

# Application News

## No. A583

### 原子吸收光谱法

## 食品添加剂 L-抗坏血酸中铅的测定

第 8 版食品添加剂官方文件在 2018 年进行修订，并公布了第 9 版食品添加剂官方文件。多数添加剂纯度试验中重金属的检测是通过比浊法进行测定的，现已变更为原子吸收光谱法对铅进行测定。本研究参考第 9 版食品添加剂官方文件的方法对样品进行预处理，并使用火焰原子吸收光谱法对食品添加剂 L-抗坏血酸（维生素 C）中的铅进行测定。

T. Kawakami

### ■ 预处理

在第 9 版食品添加剂官方文件中，预处理方法如表 1 所示，规定多种添加剂应采用上述方法之一作为预处理方法。基本预处理方法（方法一和方法二）是加入硫酸在加热板上进行碳化后，再通过电炉加热进行灰化，然后将所得到的灰分用酸溶解。含盐类较多的添加剂在完成分解或溶解处理后，还须通过吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）-乙酸丁酯进行整合萃取处理（方法三~五），也有些添加剂要使用规定的预处理方法。

采用方法一对 L-抗坏血酸进行预处理，并采用火焰原子吸收光谱法对得到的试液进行测定。称样量为 2.0 g，固体中铅含量标准为 2 μg/g 或更低（测试溶液中含量为 0.4 mg/L 或更低）。

本文中 L-抗坏血酸的预处理流程如图 1 所示。图 2 所示为碳化处理和灰化后的样品照片。

表 1 预处理方法概要

名称	概要
方法一和方法二	添加硫酸后加热，对试样进行碳化，使用电炉进行灰化，将所得到的灰分用酸进行溶解。
方法三	添加硫酸后加热，对试样进行碳化，使用电炉进行灰化，用酸对所得到的灰分溶解，使用 APDC - 乙酸丁酯进行整合萃取处理。
方法四	在完成湿式分解后，使用 APDC - 乙酸丁酯进行整合萃取处理。
方法五	溶解后，使用 APDC - 乙酸丁酯进行整合萃取处理。

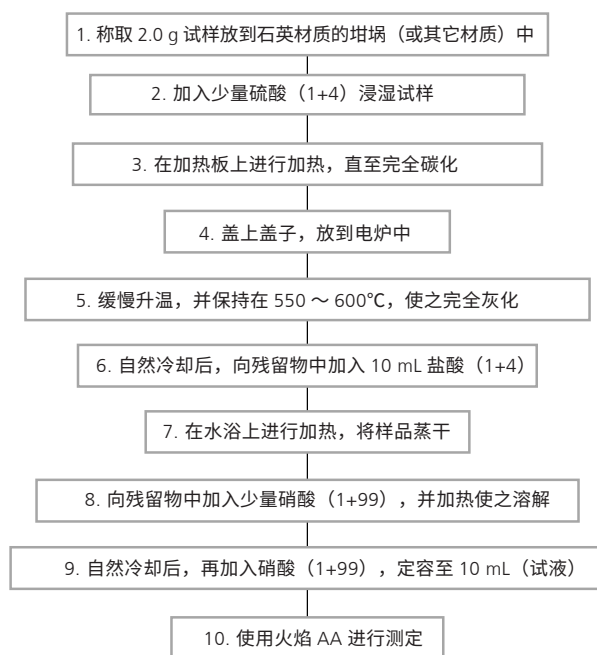


图 1 预处理流程

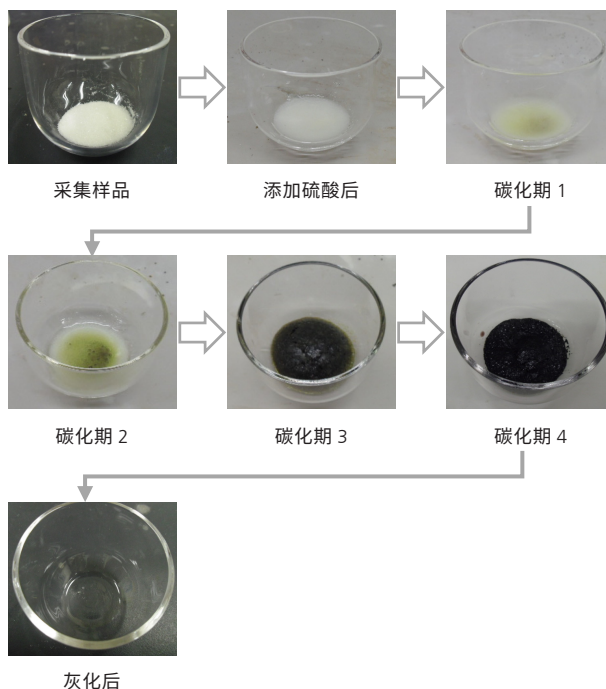


图 2 碳化处理时及灰化后的试样照片

## ■ 仪器和测定条件

实验采用的是火焰型 AA-7000F (图 3)。AA-7000F 通过增加选配组件, 可以升级为具有高灵敏度石墨炉的两用机 (图 4)。

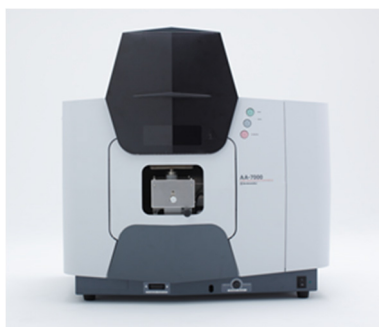


图 3 火焰型 AA-7000F

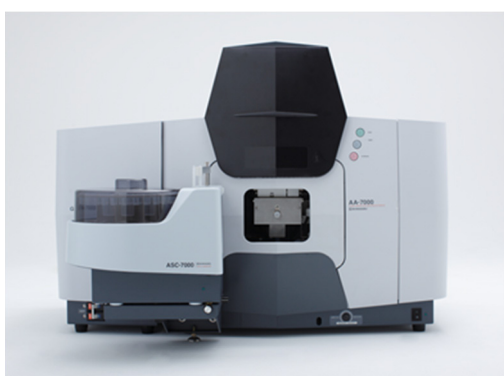


图 4 两用机型号 AA-7000F/AAC (安装选配组件)

测定条件如表 2 所示。

在第 9 版中规定与 0.4 mg/L 标准溶液 (在 L- 抗坏血酸中相当于固体中含量 2 μg/g) 进行比较判定, 本次包括空白试样在内, 共配置了 5 个标准溶液。另外, 在进行样品前处理时, 还对样品添加了 0.2 mg/L (固体中为 1 μg/g) 标准溶液, 并对处理后的试样进行测定, 求得加标回收率。

表 2 测定条件

测定元素	: 铅 (Pb)
分析波长	: 283.3 nm
狭缝宽度	: 0.7 nm
扣背景方式	: 氘灯法
火焰类型	: 空气-乙炔
燃烧头高度	: 7 mm
燃烧头角度	: 0 度
积分时间和重复次数	: 3 秒 × 3 次
标准液浓度	: 0 mg/L (0.0 μg/g) *
	: 0.1 mg/L (0.5 μg/g)
	: 0.2 mg/L (1.0 μg/g)
	: 0.3 mg/L (1.5 μg/g)
	: 0.4 mg/L (2.0 μg/g)

注: 括号内的数值是指换算为固体中浓度的数值

## ■ 测定结果

标准溶液的测定结果如表 3 所示, 校准曲线如图 3 所示。铅的定量下限为 0.1mg/L。

表 4 所示为 L- 抗坏血酸的测定结果。结果显示, 铅浓度低于定量下限 (固体中为 0.5 μg/g 以下), 加标回收率为 95%。

表 3 标准溶液的测定结果

设定浓度	吸光度 (n=3)	%RSD (n=3)	标准偏差 (n=3)
0 mg/L	0.0003	46	0.0002
0.1 mg/L	0.0029	7.3	0.0002
0.2 mg/L	0.0055	3.8	0.0002
0.3 mg/L	0.0083	3.0	0.0003
0.4 mg/L	0.0107	1.6	0.0002

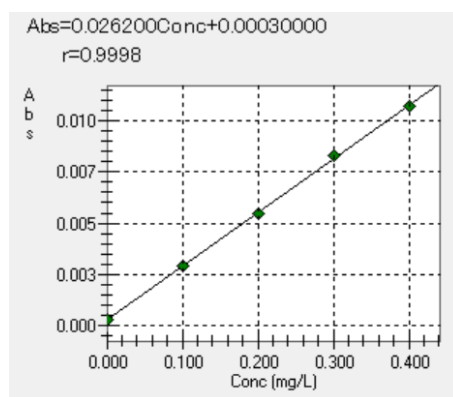


图 5 铅 (Pb) 的校准曲线

表 4 L- 抗坏血酸中铅 (Pb) 的测定结果

试液中浓度	固体中浓度	加标样品浓度	加标回收率
<0.1 mg/L	<0.5 μg/g	0.19 mg/L	95 %

## ■ 总结

按照第 9 版食品添加剂官方文件规定的方法一 (灰化后进行酸溶解) 对样品进行预处理, 使用火焰原子吸收光谱法对 L- 抗坏血酸 (维生素 C) 中的铅进行了测定。实验结果表明, 加标回收率良好, 可对含 Pb 2 μg/g 的样品进行准确定量。

AA-7000 采用了双光束光学系统, 燃烧头由钛制成, 具有优异的耐腐蚀性, 易安装拆卸, 易清洗维护。



岛津企业管理 (中国) 有限公司  
岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明:

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;  
\* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。  
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2018 年 10 月