

# 微波消解-石墨炉原子吸收测核桃乳中的镉

## 1 前言

核桃乳是一种以核桃为主要原料的植物蛋白饮料，其所含磷脂对脑神经有良好的保护作用，但如果其中重金属元素超标的话，就会对人体造成更大的损害，尤其是镉，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 TANK 微波消解仪，TK-20 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%），镉标准标溶液(1000mg/L)

## 3 实验方法

### 3.1 微波消解

#### 3.1.1 样品选择

市场购核桃乳样品。

### 3.1.2 样品称量

将购买的核桃乳样品取六组，每组质量约为 1g（精确至 0.1mg），其中三组，分别加入 10 $\mu$ L，4mg/kg 的镉标准使用液。

### 3.1.3 消解程序设置

将称好的样品，置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸，静置 30min 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/ $^{\circ}$ C	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	20

### 3.2 赶酸定容

冷却后取出消解罐，在赶酸器上于 150 $^{\circ}$ C 赶酸至近干。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。

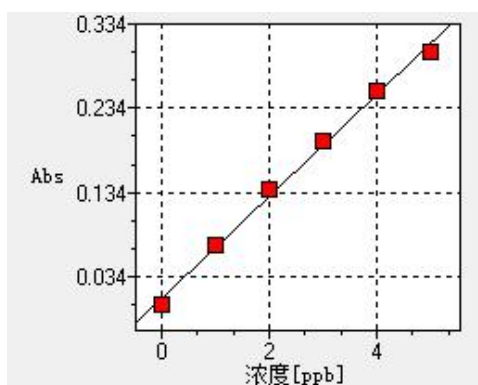
3.4.2 镉标准曲线工作液：准确吸取镉标准使用液 0mL、0.5mL、1mL、1.5mL、2mL、3mL 于 100mL 容量瓶中，用硝酸溶液（1%）定容至刻度，即得到含镉量分别为 0ng/mL、1ng/mL、1.5ng/mL、2ng/mL、3ng/mL 的标准系列溶液。

### 3.5 升温程序

	温度/°C	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	400	5	10	✘	大
原子化	1900	0	3	✓	关
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:  $[A]=K_1[C]+K_0$

$K_1=0.0601$ ,  $K_0=0.0102$

线性相关系数: 0.99773

## 4 结果与讨论

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	7.27	40	44.35	92.70		
2	7.23	40	43.89	91.65	92.78	1.27
3	7.33	40	44.93	94.00		

实验选用的核桃乳样品可以完全消解，镉的检测结果为 0.0072mg/kg。镉的加标回收实验，

回收率为 92.78%，RSD 为 1.27%。