

微波消解-火焰原子吸收测大豆中的锌

1 前言

锌元素的生理功能，能维持人体正常食欲，缺锌会导致味觉下降，出现厌食、偏食甚至异食；锌还有帮助生长发育、智力发育、提高免疫力的作用。本文按照《GB 5009.14-2017 食品安全国家标准 食品中锌的测定》，采用微波消解法对大豆样品进行前处理，后续采用火焰原子吸收光谱法检测其中的锌含量。

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，锌空心阴极灯等



2.2 试剂

硝酸(68%)，过氧化氢(30%)，锌标准溶液(1000mg/L)

3 实验方法

3.1 微波消解

称取实验样品三组，每组质量约为 0.5g（精确至 0.1mg）。将称好的样品，置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸放置在赶酸器上 120℃预处理 30min，待黄烟冒尽后取下冷却，补加 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：

表一

阶段	温度/℃	压力/Mpa	升温时间/min	保温时间/min
1	150	2	8	2
2	170	2.5	3	2
3	190	3	3	20

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

锌标准曲线工作液：准确吸取锌标准溶液 0μL、10μL、20μL、30μL、40μL、50μL 于 50mL 容量瓶中，用硝酸溶液（2%）定容至刻度，即得到含锌量分别为 0mg/L、0.2mg/L、0.4mg/L、0.6mg/L、0.8mg/L 和 1mg/L 的标准系列溶液。

3.4 加标实验

称取实验样品三组，每组质量约为 0.5g（精确至 0.1mg）。将称好的样品，置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸放置在赶酸器上 120℃预处理 30min，待黄烟冒尽后曲线冷却，补加 1mL 过氧化氢和适量锌标准溶液，按照上述实验操作进行消解赶酸定容。

4 结果

实验选择大豆样品检测锌元素含量如下：

样品编号	检测值/mg/kg	平均值/mg/kg	RSD/%
1	15.60	15.75	2.33
2	16.30		
3	15.35		

锌加标回收实验结果如下：

样品编号	检测值/mg/kg	平均值/mg/kg	RSD/%	加标回收率/%
4	30.40	30.28	1.72	96.89
5	30.95			
6	29.50			

大豆样品的加标回收率为 96.89%，检测结果 RSD 均在 3%以内，表明平行性良好。

参考文献

[1] GB 5009.14-2017 食品安全国家标准 食品中锌的测定