

微波消解-石墨炉原子吸收测燕麦粉中的铅

1 前言

燕麦是禾本科一年生草本植物，为谷类的一种，主要利用的部分是成熟的种子以及绿色顶穗。燕麦粉，是由去壳燕麦制成的面粉高度精制而成的，在许多超市中都可以买到。大多数燕麦品种的纤维含量比白面粉大，尽管在提高调味酱风味中应用广泛，燕麦粉却缺乏麸质，这种麸质是用来帮助酵母发面的。小量的燕麦粉可以用于烤制食品，但是全部由燕麦制成的面包、比萨面团或蛋糕的味道极差。

按照《GB 5009.12-2017 食品安全国家标准 食品中铅的测定》，采用微波消解法对燕麦粉样品进行前处理，后续采用石墨炉原子吸收光谱法检测其中的铅含量。

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，铅空心阴极灯等



2.2 试剂

硝酸(68%)，铅标准溶液(1000mg/L)，

3 实验方法

3.1 微波消解

从市场中采购的两种燕麦粉样品，每一种样品称取三组，每组质量约 0.5g (精确至 0.1mg)。将称好的样品，置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢，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	30

3.2 赶酸定容

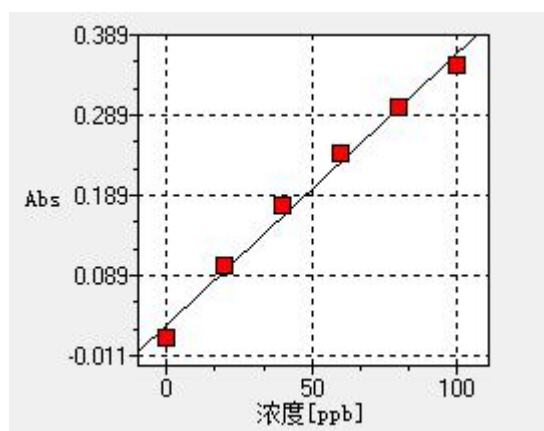
冷却后取出消解罐，在赶酸器上于 150℃赶酸至 0.5mL 左右。消解罐放冷后，将消化液转移至 25mL 容量瓶中，用少量水洗涤消解罐 2 次~3 次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度，混匀备用。同时做试剂空白试验。

3.3 配制标液

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

铅标准使用液：准确吸取适量铅标准储备液于 50mL 容量瓶中，用硝酸溶液 (2%) 定容至刻度，得到含铅量分别为 0mg/L、20μg/L、40μg/L、60μg/L、80μg/L 和 100μg/L 的标准系列溶液。

3.4 标准曲线



曲线方程：一次[A]=k1[C]+k0
 方程系数：k1=0.0034, k0=0.0275
 相关性：0.99476

4 结果

两类燕麦粉中铅元素含量如下：

样品编号	检测值/mg/kg	平均值/mg/kg	RSD/%
	237.48		
样品 1	231.07	236.43	2.08
	240.73		
	250.10		
样品 2	242.06	242.67	2.95
	235.84		

检测结果均低于食品安全国家标准中的限量值，结果 RSD 小于 3%，表明平行性良好。

参考文献

[1] GB 2762-2017 食品安全国家标准 食品中污染物限量

[2] GB 5009.12-2017 食品安全国家标准 食品中铅的测定