-BCG	0.2	12	1.8	15.0
Ca	422.7	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	BGC-D2	0.7	10	2.0	15.0
Mg	285.2	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	BGC-D2	0.7	8	1.8	15.0
Zn	213.9	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	BGC-D2	0.7	8	2.0	15.0
Fe	248.3	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	9	BGC-D2	0.2	12	2.2	15.0
Cu	324.8	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	BGC-D2	0.7	8	1.8	15.0
Mn	279.5	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	BGC-D2	0.2	10	2.0	15.0
Cr	357.9	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	11	BGC-D2	0.7	10	3.6	15.0

表 2 石墨炉法工作条件

元 素	波长 (nm)	光谱 通带 (nm)	点灯方式	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清洁	
					温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)
Pb	283.3	0.7	BGC-D <sub>2</sub>	10	120	20	700	10	2000	3	2500	2
Cd	228.8	0.7	BGC-D <sub>2</sub>	8	120	20	500	10	2000	3	2400	2

注：样品加标量为 20 μL，并加入 5 μL 30 mg/L 硝酸铈作为基体改进剂

#### 1.4 样品前处理

称取 2.0 g 蜂蜜样品于聚四氟乙烯消解罐中，加入 10 mL 硝酸和 2 mL 30% 过氧化氢，常温下静置 30 min。将消解罐置入微波消解仪内，设定升温程序，使消解温度在 15 min 内升至 200 °C，保持此温度 20 min。待消解液温度降至 50 °C 以后，取出消解罐，将罐内液体转移至 50 mL 聚四氟乙烯烧杯内，以少量水多次冲洗消解罐并转移冲洗液至聚四氟乙烯烧杯内。

将烧杯置于加热板上，于 120 °C 的温度下加热至烧杯内液体体积小于 2 mL 后以 1% 硝酸定容于 100 mL 容量瓶内，容量瓶内同时加入硝酸锂和氯化铯作为电离抑制剂和释放剂，分析时稀释相应倍数检测各元素。

除不称取样品外，按照上诉同样步骤做空白实验。

## 结果与讨论

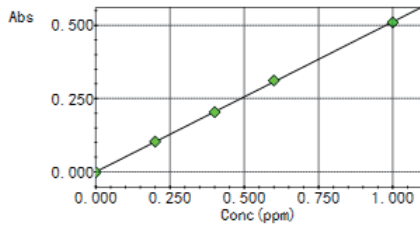
#### 2.1 标准曲线及方程式

依照表 3 中所述，配制 11 种元素的不同浓度标准溶液，以测得的吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，得标准曲线。在各自的浓度范围内，11 种检测元素的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为  $r=0.9991\sim 0.9999$ 。

表 3 各元素标准曲线浓度

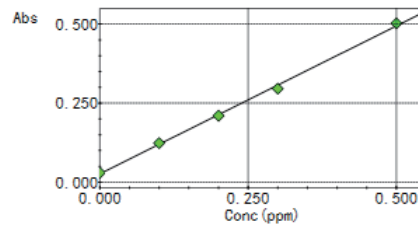
元素	浓度				
K	0	0.2	0.4	0.6	1.0
Na	0	0.1	0.2	0.3	0.5
Ca	0	1.0	2.0	3.0	5.0
Mg	0	0.05	0.10	0.15	0.20
Zn	0	0.2	0.5	0.8	1.0
Fe	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Cu	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Mn	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Cr	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Pb	0	5.0	10.0	15.0	20.0
Cd	0	0.2	0.4	0.6	1.0

注：除 Pb 和 Cd 标准溶液浓度单位为 μg/L 外，其他元素浓度单位均为 mg/L



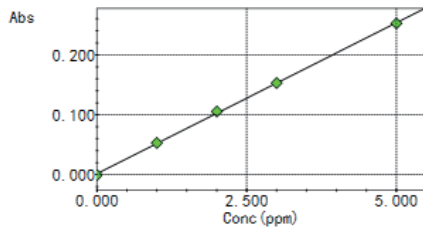
$Abs=0.51205Conc+0.00000$   
 $r=0.9999$

图 1. K 标准曲线



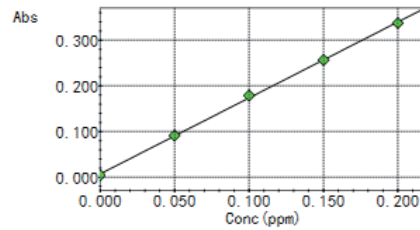
$Abs=0.93700Conc+0.026300$   
 $r=0.9991$

图 2. Na 标准曲线



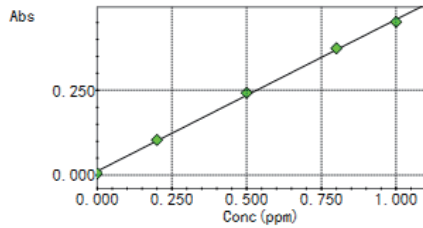
$Abs=0.050412Conc+0.0016932$   
 $r=0.9998$

图 3. Ca 标准曲线



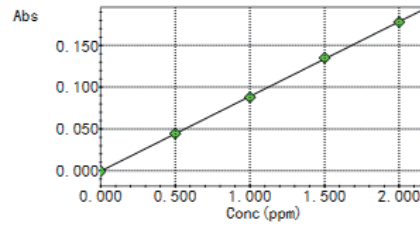
$Abs=1.6640Conc+0.0072800$   
 $r=0.9997$

图 4. Mg 标准曲线



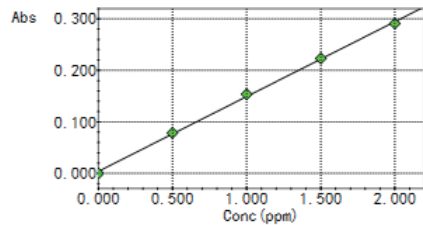
$Abs=0.44731Conc+0.011746$   
 $r=0.9994$

图 5. Zn 标准曲线



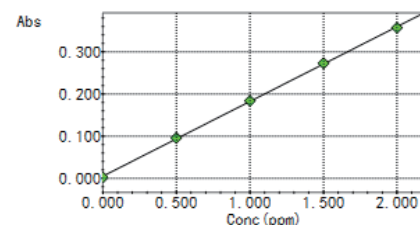
$Abs=0.089600Conc-0.00056000$   
 $r=0.9999$

图 6. Fe 标准曲线



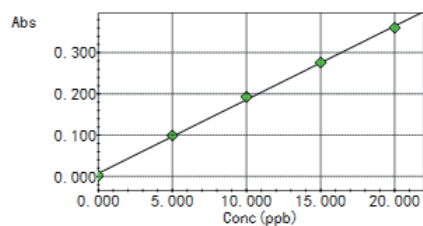
$Abs=0.14538Conc+0.0037800$   
 $r=0.9995$

图 7. Cu 标准曲线



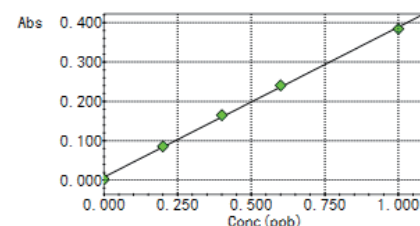
$Abs=0.17728Conc+0.0053200$   
 $r=0.9998$

图 8. Mn 标准曲线



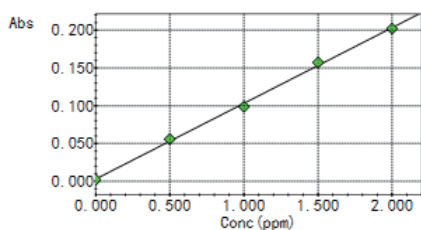
$Abs=0.017866Conc+0.0074800$   
 $r=0.9994$

图 9. Pb 标准曲线



$Abs=0.38118Conc+0.0078797$   
 $r=0.9994$

图 10. Cd 标准曲线



$$\text{Abs} = 0.10012 \text{Conc} + 0.0029800$$

$$r = 0.9991$$

图 11.Cr 标准曲线

## 2.2 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以标准曲线斜率求得各元素的检出限，结果如表 4 所示：

表 4 各元素检出限

元素	K	Na	Ca	Mg	Zn	Fe	Cu	Mn	Cr	Pb	Cd
检出限	0.010	0.024	0.024	0.001	0.003	0.037	0.008	0.007	0.009	0.151	0.005

注：除 Pb 和 Cd 检出限浓度单位为  $\mu\text{g/L}$  外，其他元素浓度单位均为  $\text{mg/L}$

## 2.3 样品检测结果、加标回收率和精密度

对自超市购入的某品牌槐花蜜微波消解定容后稀释一定倍数检测，得样品中 11 种元素含量；样品中加标后，以同样的方法前处理后检测得加标后含量，并计算加标回收率和精密度。

表 5 样品中各元素含量、加标回收率和精密度

元素	样品含量	加标量	检测含量	加标回收率(%)	RSD(% , n=5)
K	491.77	100	576.81	85.0	0.45
Na	58.50	50	108.60	100.2	5.03
Ca	51.85	50	105.51	107.3	0.70
Mg	10.91	10	20.79	98.8	0.69
Zn	N.D.	5	5.54	110.8	0.63
Fe	10.24	10	19.24	90.0	2.79
Cu	N.D.	25	25.09	100.4	0.47
Mn	N.D.	25	27.31	109.2	0.66
Cr	N.D.	25	26.10	104.4	1.83
Pb	31.48	100	123.86	92.4	2.54
Cd	0.38	8	7.00	82.8	1.97

注 1：除 Pb 和 Cd 浓度单位为  $\mu\text{g/kg}$  外，其他元素浓度单位均为  $\text{mg/kg}$

注 2：N.D.表示未检出

## 结论

参考《GB/T 18932.12-2002 蜂蜜中钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、锰、铬、铅和镉含量的测定方法 原子吸收光谱法》这一国家标准，使用原子吸收光谱法测定了蜂蜜中这 11 种元素的含量。实验表明：该方法所得各元素标准曲线线性关系良好，检出限低，回收率高，适合蜂蜜中这 11 种元素含量的测定。