

微波消解-石墨炉原子吸收测大米粉中的铬

1 前言

大米粉就是以大米为原料制成的粉状物，它是米粉系列的一个统称，它是多种食品的原料，是各种大米中糯性最低的品种，有着糯米粉不可代替的作用。

铬是人体必需的微量元素，三价的铬是对人体有益的元素，而六价铬是有毒的。人体对无机铬的吸收利用率极低，不到 1%；人体对有机铬的利用率可达 10-25%。铬在天然食品中的含量较低、均以三价的形式存在。

按照《GB 5009.123-2014 食品安全国家标准 食品中铬的测定》，采用微波消解法对大米粉样品进行前处理，后续采用石墨炉原子吸收光谱法检测其中的铬含量。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK 微波消解仪，TK-20 赶酸器，分析天平(十万分之一)，原子吸收分光光度计，铬空心阴极灯等



2.2 试剂及样品

硝酸(68%)，铬标准溶液(1000mg/L)，大米粉中重金属分析检测质控样品 (TMQC0109)

3 实验方法

3.1 微波消解

称取实验样品三组，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 8mL 硝酸，静置 15min 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	7	2
2	170	2.5	3	2
3	190	3	3	20

3.2 赶酸定容

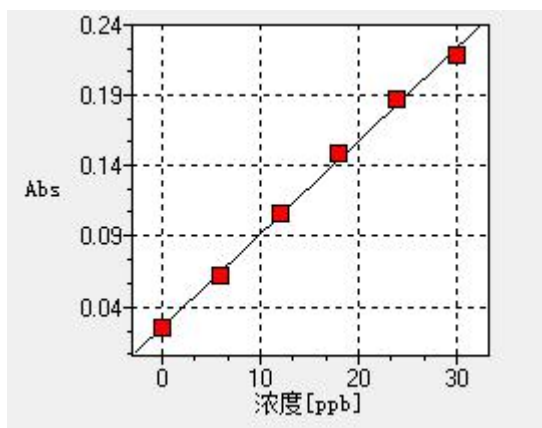
冷却后取出消解罐，在赶酸器上于 150℃赶酸至 0.5mL 左右。消解罐放冷后，将消化液转移至 25mL 容量瓶中，用少量水洗涤消解罐 2 次~3 次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度，混匀备用。同时做试剂空白试验。

3.3 配制标液

铬标准储备液：准确吸取铬标准溶液 50μL 于 50mL 容量瓶中，用硝酸溶液 (2%) 定容至刻度，即得到含铬量分别为 1mg/L 的标准储备液。

铬标准使用液：准确吸取适量铬标准储备液于 50mL 容量瓶中，用硝酸溶液 (2%) 定容至刻度，得到含铬量分别为 0mg/L、6μg/L、12μg/L、18μg/L、24μg/L 和 30μg/L 的标准系列溶液。

3.4 标准曲线



曲线方程：一次 $[A]=k_1[C]+k_0$
 方程系数： $k_1=0.0066$, $k_0=0.0260$
 相关性：0.99868

4 结果

实验选择大米粉质控样品检测铬元素含量如下：

样品编号	检测值/mg/kg	平均值/mg/kg	RSD/%	不确定度
1	1.36	1.34	1.16	1.43±0.21
2	1.33			
3	1.32			

检测结果在大米粉质控样的不确定度范围内，结果 RSD 为 1.16%，表明平行性良好。

参考文献

[1] GB 5009.123-2014 食品安全国家标准 食品中铬的测定