

## 食品中铅、镉、铬的应用方案

### 引言

通过实际试样,对食品中的多种限量金属成分,采用不同的光谱分析条件进行测定,以达到综合应用原子吸收光谱法的目的。根据各元素的分析特性,试样的含量,基体组成及可能干扰选取合适的分析条件。包括了试样的制备、预处理、标准溶液的配制及校正曲线的制作、分析条件的选择、操作方法、结果计算、数据处理及误差分析等。

**标准依据:GB/T5009.12-2003/GB/T5009.15-2003/GB/T5009.123-2003 食品中铅、镉、铬的测定**

### 原理

食品中有害金属元素铅、镉、铬的测定,目前国际上通用的方法均以石墨炉原子化法较为准确、快速。该法检出限为 5 $\mu$ g/kg,基于基态自由原子对特定波长光吸收的一种测量方法,它的基本原理是使光源辐射出的待测元素的特征光谱通过样品的蒸汽时,被蒸汽中待测元素的基态原子所吸收,在一定范围与条件下,入射光被吸收而减弱的程度与样品中待测元素的含量成正比关系,由此可得出样品中待测元素的含量。食品中铅、镉、铬等元素的基态原子对空心阴极灯的共辐射都有选择性吸收,但是各元素具体的分析条件不同,例如铅的测定是氧化性气氛,但铬的测定却要求还原性气氛,并且要有高性能的空心阴极灯才能获得足够的灵敏度。这些元素的灵敏度都有差别,因此配制标准序列时,浓度序列有所不同,但是它们在一定的浓度下,彼此不会干扰,因而可以把它们的标准溶液混合配在一起,方便操作。

### 仪器与试剂

美析 AA-1800EL 石墨炉原子吸收分光光度计(具气灯扣背景装置)及其它配件氮气钢瓶;铅、镉、铬等元素空心阴极灯。

基准试剂:铅、镉、铬标准贮备液。基体改进试剂:

磷酸二氢铵溶液(20g/L)

盐酸溶液(1mol/L);

柠檬酸钠缓冲溶液(2mol/L)

双硫脲-乙酸丁酯溶液(0.1%)

二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(1%)。

铅、镉、铬系列标准使用溶液

样品消化及定容用试剂

### 微波消解

称取固体试样 0.2g~0.8g(精确至 0.001g)或准确移取液体试样 0.500ml~3.00ml。于微波消解罐中,加入 5ml 硝酸,按照微波消解的操作步骤消解试样,消解条件参考附录 A。冷却后取出消解罐,在电热板上于 140 $^{\circ}$ C~160 $^{\circ}$ 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。

### 参照仪器说明书

- 1.安装待测元素空心阴极灯,对准位置,固定待测波长及狭缝宽度。
- 2.开启电流,固定灯电流。
- 3.调节石墨炉位置,使处于最佳状态,安装好石墨管。
- 4.开启冷却水和氮气气源,调至指定的恒流值。
- 5.各元素测定参数的设定(可参照表 5-3-3 铅、镉、铬无火焰原子吸收法)

### 结果计算

1.标准曲线的绘制:

制成标准使用液,再按样品氧化、提取方法进行操作,各取 10 $\mu$ L 样,注入石墨炉,分别测定其

吸光值并求得吸光值与浓度关系的一元线性回归方程。(扣除空白的吸光度)。

2.根据样品与空白的吸光度,代入标准系列的一元线性回归方程中求得样液中某元素(铅、镉、铬)的含量((ug)

#### 计算公式

$$X=(A0 - A1)/m$$

X——样品中某元素(铅、镉、铬)的含量 mg/kg;

A1——测定用样液中某元素(铅、镉、铬)的含重 g;

A0——试剂空白液中某元素(铅、镉、铬)的含重, L g;

m——测定用样品试液所相当的样品质量, g。

#### 关于美析

美析主营光谱类仪器:可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、原子荧光光度计、ICP-AES、ICP-MS,生命科学仪器:超微量分光光度计、全自动核酸提取仪,目前,我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验,结合市场的最新实际需求,近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。