

微波消解-石墨炉原子吸收测软骨素中的铅

1 前言

软骨素分子量一般为 2-5 万，白色粉末，具有较强吸水性、易溶于水并成为粘稠溶液，不溶于乙醇、乙醚、丙酮等有机溶剂。其化学组成是 D-葡萄糖醛酸和乙酰氨基已糖(葡萄糖和半乳糖)通过 1,3-b--苷键相联结的高聚物。用途：硫酸软骨素，是一种酸性粘多糖，为临床较常用的药物，用于某些神经性头痛、神经痛、关节痛、偏头痛、动脉硬化症等;也可用于链霉素引起的听觉障碍及肝炎等的辅助治。为了检测软骨素中的铅元素含量，我们选择微波消解对其进行前处理，后续采用石墨炉原子吸收光谱法检测其中的铅含量。

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，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

选取三种软骨素样品，每种样品称取三组，质量约 1g（精确至 0.1mg），置于消解罐底部，加入 10mL 硝酸，静置过夜。然后将消解罐放置在赶酸器上缓慢升温至 120℃，预处理 30min 左右，待黄烟冒尽后，取下冷却，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	5
2	180	40

3.2 赶酸定容

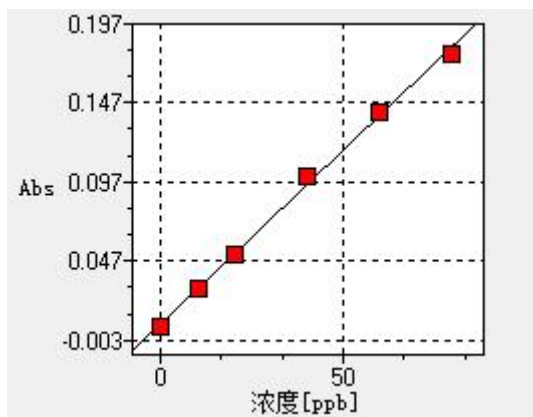
冷却后取出消解罐，在赶酸器上于 160℃ 赶酸至 0.2mL 左右。消解罐放冷后，将消化液转移至 10mL 容量瓶中，用少量水洗涤消解罐 2 次~3 次，合并洗涤液于容量瓶中并用纯水定容至刻度，混匀备用。同时做试剂空白试验。

3.3 配制标液

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、10μg/L、20μg/L、40μg/L、60μg/L 和 80μg/L 的标准系列溶液。

3.4 标准曲线



曲线方程：一次 $[A]=k_1[C]+k_0$
 方程系数： $k_1=0.0022$ ， $k_0=0.0076$
 相关性：0.99875

4 结果

检测发现样品中的铅含量均超出标准曲线范围，将溶液稀释后再进行检测，具体结果如下：

样品编号	检测结果/mg/kg	平均值/mg/kg	RSD/%
软骨素 1	7.04	7.16	2.51
	7.08		
	7.37		
软骨素 2	3.11	3.10	0.67
	3.08		
	3.12		
软骨素 3	2.44	2.44	0.24
	2.44		
	2.43		

实验结果 RSD 均小于 3%，表明平行性良好。