

## 微波消解-石墨炉原子吸收测压片糖中的铅

### 一、前言

压片糖又称粉糖或片糖，也常被称作汽水糖。它是以精制糖粉为主体，添加奶粉、香料等填充料和淀粉糖浆、糊精、明胶等粘合剂，经制粒压片成型的混合物。它无需加热熬煮，被称为冷加工工艺。

压片糖制造机理主要是借着压力把颗粒或细粉距离缩小至产生足够的内聚力而紧密结合的过程。疏松的颗粒彼此间的接触面积很小，距离大，只有颗粒内的内聚力，而没有颗粒间的粘着力。颗粒间有很大的间隙，间隙内充满着空气。在加压后，颗粒滑动挤紧，颗粒间的距离和间隙逐渐缩小，空气逐渐排出，若干颗粒或晶体被压碎，碎片被压而填入间隙，到达一定压力，颗粒接近到一定程度时，分子间的引力足够使颗粒结合成为整体的片状。

选择一类压片糖，使用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。

### 二、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)

### 三、实验方法

#### 3.1、微波消解

称取压片糖样品约 0.5g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，缓慢加入 10mL 硝酸(样品加酸后剧烈反应，生成大量棕黄色氮氧化物)，充分静置，待黄烟散尽后，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/°C	保温时间/min
1	150	5
2	180	30

### 3.2、赶酸定容

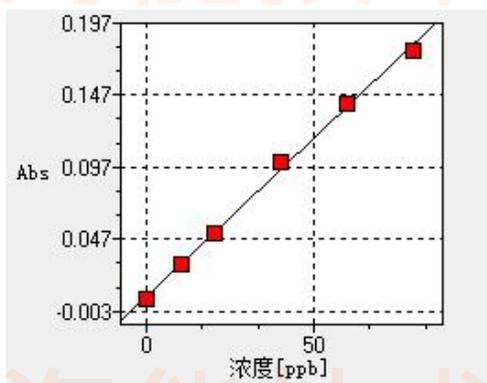
实验结束后，待冷却至 60℃ 以下，取出消解罐转移至通风橱中缓慢打开，放置在赶酸器上于 160℃ 赶酸至 0.2mL 左右。消解罐放冷后，将消化液转移至 10mL 容量瓶中，用少量水洗涤消解罐 2 次~3 次，合并洗涤液于容量瓶中并用纯水定容至刻度，混匀备用。同时做试剂空白试验。

### 3.3、配制标液

铅标准储备液：准确吸取铅标准溶液 50 μL 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 0 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、40 μg/L、60 μg/L 和 80 μg/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=0.0022，k0=0.0076

相关性：0.99875

## 四、结果与讨论

实验选择的压片糖样品，取样量为 0.5g，加入硝酸充分预消解后，组装消解罐上机进行微波消解，最高实验温度 180℃，保温 30min 左右，可完全溶解。采用石墨炉原子吸收分光光度计检测样品中的铅含量，结果如下：

表二

样品	检测结果/mg/kg	平均值/mg/kg	RSD/%
压片糖	0.826	0.814	1.42
	0.813		
	0.802		

样品中平均铅含量为 0.814mg/kg，实验结果 RSD 小于 3%，表明平行性良好。

## 五、注意事项

1. 样品与硝酸反应剧烈，应缓慢添加，防止液体溅出，同时实验人员应做好防护。
2. 采用低温加热方式进行预消解时应分段升温，防止反应过于剧烈，样品冲出罐口。