

微波消解-石墨炉原子吸收法测定黄豆中的铅

贾腾, 陈硕, 张绍辉, 王伟伟, 陈京祥

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 济南 250104)

摘要: 使用微波消解-石墨炉原子吸收法测定黄豆中的铅, 试验结果表明: 数据重复性良好, 操作简便, 满足检测需求。

关键词: 黄豆;铅;微波消解

大豆通称黄豆, 为双子叶植物纲、豆科、大豆属的一年生草本, 高 30-90 厘米。原产中国, 中国各地均有栽培, 亦广泛栽培于世界各地。大豆是中国重要粮食作物之一, 已有五千年栽培历史, 古称菽, 中国东北为主产区, 是一种其种子含有丰富植物蛋白质的作物。大豆最常用来做各种豆制品、榨取豆油、酿造酱油和提取蛋白质。《GB 5009.12-2017 食品安全国家标准 食品中铅的测定》, 本标准规定了食品中铅的含量及检测方法。通过微波消解方法对黄豆样品进行前处理, 有利于后续原子吸收对样品中铅元素含量的快速准确测定。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

新仪 TANK 微波消解仪, TK-12 赶酸器, 分析天平(十万分之一), 原子吸收分光光度计, 铅空心阴极灯等

1.2 试剂

硝酸(68%), 过氧化氢 (30%), GBW10013 黄豆标准品

2 实验方法

2.1 样品制备

将黄豆样品, 烘干后粉碎备用

2.2 微波消解

精确称取样品与标准品各三组, 质量为 0.5g (精确至 0.1mg) 左右, 置于消解罐底部, 加 6mL 硝酸和 2mL 过氧化氢, 静置 10~30min 左右, 观察反应状况, 若无明显反应, 组装消解罐, 按照以下参数微波消解:



阶段	温度/°C	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	190	350	13	15

2.3 赶酸定容

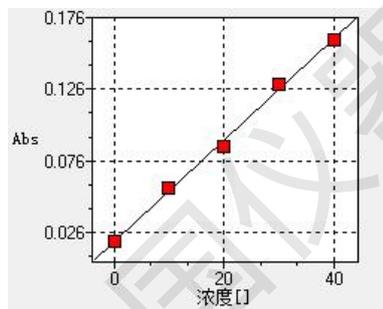
冷却后取出消解罐，在赶酸器上于 150°C 赶酸至 1mL 左右。消解罐放冷后，将消化液转移至 10mL 容量瓶中，用少量水洗涤消解罐 2 次~3 次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度，混匀备用。同时做试剂空白试验。

2.4 配制标液

铅标准中间液(1.00mg/L):准确吸取铅标准储备液(1000mg/L)1.00mL 于 100mL 容量瓶中，加硝酸溶液(5+95)至刻度，混匀。铅标准系列溶液:分别吸取铅标准中间液(1.00mg/L)0mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL 和 4.00mL 于 100mL 容量瓶中，加硝酸溶液(5+95)至刻度，混匀。此铅标准系列溶液的质量浓度分别为 0μg/L、10.0μg/L、20.0μg/L、30.0μg/L 和 40.0μg/L。

2.5 标准曲线

波长 283.3nm，光谱带宽 0.4nm，滤波系数 0.1，灯电流 2.0mA。



曲线方程: $[A]=K_1[C]+K_0$

$K_1=0.0035, K_0=0.0194$

线性相关系数: 0.99860

2.6 升温程序

	温度/°C	升温时间 s	保持时间/s	原子化	内气流量
干燥	90	5	10	✘	大
灰化 1	120	5	10	✘	大
灰化 2	500	5	5	✘	大
原子化	1700	0	5	✓	小
清除	1800	0	2	✘	大

3 实验结果

样品名称	铅含量/μg/kg	均值	RSD/%
------	-----------	----	-------

黄豆样品	180.26	178.59	191.21	183.35	3.74
GBW10013 标准品	65.58	61.36	63.35	63.43	3.33

黄豆样品中铅含量为 183.35 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，测量结果的 RSD=3.74%，标准品中的铅的标准量为 70 \pm 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

参考文献：

- [1] GB 5009.12-2017 食品安全国家标准 食品中铅的测定
- [2] GB 2762-2005 食品中污染物限量

中国仪器仪表表学会