

微波消解-ICP 测定月饼中重金属含量

古代月饼被作为祭品于中秋节所食。发展到今天市场上的月饼各式各样，有些月饼包装盒用再生材料合成，含有汞和镉是两种毒性较大的重金属。汞在被人体食用后会沉入肝脏中，对大脑、神经、视力破坏极大。镉可取代骨骼中部分钙，引起骨骼疏松软化而痉挛，严重者引起自然骨折甚至是致畸。镉还会导致高血压，引起心脑血管疾病，破坏肝肾，并能引起肾功能衰竭。我们的吃的月饼重金属含量究竟超标吗？我们取了几份主流品牌的月饼样品检测！

依据食品检测标准用微波消解后在 ICP-AES 上定性分析，首先检测哪些重金属能在 ICP-AES 上检出，月饼中究竟有哪些重金属超标，下来我们开始试验吧！

一、实验部分

1、仪器及材料

实验仪器：APL 微波消解仪（奥谱勒（APL）仪器有限公司） SPS8000（北京科创海光公司）、电子分析天平（赛多里斯科学仪器有限公司）、可调试电热板；马弗炉、瓷坩埚、比色管。

试剂 盐酸（HCl）：优级纯；

硝酸（HNO₃）：优级纯；

过氧化氢（H₂O₂）：优级纯；

硼氢化钾（KBH₄）：分析纯；

氢氧化钾（KOH）：优级纯；

重铬酸钾（K₂Cr₂O₇）：优级纯；

高纯氩气（99.99 %）；

Hg 单元素标准溶液（国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院）

2、样品处理过程

称取约 0.5g 干样置于 100 毫升聚四氟乙烯塑料内罐中，加 8 mL 硝酸，混匀后再加 1 mL 过氧化氢，盖上内盖放入外套中，旋紧密封。然后将消解罐放入 APL 微波消解仪中加热，程序升温：120℃ 15min，160℃ 15min，冷至室温。将消解液用纯水定量转移，再用水定容到 25 mL，摇匀。同时做试剂空白试验。待测。

二、实验过程：

1、实验仪器：SPS8000（北京科创海光公司）、电子分析天平（赛多里斯科学仪器有限公司）、可调试电热板；马弗炉、瓷坩埚、比色管

2、仪器条件:

项目	数值
雾化器室 (CHMB)	0.5L/min
辅助气 (AUX)	0.6L/min
等离子气 (PLA)	16—17L/min
压力	0.2MPa
温度	20
电压	380V、220V

3、定性测定结果

SPS8000 ICP原子发射光谱仪

定性分析结果

2012年9月17日

文件名 : 米奇黑芝麻月饼.ana
 批注 :
 测定日 : 2012年9月17日
 样品名 : 米奇黑芝麻月饼

元素

No	元素	判定结果	浓度下限	浓度上线	分析线1	分析线2	分析线3
1	Ti	**	0.034	0.134	0.067	0.062	0.073
2	V	—	0.000	0.005	0.005		
3	Cr	—	0.000	0.006	0.028		
4	Mn	**	0.338	1.351	0.675	0.640	0.632
5	Fe	**	1.506	6.022	3.011	3.528	2.590
6	Co	—	0.000	0.008	0.008		
7	Ni	—	0.000	0.007	0.068		
8	Cu	**	0.119	0.477	0.239	0.185	0.250
9	Zn	*	0.155	0.620	0.310	0.847	0.834
10	Al	—	0.000	0.028	0.821		
11	Se	—	0.000	0.050	0.193		
12	As	—	0.000	0.051	1.739		
13	Ge	—	0.000	0.020	0.020		
14	Sb	—	0.000	0.034	0.120		
15	Sn	—	0.000	0.027	0.158		
16	Cd	—	0.000	0.003	0.003		
17	Pb	—	0.000	0.072	0.244		
18	Bi	—	0.000	0.035	0.035		
19	Te	—	0.000	0.034	0.101		
20	Hg	—	0.000	0.017	0.065		

波长数据库

波长数据库:

波长容许误差	:	0.010nm	0.010nm
空白变动率	:	20.0%	20.0%
浓度容许率	:	200%	
分辨率	:	0.008nm	0.008nm
高频功率	:	1.2Kw	
高频功率(碱)	:	1.2Kw	

定性分析结果

定性分析结果

2012年9月17日

文件名 : 米奇黑芝麻月饼.ana
 批注 :
 测量日 : 2012年9月17日
 样品名 : 米奇黑芝麻月饼

元素

No	元素	判定结果	浓度下限	浓度上线	分析线1	分析线2	分析线3
1	Ti	**	0.034	0.134	0.067	0.062	0.073
2	V	—	0.000	0.005	0.005		
3	Cr	—	0.000	0.006	0.028		
4	Mn	**	0.338	1.351	0.675	0.640	0.632
5	Fe	**	1.506	6.022	3.011	3.528	2.590
6	Co	—	0.000	0.008	0.008		
7	Ni	—	0.000	0.007	0.068		
8	Cu	**	0.119	0.477	0.239	0.185	0.250
9	Zn	*	0.155	0.620	0.310	0.847	0.834
10	Al	—	0.000	0.028	0.821		
11	Se	—	0.000	0.050	0.193		
12	As	—	0.000	0.051	1.739		
13	Ge	—	0.000	0.020	0.020		
14	Sb	—	0.000	0.034	0.120		
15	Sn	—	0.000	0.027	0.158		
16	Cd	—	0.000	0.003	0.003		
17	Pb	—	0.000	0.072	0.244		
18	Bi	—	0.000	0.035	0.035		
19	Te	—	0.000	0.034	0.101		
20	Hg	—	0.000	0.017	0.065		

波长数据库

波长数据库:

波长容许误差	:	0.010nm	0.010nm
空白变动率	:	20.0%	20.0%
浓度差容许率	:	200%	
半峰宽	:	0.008nm	0.008nm
高频功率	:	1.2Kw	
高频功率(碱)	:	1.2Kw	

定性分析结果

备注: 定性结果判定: “—”代表此元素未检出;
 “*”代表此元素含量在检出限附近;
 “**”代表明显能检出此元素;
 结果中浓度不能代表样品浓度, 只能做大概参考。

4、结果判定

现在把 GB 2762-2005 中提到的重金属 As、Pb、Hg、Se、Cr、Al、Cd 按照仪器的最低检出限, 计算出相应的最低检出含量, 判定重金属是否超标, 判定结果见下表:

元素名称	GB 2762-2005 中 限量/(mg. Kg-1)	ICP-AES 检出限/(ug. ml-1)	最低检出含量 /(mg. Kg-1)	是否合格
As	0.2	0.05	0.5	不一定
Pb	0.2	0.02	0.2	合格
Hg	0.02	0.04	0.4	不一定
Se	0.3	0.05	0.5	不一定
Cr	1	0.001	0.01	合格
Al	100	0.005	0.05	合格
Cd	0.5	0.0015	0.015	合格

根据 GB2762-2005 中食品重金属限量，可以得出，以上两种月饼中重金属 Pb、Cr、Al、Cd 含量不超标；重金属 As、Hg、Se 含量不确定，需要 AFS 测定。