

微波消解-石墨炉原子吸收光谱法检测

压片糖中的铅含量

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: 本文使用微波消解-石墨炉原子吸收光谱法检测压片糖中的铅含量, 试验结果表明: 在浓度为 0-80ug/L 时, $R^2=0.99875$, 线性关系良好; 试验重复三次, 测得压片糖平均含铅量为 0.814mg/kg, RSD 小于 3%, 符合要求。

关键词: 压片糖; 微波消解; 原子吸收光谱

压片糖常被称作汽水糖。它是以精制糖粉为主体, 添加奶粉、香料等填充料和淀粉糖浆、糊精、明胶等粘合剂, 经制粒压片成型的混合物。制作过程无需加热熬煮, 被称为冷加工工艺。疏松的颗粒彼此间的接触面积很小, 距离大, 只有颗粒内的内聚力, 而没有颗粒间的粘着力。压片糖制造机理主要是借助压力把颗粒或细粉距离缩小至产生足够的内聚力而紧密结合的过程。在加压后, 颗粒滑动挤紧, 颗粒间的距离和间隙逐渐缩小, 空气逐渐排出, 若干颗粒或晶体被压碎, 碎片被压而填入间隙, 到达一定压力, 颗粒接近到一定程度时, 分子间的引力足够使颗粒结合成为整体的片状。

在生产加工过程中, 加工设备、容器、包装材料中的铅可能会迁移带入糖果中, 造成铅含量超标。本次实验选择一类压片糖, 使用微波消解对其进行前处理, 后续采用石墨炉原子吸收光谱法检测其中的铅含量。

1 材料与方法

1.1 仪器与设备

试验主要使用设备如下: 新仪 TANK 40 微波消解仪, 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 材料与试剂

硝酸(68%), 铅标准溶液(1000mg/L), 消解管

1.3 试验方法

1.3.1 微波消解

称取压片糖样品约 0.5g(精确至 0.1mg)置于消解罐底部, 缓慢加入 10mL 硝酸(样品加酸

后剧烈反应，生成大量棕黄色氮氧化物)，充分静置，待黄烟散尽后，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	5
2	180	30

1.3.2 赶酸定容

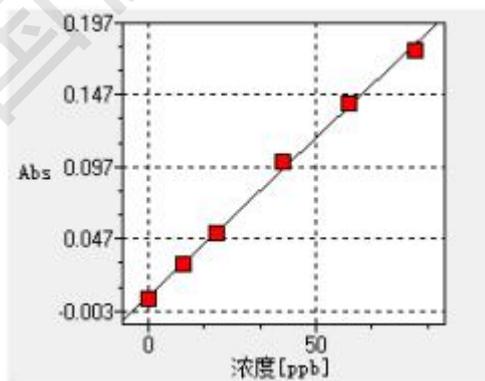
实验结束后，待冷却至 60°C 以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，放置在赶酸器上于 160°C 赶酸至 0.2mL 左右。消解罐放冷后，将消化液转移至 10mL 容量瓶中，用少量水洗涤消解罐 2 次~3 次，合并洗涤液于容量瓶中并用纯水定容至刻度，混匀备用。同时做试剂空白试验。

1.3.3 制备标准溶液

铅标准储备液：准确吸取铅标准溶液 50 μ L 于 50mL 容量瓶中，用硝酸溶液(2%)定容至刻度，即得到含铅量分别为 1mg/L 的标准储备液。铅标准使用液：准确吸取适量铅标准储备液于 50mL 容量瓶中，用硝酸溶液(2%)定容至刻度，得到含铅量分别为 0 μ g/L、10 μ g/L、20 μ g/L、40 μ g/L、60 μ g/L 和 80 μ g/L 的标准系列溶液。

2 结果与讨论

2.1 绘制标准曲线



曲线方程：一次[A]=k1[C]+k0

方程系数：k1=0.0022，k0=0.0076

相关性：0.99875

2.2 试验结果

实验选择的压片糖样品，取样量为 0.5g，加入硝酸充分预消解后，组装消解罐上进行

微波消解，最高实验温度 180°C，保温 30min 左右，可完全溶解。采用石墨炉原子吸收分光光度计检测样品中的铅含量，结果如下：

样品	检测结果/mg/kg	平均值/mg/kg	RSD/%
压片糖	0.826	0.814	1.42
	0.813		
	0.802		

样品中平均铅含量为 0.814mg/kg，实验结果 RSD 小于 3%，表明平行性良好。

中国仪器仪表表学会