

# 石墨炉原子吸收法测定儿童钙片中的铅、镉含量

AAS-065

**摘要：**本文参考 GB 5009.12-2010《食品中铅的测定》，GB 5009.15 2003《食品中镉的测定》采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了儿童钙片中的铅和镉含量。实验结果表明，铅和镉元素线性关系系数分别为 0.9994 和 0.9991，检出限分别为 1.60  $\mu\text{g/L}$  和 0.01  $\mu\text{g/L}$ ，该方法操作简单，定量准确，适合保健食品的快速消解及微量金属污染物的定量分析。

**关键词：**石墨炉 保健品 钙片 铅 镉

近年来，科学家们认为铅、镉、砷、铬、镍等的一些金属化合物是致癌物，久服后会损伤神经、肾脏和其他器官。比如铅主要对神经、造血系统和肾脏产生危害，损害骨髓造血系统，引起贫血，脑缺氧等。镉可在人体中积累，引起急慢性中毒，使肾功能损伤，破坏骨骼。人体在正常情况下通过新陈代谢及自身免疫功能可以将体内一部分有害物质排出体外，但对于儿童来说，由于肝脏、肾脏发育不完善，免疫力也比成人差，所以

对有毒有害物质耐受性比成年人低。因此对儿童保健品的有害物质的检测更显得尤为重要。GB 2762-2012《食品中污染物限量》标准（2013年6月1日实施）规定，婴儿食品中铅最高限值为 0.3 mg/kg，镉为 0.1 mg/kg，本文参考 GB 5009.12-2010《食品中铅的测定》，GB 5009.15 2003《食品中镉的测定》采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了儿童钙片中的铅和镉含量。

## 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

实验所用器皿均为玻璃材料，用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用  $\text{HNO}_3$  为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

样品研碎后，准确称取 0.5 g 于聚四氟乙烯消解罐内，缓慢加入 8 mL 硝酸，于微波消解炉内进行消解。消解完成后，将消解罐置于电热板上低温加热赶酸至剩约 1 mL，再将消解液转移至 50 mL 容量瓶中，用水定容至刻度。同时做空白实验。

## 结果与讨论

### 2.1 仪器参数

仪器工作条件见表 1。

表 1 工作条件

元素	波长 (nm)	石墨管 类型	灰化		原子化	
			温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	时间 (s)	温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	时间 (s)
Pb	283.3	热解石墨管	700	33	2000	3
Cd	228.8	热解石墨管	500	33	2000	3

表 2 微波消解程序

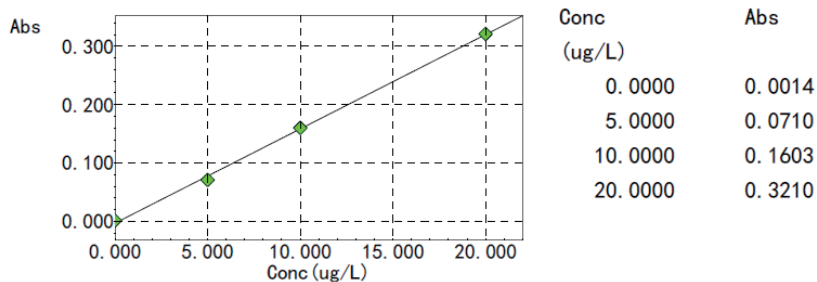
Step	Time(min)	Power(watt)	Temp( $^{\circ}\text{C}$ )
1	5	600	50
2	10	600	80
3	20	600	110

## 2.2 标准曲线

铅、镉标准曲线如下：

表 3 元素标准曲线浓度

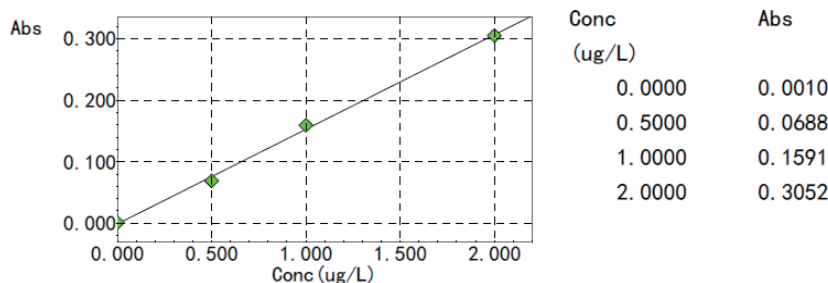
元素	标准曲线浓度(μg/L)			
Pb	0.00	5.00	10.00	20.00
Cd	0	0.50	1.00	2.00



$$\text{Abs}=0.016151\text{Conc}-0.0029000$$

$$r=0.9994$$

图 1 铅元素的标准曲线



$$\text{Abs}=0.15386\text{Conc}-0.0011000$$

$$r=0.9991$$

图 2 镉元素的标准曲线

## 2.5 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，取 3 倍的标准偏差除以斜率求得铅、镉元素在溶液中的检出限分别为 1.60 μg/L 和 0.01μg/L。

## 2.6 测定结果

测定结果及加标回收率见表 4。

表 4 钙片中汞含量结果及加标回收率

测定元素	称量质量 (g)	测定结果 (μg/L)	加标量 (μg/L)	测定值 (μg/L)	回收率 (%)	RSD (%)	样品浓度 (mg/kg)
Pb	0.5003	5.30	10.00	15.43	101.3	3.59	0.53
Cd		0.12	0.30	0.40	93.3	2.53	0.01

## ■ 结论

本文参考 GB 5009.12-2010《食品中铅的测定》，GB 5009.15 2003《食品中镉的测定》采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了儿童钙片中的铅和镉含量。实验结果表明，铅和镉元素线性关系系数分别为 0.9994 和 0.9991，检出限分别为 1.60  $\mu\text{g/L}$  和 0.01  $\mu\text{g/L}$ ，该方法操作简单，定量准确，适合保健食品的快速消解及微量金属污染物的定量分析。