

糖精钠中砷、铅和汞元素检测

摘要：糖精钠是食品工业中常用的合成甜味剂，且使用历史最长，使用最为广泛的添加剂之一，砷、铅和汞是严重危害人体安全的重金属元素，本文通过使用北京东西分析仪器有限公司的 AF7500 双道氢化物原子荧光光谱仪对糖精钠中砷、铅和汞进行检测，其线性和回收率都很好。

1 仪器

AF7500 双道氢化物原子荧光光谱仪 (北京东西分析仪器有限公司)

As 高性能阴极灯、Hg 高性能阴极灯、Pb 高性能阴极灯

高压消解罐

恒温干燥箱

控温电加热板

2 试剂

单元素 As 国家标准溶液：浓度 1000 $\mu\text{g/mL}$ (国家钢铁材料测试中心-钢铁研究院)

单元素 Pb 国家标准溶液：浓度 1000 $\mu\text{g/mL}$ (国家钢铁材料测试中心-钢铁研究院)

单元素 Hg 国家标准溶液：浓度 1000 $\mu\text{g/mL}$ (国家钢铁材料测试中心-钢铁研究院)

硝酸 (优级纯)

5%硫脲+5%抗坏血酸：称取 5g 硫脲 (分析纯) 和 5g 抗坏血酸 (分析纯) 用去离子水定容至 100mL

盐酸 (优级纯)

硝酸-重铬酸钾溶液：称取 1.0g 重铬酸钾，溶于 1L (1+19) 硝酸中

双氧水 (MOS 级)

高氯酸(优级纯)

铁氰化钾 (分析纯)

草酸 (优级纯)

As: 载液: 5.3% (V/V) 盐酸溶液

还原剂: 1.2% 硼氢化钾溶液 (溶于 0.5% 氢氧化钠中)

Pb: 载液: 2.7% (V/V) 盐酸+0.5% 铁氰化钾+0.1% 草酸

还原剂: 1.5% 硼氢化钾溶液 (溶于 1.0% 氢氧化钠中)

Hg: 载液: 2.5% (V/V) 盐酸溶液

还原剂: 0.007% 硼氢化钾溶液 (溶于 0.5% 氢氧化钠中)

3 标准曲线

As: 吸取 0.05mL 单元素 As 国家标准溶液于 50mL 容量瓶中，用去离子水定容至刻度，即为 1 μg/mL As 中间液；用此溶液按下表配制标准系列

标样号	加入 1 μg/mL 标样体积 (mL)	加入浓盐酸体积 (mL)	加入硫脲-抗坏血酸混合液体积 (mL)	用水稀释至最终体积 (mL)	浓度 (ng/mL)
0	0	5.3	20	100	0
1	0.05	5.3	20	100	0.5
2	0.10	5.3	20	100	1
3	0.20	5.3	20	100	2

Pb: 吸取 0.05mL 单元素 Pb 国家标准溶液于 50mL 容量瓶中，用去离子水定容至刻度，摇匀，即为 1 $\mu\text{g/mL}$ Pb 工作液；用此溶液按下表配制标准系列

标样号	加入 1 $\mu\text{g/mL}$ 标样体积 (mL)	用载液稀释至最终体积 (mL)	浓度 (ng/mL)
1	0	100	0
2	0.1	100	1
3	0.5	100	5
4	1	100	10
5	1.5	100	15

Hg: 吸取 0.5mL 单元素 Hg 国家标准溶液于 50mL 容量瓶中，用去离子水定容至刻度，摇匀，即为 10 $\mu\text{g/mL}$ Hg 工作液；在吸取 10 $\mu\text{g/mL}$ Hg 工作液 0.5mL 于 50mL 容量瓶中，用去离子水定容至刻度，摇匀；用此溶液按下表配制标准系列

标样号	加入 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 标样体积 (mL)	加入硝酸重铬酸钾溶液体积 (mL)	用纯水稀释至最终体积 (mL)	浓度 (ng/mL)
1	0	20	100	0
2	0.05	20	100	0.05
3	0.1	20	100	0.1
4	0.2	20	100	0.2
5	0.5	20	100	0.5

4 样品前处理

4.1 As 元素分析的处理

称量约 6g 左右的样品倒入锥形烧杯中，用少量去离子水溶解，

缓慢滴加 15ml 硝酸(优级纯)，摇匀。盖上玻璃皿后放置于加热板上加热，直至样品溶解完全，取下冷却后加入一定量去离子水继续加热赶酸，反复操作直至将酸赶尽。将消解完全的样品移入 50ml 容量瓶中，向其加入 5%硫脲+5%抗坏血酸混合液 10ml，盐酸（优级纯）1.35ml，最后用去离子水定容至刻度。摇匀待测

4.2 Hg 元素分析的处理

称量约 4g 左右的样品置于聚四氟乙烯塑料罐中，逐滴加入 8ml 硝酸（优级纯），盖上内盖浸泡过夜，再加入 4ml 双氧水（MOS 级）后放入不锈钢外套中，旋紧密封。在恒温干燥箱中 120℃保持 3 小时，至消解完全，自然冷却至室温。将消解液用去离子水定量转移到 25ml 容量瓶中，加入 5ml 硝酸-重铬酸钾溶液，去离子水定容至刻度。摇匀待测

4.3 Pb 元素分析的处理

称量约 2g 左右的样品倒入锥形烧杯中，加入 8ml 硝酸(优级纯)和 0.5ml 高氯酸(优级纯)，盖上玻璃皿后放置于加热板上加热，直至样品溶解完全，取下冷却后加入一定量去离子水继续加热赶酸，反复操作直至将酸赶尽。将消解完全的样品移入 25ml 容量瓶中，用事先配制好的载液（2.7%盐酸+0.5%铁氰化钾+0.1%草酸）定容至刻度。

5 仪器参数

5.1 As

主电流 (mA)	70
辅电流 (mA)	50
积分时间 (s)	35
负高压 (V)	350
载气 (mL/min)	150
屏蔽气 (mL/min)	500
炉温 (°C)	300

5.2 Pb

主电流 (mA)	90
辅电流 (mA)	70
积分时间 (s)	35
负高压 (V)	350
载气 (mL/min)	200
屏蔽气 (mL/min)	500
炉温 (°C)	200

5.3 Hg

主电流 (mA)	50
辅电流 (mA)	0
积分时间 (s)	35
负高压 (V)	350
载气 (mL/min)	400

屏蔽气 (mL/min)

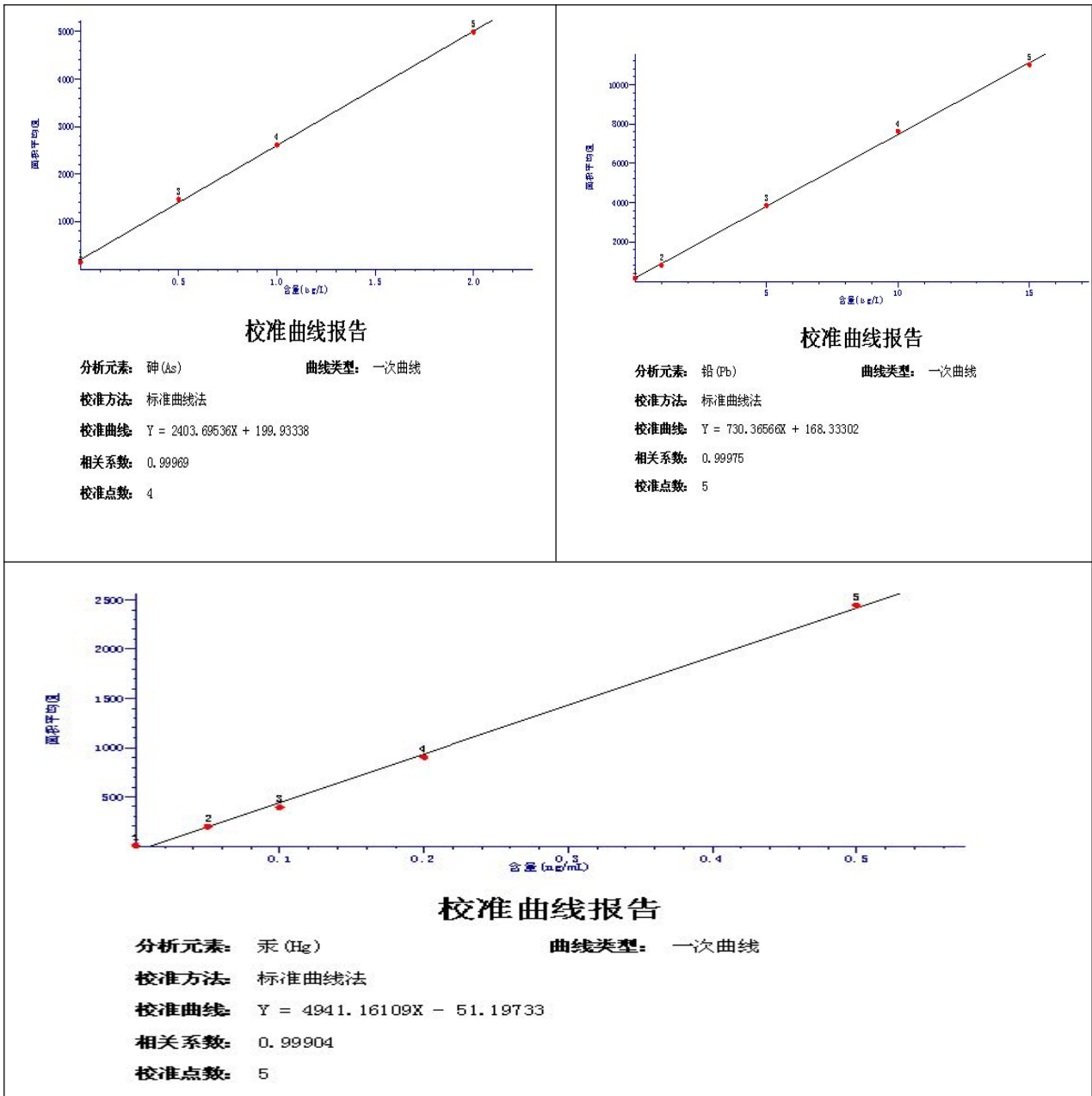
500

炉温 (°C)

室温

6 检测结果

6.1 标准曲线



6.2 样品检测及加标回收结果

元素	样品 ($\mu\text{g/kg}$)	加标量 ($\mu\text{g/kg}$)	样品+加标 ($\mu\text{g/kg}$)	样品加标回收率 (%)
----	----------------------------	-----------------------------	-------------------------------	-------------

As	0.45	1.00	1.46	101.1
Pb	3.60	8.00	11.45	98.1
Hg	0.15	0.45	0.57	93.3

7 结论

本实验参照《食品添加剂》国标进行实验，测得样品及加标回收率均符合要求，As 回收率 101.1%、Pb 加标回收率为 98.1%、Hg 加标回收率为 93.3%。但在实验过程中应注意器皿洁净程度，Hg 不需要赶酸，高压消解后，冷却直接转移定容。

参考文献

- 1.中华人民共和国卫生部，中国国家标准化管理委员会，中华人民共和国国家标准，食品安全国家标准，GB5009.12