

## 原子吸收光谱仪检测阿胶糕中的 Pb

### 1 摘要

与传统的干法、湿法消解相比，高压消解具有操作简单、消解完全、易挥发元素损失少、污染少和节能快速等优点。本实验参考国标 GB5009.12《食品安全国家标准食品中铅的测定》进行检测，同时进行加标回收率实验 Pb 回收率为 100.9%。

### 2 仪器与试剂

AA-7020 原子吸收光谱仪（北京东西分析仪器有限公司）；

Pb 空心阴极灯（北京东西分析仪器有限公司）；

恒温干燥箱；

可调电加热板；

高压消解罐；

Pb 准储备溶液：1000 $\mu$ g/mL，国家标准物质研究所中心；

硝酸（优级纯）；

过氧化氢(30%)（优级纯）；

高氯酸（优级纯）；

混合酸:硝酸+高氯酸(4+1)：取 4 份硝酸与 1 份高氯酸混合

Pb1 $\mu$ g/mL 中间液：吸取铅标准储备液 0.1mL 于 100m L 容量瓶中，用去离子水定容至刻度，即为 1 $\mu$ g/mL 铅中间液

Pb 工作曲线：分别吸取 1 $\mu$ g/mL Pb 中间液 0.0mL、0.125mL、0.250mL、0.50mL、1.00mL 于 25mL 容量瓶中，用 1%硝酸定容至刻度，摇匀，备用，即浓度分别为 0 $\mu$ g/L、5 $\mu$ g/L、10 $\mu$ g/L、20 $\mu$ g/L、40 $\mu$ g/L。

实验用水：测定用水为去离子水或同等纯度的水。

### 3 样品前处理方法

称取 1.00g 左右试样于聚四氟乙烯内罐，加硝酸 4 mL 浸泡过夜。再加过氧化氢 (30%)3mL(总量不能超过罐容积的三分之一)。盖好内盖，旋紧不锈钢外套，放入恒温干燥箱，120 $^{\circ}$ C 保持 4h，在箱内自然冷却至室温，用移液枪将消化液洗入或过滤入(视消化后试样的盐分而定) 25 mL 容量瓶中，用去离子水少量多次洗涤罐，洗液合并于容量瓶中并定容至刻度，混匀备用；同时作试剂空白。

### 4 仪器工作条件的选择

#### [石墨炉温度曲线]

序号	步骤	开始温度( $^{\circ}$ C)	结束温度( $^{\circ}$ C)	升温时间(s)	内气路	辅助气路	模式	报警
1	干燥	40	120	40	开	关	功率	开
2	干燥	120	120	15	开	关	功率	开
3	灰化	120	500	15	开	关	功率	开

4	灰化	500	500	10	开	关	功率	开
5	灰化	500	500	6	关	关	功率	
6	原子化	2000	2000	3	关	关	功率	开
7	清除	2200	2200	2	开	关	功率	
8	冷却	0	0	15	开	关	功率	开
9	冷却	0	0	1	关	关	功率	开

## 5 检测结果

### 5.1 标准曲线

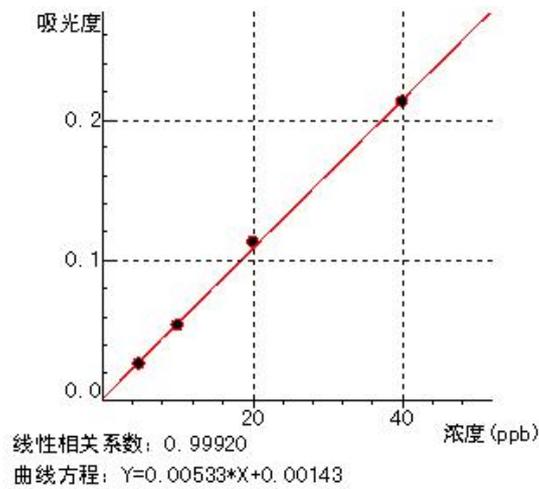


图 1 标准曲线

### 5.2 样品检测及加标回收结果

元素	样品 (mg/kg)	样品+加标 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	样品加标回收率 (%)
Pb	1.451	2.431	0.971	100.9

表 1 检测结果

## 6 结果讨论

本实验参照 GB5009.12《食品安全国家标准食品中铅的测定》进行实验，测得样品及加标回收率均符合要求，Pb 回收率为 100.9%。但在实验过程中应注意器皿洁净程度，防止样品污染，另在样品检测时，需要加基体改进剂（1%磷酸二氢铵），进样按照进样量 10 $\mu$ L，基体改进剂 5 $\mu$ L。

## 参考文献

1. 国标 GB5009.12《食品安全国家标准食品中铅的测定》，2010.