

AA-6880 测定皮蛋中的铜、锌、铅、镉、铬和砷含量

AAS-069

摘要：参考 GB 2749-2003、NY 5143-2002 等相关标准，使用 AA-6880 测定了皮蛋蛋白和蛋黄中 Cu、Zn、Pb、Cd、Cr 和 As 这 6 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，适合皮蛋蛋白和蛋黄中 6 种元素含量的测定。

关键词：皮蛋 原子吸收 铜 锌 铅 镉 铬 砷

皮蛋是我国特有的一种蛋加工食品，在日常生活中深受大家喜爱。然而，如果制作方法不当，有可能会使皮蛋中的铅、镉、铬、砷、铜等重金属元素超标，给食用者带来危害。近期有媒体报道，国内某些皮蛋生产企业使用工业硫酸铜腌制皮蛋，以缩短皮蛋的制作周期。由于工业硫酸铜中砷、铅、镉等重金属含量较高，使得这些皮蛋制品中的重金属含量超过相关标准。《GB

2749-2003 蛋制品卫生标准》和《NY 5143-2002 无公害食品 皮蛋》等相关标准中均对这些重金属元素的含量做了详细的规定。

本文参照相关标准，采用微波消解的前处理方法，使用 AA-6880 检测了皮蛋蛋白和蛋黄中的铜、锌、铅、镉、铬和砷含量。

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，

实验用水为超纯去离子水。

1.3 仪器条件和参数

配制 6 种元素的一系列标准溶液，开机待仪器稳定后，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)
Cu	324.8	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.7	8	1.8	15.0
Zn	213.9	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.7	8	2.0	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-D2	10	120	20	700	10	2000	3	2500	2
Cd	228.8	0.7	BGC-D2	8	120	20	500	10	2000	3	2400	2
Cr	357.9	0.7	BGC-D2	10	120	20	800	10	2300	3	2500	2
As	193.7	0.7	BGC-D2	12	120	20	600	10	2200	3	2500	2

注：测定 Pb、Cd 和 As 时，加入 5 μL 浓度为 30 mg/L 的硝酸钡为基体改进剂

1.4 样品前处理

将市售皮蛋剥去外壳，蛋白和蛋黄分开后分别称取 1.0 g 样品置于聚四氟乙烯消解罐内，加入浓硝酸 10 mL。将消解罐置于微波消解仪内，依照表 3 中的升温程序逐步升温消解。消解完毕，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 的温度下加热赶酸至烧杯内液体近干后以 1% 硝酸定容于 100 mL 容量瓶内，过滤残渣待测。

除不称取样品外，按照上诉同样步骤做空白实验。

表3 微波消解升温程序

步骤	时间 (min)	温度 (°C)
升温1	15	150
恒温2	30	150

结果讨论

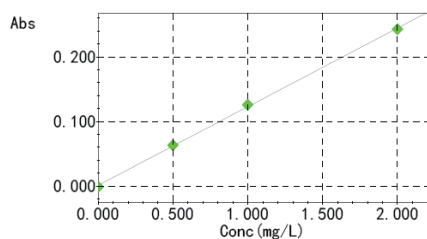
2.1 标准曲线及方程式

依照表 4 中所述，配制 6 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。

表4 各元素标准曲线浓度

元素	浓度					
Cu	0	0.5	1.0	2.0		
Zn	0	0.1	0.5	0.8		
Pb	0	5.0	10.0	15.0	20.0	
Cd	0	0.2	0.4	0.6	1.0	
Cr	0	1.0	2.0	3.0	4.0	
As	0	5.0	10.0	15.0	20.0	

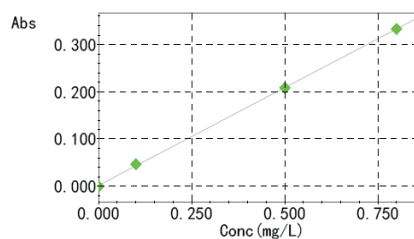
注：Cu和Zn浓度单位为mg/L，其他元素浓度单位为μg/L



$$\text{Abs}=0.12177\text{Conc}+0.0011800$$

$$r=0.9997$$

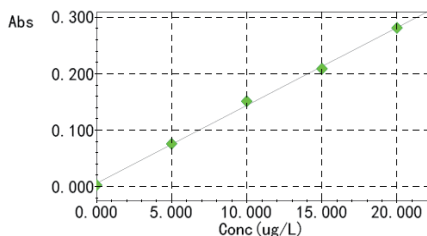
图1 Cu标准曲线



$$\text{Abs}=0.41378\text{Conc}+0.0020268$$

$$r=0.9999$$

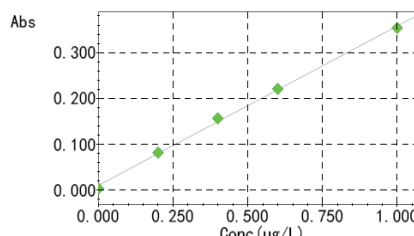
图2 Zn标准曲线图



$$\text{Abs}=0.013798\text{Conc}+0.0057800$$

$$r=0.9992$$

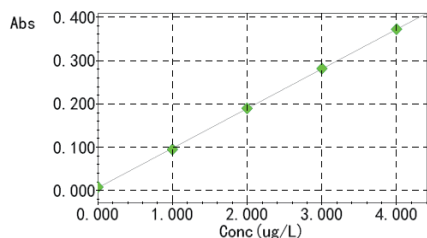
图3 Pb标准曲线



$$\text{Abs}=0.34842\text{Conc}+0.0097757$$

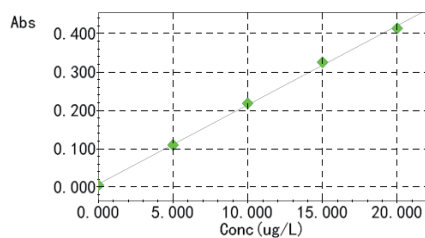
$$r=0.9991$$

图4 Cd标准曲线图



Abs=0.091250Conc+0.0068000
r=0.9999

图5 Cr标准曲线



Abs=0.020668Conc+0.0076600
r=0.9993

图6 As标准曲线图

在各自的浓度范围内，6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 $r=0.9991\sim 0.9999$ 。

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5所示：

表5 各元素检出限

元素	Cu	Zn	Pb	Cd	Cr	As
检出限	0.003	0.004	0.4	0.02	0.09	0.6

注：Cu和Zn浓度单位为mg/L,其他元素浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ 。

2.3 样品检测结果、加标回收率和精密度

皮蛋样品蛋白和蛋黄分别消解定容后按照表1和表2中条件检测，得样品中6种元素含量；样品1蛋白和蛋黄中加标后，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6 蛋白和蛋黄中各元素含量

样品编号	元素	蛋白含量	蛋黄含量
No. 1	Cu	0.02	0.09
	Zn	0.01	0.20
	Pb	N.D.	N.D.
	Cd	N.D.	N.D.
	Cr	1.16	0.50
	As	N.D.	N.D.
No. 2	Cu	0.02	0.10
	Zn	0.02	0.16
	Pb	N.D.	N.D.
	Cd	N.D.	0.02
	Cr	0.37	0.66
	As	N.D.	N.D.

注：N.D表示未检出；Cu和Zn浓度单位为mg/L,其他元素浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ 。

表7 加标回收率和精密度

元素	蛋白			蛋黄		
	加标量	回收率 (%)	RSD (%)	加标量	回收率 (%)	RSD (%)
Cu	1.0	100.7	0.53	1.0	95.9	0.89
Zn	0.8	110.7	0.52	0.8	105.1	0.59
Pb	10.0	82.8	1.01	10.0	105.6	0.80
Cd	1.0	86.6	0.78	0.5	112.0	5.47
Cr	1.0	116.0	1.52	1.0	103.9	1.92
As	8.0	94.2	4.49	4.0	101.0	6.17

注：Cu和Zn浓度单位为mg/L,其他元素浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ 。

■ 结论

参考 GB 2749-2003、NY 5143-2002 等相关标准，使用 AA-6880 测定了皮蛋蛋白和蛋黄中 Cu、Zn、Pb、Cd、Cr 和 As 这 6 种元素的含量。实验表明：该方法所得各元素标准曲线线性线性相关系数 $r=0.9991\sim 0.9999$ ，回收率在 82.8~116.0 之间，适合皮蛋蛋白和蛋黄中 6 种元素含量的测定。