

# 微波消解 - 石墨炉原子吸收法测定 维生素类保健品中微量的 Pb、As、Cr

AAS-040

**摘要:** 本文建立了微波消解 - 石墨炉原子吸收法测定维生素类保健品中铅、砷和铬含量的方法。该方法测定铬、砷和铅, 回收率在 94%~105% 范围, 铬元素的相关系数为 0.9994, 检出限为 0.57  $\mu\text{g/Kg}$ ; 砷的相关系数为 0.9994, 检出限为 0.36  $\mu\text{g/Kg}$ ; 铅的线性相关系数为 0.9999, 检出限为 0.48  $\mu\text{g/Kg}$ , 均低于国标 GB/T 5009-2003 食品中重金属含量测试规定的检出限。

**关键词:** 石墨炉原子吸收维生素类保健品铅砷铬

保健(功能)食品是食品的一个种类, 具有一般食品的共性, 能调节人体的机能, 适用于特定人群食用, 但不以治疗疾病为目的。近些年保健(功能)食品迅猛发展, 大批产品涌向市场, 2月29日, 国家食品药品监督管理局发通知通报了检出铅、砷超标的13家“不合格”螺旋藻生产企业名单。GB16740-1997 保健(功能)食品通用标准中规定, 一般样品中铅的限量为不大于 0.5 mg/Kg, 砷的限量为 0.3 mg/Kg, 暂时没有 Cr 的限值。铅、砷、铬是具有累积性的有害微量元素, 为食品的必测项目, 国标法 GB/T 5009-2003 测定铅、砷、铬的前处理消解方式不同, 而重复消解操作繁琐, 并增加了样品试剂的浪费, 污染环境。微波消解法具有消化能力强、消耗化学试剂少、金属元素不易挥发损失等优势, 样品处理一次即可同时测定各个元素。本实验采用微波消解样品, 石墨炉原子化法测试, 方法简单快捷、样品空白值低、重现性好。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计

### 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  $\text{HNO}_3$ 、 $\text{HCl}$ 、 $\text{H}_2\text{O}_2$  试剂优级纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件和参数

配制 Pb、As 和 Cr 的标准溶液。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 温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	灰化 温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	原子化 温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	清洁 温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )
Cr	357.9	0.7	10	150	800	2300	2500
As	193.7	0.7	12	150	900	2100	2300
Pb	283.3	0.7	10	150	750	2000	2400

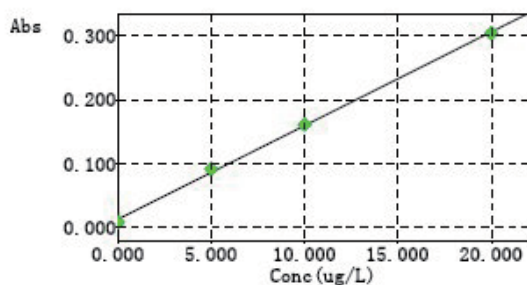
### 1.4 样品的前处理

称取 0.5 g 样品置于消解罐中, 加入 6 mL 硝酸和 2 mL 过氧化氢, 密封消解罐并放于微波消解仪中, 设定各参数使样品完全溶解, 冷却后, 将其转移至烧杯中, 在电热板上低温蒸至近干, 加入 2%  $\text{HNO}_3$  洗涤残渣, 过滤, 去离子水定容于 50 mL 容量瓶中, 待测 Cr、As、Pb。

## 结果讨论

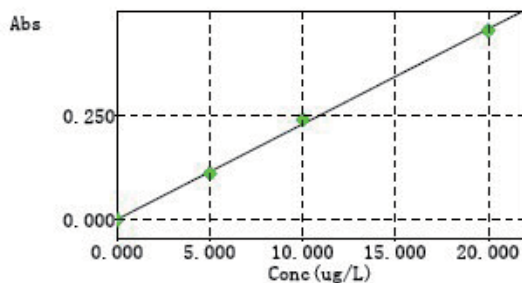
### 2.1 线性方程和检出限

20  $\mu\text{L}$  进样量, 添加 10  $\mu\text{L}$  的 10 mg/L 的硝酸钼为基体改进剂。对 Cr、As、Pb 的工作曲线溶液进行测定, 标准曲线如下图:



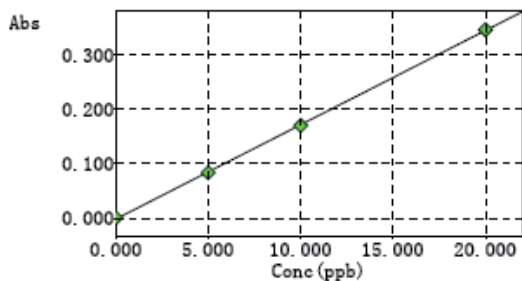
Abs=0.014655Conc+0.012740  
r=0.9993

图1 Cr的标准曲线



Abs=0.022749Conc+0.0010200  
r=0.9994

图2 As的标准曲线



Abs=0.017331Conc-0.0012000  
r=0.9999

图3 Pb的标准曲线

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检出限,Cr的检出限为0.57 µg/Kg,As的检出限为0.36 µg/Kg,Pb的检出限为0.48 µg/Kg。

(GB/T 2009-2003规定检出限分别为:Cr,200 µg/L;固体样品总无机砷As,40 µg/Kg;Pb,5 µg/Kg)

## 2.2 样品测定结果

两个平行样测试Cr、As和Pb,1#样0.5458g,2#样0.4966g,进样两次,其结果见表2。

表2 样品中Cr、As、Pb的分析结果

元素	样品名称	称样量 (g)	定容体积 (mL)	测定值 (µg/L)	实际值 (mg/Kg)	RSD (%)
Cr	1#	0.5458	50	4.57	0.418	0.85
	2#	0.4966		4.22	0.424	1.37
As	1#	0.5458		1.99	0.182	1.73
	2#	0.4966		1.83	0.184	2.05
Pb	1#	0.5458	4.41	0.404	2.38	
	2#	0.4966	4.07	0.409	2.19	

实验数据表明,该实验平行性良好。样品金属元素含量均低于保健品重金属含量限值。(GB16740-1997保健(功能)食品通用标准中规定,铅的限量为不大于0.5 mg/Kg,砷的限量为0.3 mg/Kg,暂时没有Cr的限值。)

## 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,进行加标回收率实验,其结果见表3。

表3 样品加标回收试验结果

元素	加标前 (µg/L)	加标量 (µg/L)	测定值 (µg/L)	回收率 (%)
Cr	4.40		9.12	94.4
As	1.91	5.0	7.01	102.0
Pb	4.24		9.48	104.8

## 结论

本方法采用微波消解法消解某品牌维生素类保健品,以硝酸钼为基体改进剂,用石墨炉原子吸收分光光度法测定样品中的Cr、As、Pb的含量,该方法具有分析速度快、测定结果的精确度和精密度高、节省人力等特点,完全能满足保健品中重金属元素的分析要求。