

微波消解-石墨炉原子吸收测干米粉中的镉

1 前言

米粉，汉族特色小吃，是中国南方地区非常流行的美食。米粉以大米为原料，经浸泡、蒸煮和压条等工序制成的条状、丝状米制品，而不是词义上理解的以大米为原料以研磨制成的粉状物料。米粉质地柔韧，富有弹性，水煮不糊汤，干炒不易断，配以各种菜码或汤料进行汤煮或干炒，爽滑入味，深受广大消费者（尤其南方消费者）的喜爱。米粉品种众多，可分为排米粉、方块米粉、波纹米粉、银丝米粉、湿米粉和干米粉等。

选择一类干米粉样品，按照《GB 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定》，采用微波消解法对其进行前处理，后续采用石墨炉原子吸收光谱法检测其中的镉含量。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)，原子吸收分光光度计，镉空心阴极灯等



2.2 试剂

硝酸(68%)，过氧化氢(30%)，镉标准溶液(1000mg/L)

3 实验方法

3.1 微波消解

将实验选取的干米粉样品粉碎，称取三组，每组质量约 0.5g (精确至 0.1mg)，置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸，然后将消解罐放置在赶酸器 120°C 预处理 30min 左右，待黄烟冒尽后，取下冷却，补加 2mL 过氧化氢，静置 10min，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	5
2	180	30

3.2 赶酸定容

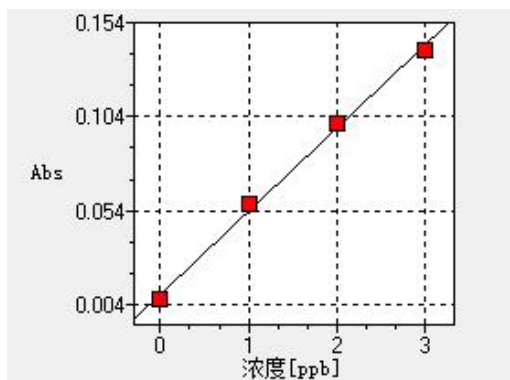
冷却后取出消解罐，在赶酸器上于 160°C 赶酸至 0.2mL 左右。消解罐放冷后，将消化液转移至 25mL 容量瓶中，用少量水洗涤消解罐 2~3 次，合并洗涤液于容量瓶中并用纯水定容至刻度，混匀备用。同时做试剂空白试验。

3.3 配制标液

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

镉标准使用液：准确吸取适量镉标准储备液于 50mL 容量瓶中，用硝酸溶液 (2%) 定容至刻度，得到含镉量分别为 0mg/L、1 μ g/L、2 μ g/L 和 3 μ g/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=0.0442，k0=0.0092
 相关性：0.99812

4 结果

实验选取的干米粉样品镉元素含量结果如下：

样品编号	检测结果/mg/kg	平均值/mg/kg	RSD/%
干米粉	0.426	0.424	0.49
	0.422		
	0.423		

实验结果 RSD 均小于 3%，表明平行性良好。

参考文献

[1] GB 5009.15 食品安全国家标准 食品中镉的测定