

微波消解-石墨炉原子吸收测动物内脏中的镉

1 前言

镉会对呼吸道产生刺激，长期暴露会造成嗅觉丧失症、牙龈黄斑或渐成黄圈，镉化合物不易被肠道吸收，但可经呼吸被体内吸收，积存于肝或肾脏造成危害，尤以对肾脏损害最为明显，还可导致骨质疏松和软化。《GB 5009.15-2014 食品安全国家标准 食品中镉的测定》，本标准规定了食品中镉的含量及检测方法。通过微波消解方法对样品进行前处理，有利于后续原子吸收对样品中镉元素含量的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-40 微波消解仪，TK-12 赶酸器，原子吸收分光光度计，镉空心阴极灯，分析天平(十万分之一)等



2.2 试剂

硝酸（68%），过氧化氢（30%），镉标准标溶液(1000mg/L)

3 实验方法

3.1 样品制备

将市场上买来的动物内脏样品，用粉碎机粉碎、混匀后备用

3.2 微波消解

称取已制备好的样品各取三组，每组质量约为 0.2g（精确至 0.1mg）。将称好的样品，置于消解罐底部，加入 7mL 硝酸，然后将消解罐放置在赶酸器上 120℃预处理 30min。预处理结束后，取下消解罐，冷却，再添加 1mL 过氧化氢。静置 10min 左右，待无明显反应后，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	压力/Mpa	升温时间/min	保温时间/min
1	150	2	8	1
2	170	2	2	2
3	190	3	2	15

3.3 赶酸定容

冷却后取出消解罐，在赶酸器上于 150℃赶酸至 0.5mL 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。

3.4 配制标液

3.4.1 镉标准使用液（100ng/mL）：吸取镉标准储备液 10.0mL 于 100mL 容量瓶中，用硝酸溶液（1%）定容至刻度，如此经多次稀释成每毫升含 100ng 镉的标准使用液。

3.4.2 镉标准曲线工作液：准确吸取镉标准使用液 0mL、0.5mL、1mL、1.5mL、2mL、3mL 于 100mL 容量瓶中，用硝酸溶液（1%）定容至刻度，即得到含镉量分别为 0ng/mL、1ng/mL、

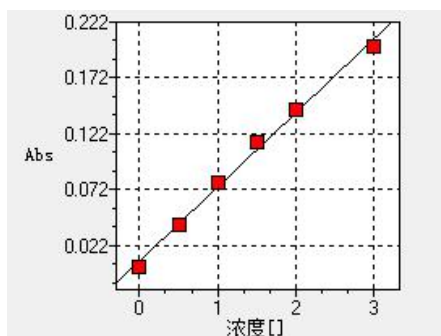
1.5ng/mL、2ng/mL、3ng/mL 的标准系列溶液。

3.5 升温程序

	温度/℃	升温时间 s	保持时间/s	原子化	内气流量
干燥	100	5	10	✗	大
灰化	600	5	10	✗	大
原子化	1900	0	3	✓	小
清除	2000	1	2	✗	大

3.6 标准曲线

波长 228.8nm，光谱带宽 0.4nm，滤波系数 0.1，灯电流 2.0mA。



曲线方程: $[A]=K_1[C]+K_0$

$K_1=0.0661$, $K_0=0.0084$

线性相关系数: 0.99704

4 结果与讨论

4.1 国标中规定了动物内脏中镉的限量指标

食品名称	元素	限量
禽畜肝脏	镉	0.5
禽畜肾脏	镉	1.0

4.2 实验选用的五类样品均可以完全消解，镉的检测结果均低于国标中的限量值

编号	镉含量
猪肠	0.0141
猪肝	0.0432
猪心	0.0047
鸡胗	0.0116
羊腰	0.0361

4.3 回收率试验

称取已知镉含量且粉碎的鸡胗样品 3 组，每组质量约为 0.5 g（精确至 0.1mg），分别加入 0.1 μ g/mL 的镉标准溶液 100 μ L，按上述微波消解法进行实验，测定其中的镉含量，结果如下：

编号	样品中 镉含量/ng	标准品 加入量/ng	测得量/ng	回收率 %	平均回收率 %	RSD %
1	5.96	10	15.785	98.25	96.27	2.61
2	6.05	10	15.762	97.12		
3	5.84	10	15.185	93.45		

加标回收实验，镉的回收率为 96.27%，表明待测元素损失较少；测量结果的 RSD=2.61%，表明重复性较好。

参考文献

[1] GB 5009.15-2014 食品安全国家标准 食品中镉的测定

[2] GB 2762-2005 食品中污染物限量