

原子吸收法测定复配食品添加剂中铅和砷的含量

AAS-023

摘要：本文采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了复合食品添加剂中铅和砷的含量。该方法铅的回收率为100.5%，线性相关系数大于0.9996，相对标准偏差在0.74% ~ 1.82%，砷的回收率为89.0%，线性相关系数为0.9998，相对标准偏差在9.05% ~ 32.16%。该方法操作简便，完全满足复合食品添加剂样品的分析要求。

关键词：复合食品添加剂 砷 铅 石墨炉

复配食品添加剂是指为了改善食品品质、便于食品加工，将两种或两种以上单一品种的食品添加剂，添加或不添加辅料，经物理方法混匀而成的食品添加剂。用于生产复配食品添加剂的各种食品添加剂和辅料，其质量规格应符合相应的食品安全国家标准或相关标准。在《复配食品添加剂通则》中将铅、砷列为有害物质加以控制。如果在各种食品添加剂和辅料的的标准中均规定了铅、砷等有害物质限量，应当以加权计算方法，由生产企业制定有害物质的限量并进行控制。如果各种

食品添加剂和辅料的的标准中铅、砷指标不统一（即参与复配的部分单一品种规定了铅、砷的情况），无法采用加权计算的，则按照《复配食品添加剂通则》中规定的As ≤ 2.0 mg/kg, Pb ≤ 2.0 mg/kg 执行。根据食品添加剂测定方法 GB/T 5009.76 和 GB/T 5009.75 中对砷和铅的测定采用的均是比色法，采用本文利用原子吸收石墨炉对复配食品添加剂通则砷和铅进行测定，获得可靠、稳定效果。

实验部分

1.1 仪器

AA-7000 (岛津)

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿和消解罐均用硝酸溶液(1+1)浸泡24小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用HNO₃试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 仪器条件和参数

配制Pb的标准溶液。采用高密石墨管，仪器稳定后，按表1仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表1 仪器工作条件

元素	波长 (nm)	光谱 通带 (nm)	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	10	150	20	600	10	2400	2	2500	2

配制 As 的标准溶液。采用高密石墨管，仪器稳定后，按表 2 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表2 仪器工作条件

元素	波长 (nm)	光谱 通带 (nm)	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)
As	193.7	0.7	12	150	20	600	10	2200	2	2500	2

1.4 样品的前处理

称量约 0.20 g 复配食品添加剂于消解罐中，加入 5 mL HNO₃，进行微波消解。设置程序使 15 min 达到 220°C，并且保持 30 min，冷却至 80°C 取出转移至 100 mL 玻璃烧杯中，于电加热板上 200°C 赶酸至干，用 1% 硝酸定容至 10 mL 容量瓶中，待测，同法制备试剂空白溶液。

■ 结果讨论

2.1 线性方程和检出限

20 μL 进样量，对铅工作曲线溶液进行测定，标准曲线如下图：

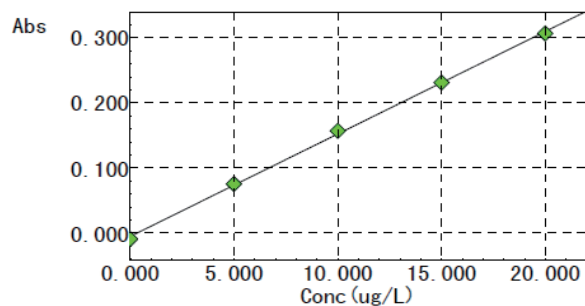


图1 铅的标准曲线

在 0.00 ~ 20.00 μg/L 浓度范围内，铅的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9996$ 。按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得铅的方法检出限分别为：0.022 μg/L。

20 μL 进样量，对砷工作曲线溶液进行测定，标准曲线如下图：

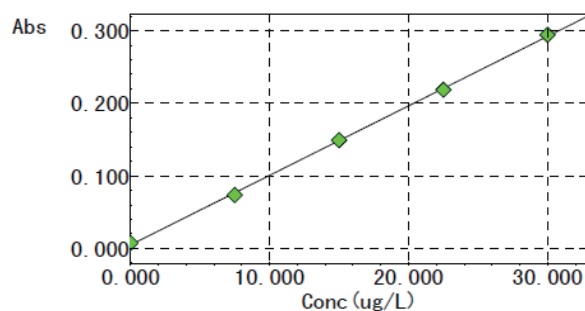


图2 砷的标准曲线

在 0.00 ~ 30.00 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内, 砷的浓度与吸光度有着良好的线性关系, 相关系数为 $r=0.9998$ 。按照实验方法, 对空白溶液重复测定 11 次, 根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得铅的方法检出限分别为: 0.18 $\mu\text{g/L}$ 。

2.2 样品测定结果

分别称取 2 份复合食品添加剂样品做平行, 样品命名为 1#、2#, 分别测定试样中的铅含量, 20 μL 进样量, 其结果见表 3。

表3 复合食品添加剂样品铅元素分析结果

元素	样品名称	测定值 ($\mu\text{g/Kg}$)	平均值 ($\mu\text{g/Kg}$)	RSD (%)
Pb	1#	ND	ND	1.82
	2#	ND		0.74

实验数据表明, 该实验平行性良好。

分别称取 2 份复合食品添加剂样品做平行, 样品命名为 1#、2#, 分别测定试样中的砷含量, 20 μL 进样量, 其结果见表 4。

表4 复合食品添加剂样品砷元素分析结果

元素	样品名称	测定值 ($\mu\text{g/Kg}$)	平均值 ($\mu\text{g/Kg}$)	RSD (%)
As	1#	ND	ND	32.16
	2#	ND		9.05

实验数据表明, 该实验平行性良好。

2.3 加标回收实验

以同样的方法进行前处理, 以 2 次平行数据的平均值作为加标前的数值, 进行了加标回收率实验, 其结果见表 5。

表5 复合食品添加剂样品回收试验结果

元素	加标前 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	加标后 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
Pb	ND	100.0	100.5	100.5
As	ND	80.0	71.2	89.0

实验部分

本文采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了复合食品添加剂中铅和砷的含量。并对该样品进行加标回收验证, 结果满足测试需求, 该方法操作简便, 完全满足复合食品添加剂样品中铅和砷含量的分析要求。