



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23870—2009

---

## 蜂胶中铅的测定 微波消解-石墨炉原子吸收分光光度法

Determination of Pb in propolis—  
Microwave digestion-graphite furnace atomic absorption spectrophotometry

2009-05-26 发布

2009-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中华全国供销合作总社提出。

本标准由全国蜂产品标准化工作组归口。

本标准起草单位：南京大学、江苏老山生物科技有限公司、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中国农业科学院蜜蜂研究所。

本标准主要起草人：练鸿振、陈坤、吴斌、沈东旭、沈崇钰、丁涛、周金慧、李公海、王鹏。

# 蜂胶中铅的测定

## 微波消解-石墨炉原子吸收分光光度法

### 1 范围

本标准规定了蜂胶中铅含量的微波消解-石墨炉原子吸收分光光度检测方法。

本标准适用于蜂胶中铅含量的测定。

本标准检测低限为 0.04 mg/kg。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

### 3 方法原理

试样中加入硝酸和过氧化氢,经过微波消解后,测定其在 283.3 nm 处的吸光度。测定结果与标准系列比较定量。

### 4 试剂和材料

除非另有说明,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 浓硝酸:优级纯。

4.2 过氧化氢(30%)。

4.3 磷酸二氢铵。

4.4 硝酸镁。

4.5 基体改进剂(1%磷酸二氢铵和 0.06%硝酸镁的混合溶液):称取磷酸二氢铵 1.000 g 和硝酸镁 0.060 g,溶解定容至 100 mL。

4.6 2%硝酸(1+50,体积比)。

4.7 铅标准溶液

4.7.1 铅标准储备溶液:可按 GB/T 602 方法配制,或者向国家认可的销售标准物质单位购买,质量浓度为 1 mg/mL。贮存在 4 °C 冰箱中。有效期 6 个月。

4.7.2 铅标准中间溶液:取铅标准储备溶液(4.7.1)2.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用 2%硝酸(4.6)稀释定容,摇匀。此液 1 mL 相当于 20.0 μg 的铅。贮存在 4 °C 冰箱中。有效期 1 个月。

4.7.3 铅标准工作溶液:取铅标准中间溶液(4.7.2)用 2%硝酸(4.6)稀释成 2 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL、50 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL 等不同浓度。当天使用。

### 5 仪器与设备

5.1 石墨炉原子吸收分光光度计。

5.2 铅空心阴极灯。

5.3 微波消解仪(带高压消解罐)。

5.4 分析天平:感量 0.001 g。

注:所用玻璃器皿均需以硝酸(4.6)浸泡过夜,用水反复冲洗,最后用去离子水冲洗干净。

## 6 试样的制备与保存

### 6.1 试样的制备

将同一份样品的所有蜂胶块(取约 50 g~100 g)置于冷冻条件下冷冻,待其变硬变脆后,用木锤敲打成小碎块,水溶条件下用高速组织捣碎机粉碎后,过 14 目筛,混匀。

在制样的操作过程中,应防止样品污染或发生残留物含量的变化。

### 6.2 试样的保存

将试样置于密闭干燥容器中。

## 7 测定步骤

### 7.1 提取

称取约 0.5 g(精确到 0.001 g)蜂胶样品置于消解罐中,注意不要让样品沾在罐内壁上,加入 3 mL 硝酸(4.1)、1 mL 过氧化氢(4.2)和 4 mL 水,按附录 A 进行微波消解。消解结束后自然冷却 2 h~3 h,转移入 25 mL 容量瓶中,用少量水荡洗消解罐 2 次~3 次,一并转移进容量瓶中,用水稀释至刻度,样品溶液待测。同时做空白试验。

### 7.2 测定

#### 7.2.1 仪器参数

吸收线 283.3 nm,狭缝宽度 0.7 nm,灯电流 10 mA。测量模式:峰面积;进样体积:20  $\mu$ L;基体改进剂:5  $\mu$ L;塞曼背景校正;测量方式:标准曲线法。石墨炉升温程序参见附录 B。

#### 7.2.2 石墨炉原子吸收法测定

##### 7.2.2.1 标准曲线绘制

将铅标准工作溶液(4.7.3)和基体改进剂(4.5)放在样品架上,按照仪器测定条件设定工作程序并开始测定,根据峰面积定量。

##### 7.2.2.2 样品测定

将样品测定液和基体改进剂(4.5)放在样品架上,按照仪器测定条件设定工作程序并开始测定,根据峰面积定量。由标准曲线求出样品测定液的浓度。

### 7.3 空白试验

除不加入试样外,按上述步骤进行。

## 8 结果计算

样品中铅的含量按式(1)进行计算,结果需扣除空白值。

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——被测铅元素含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c——从标准曲线上查得的试样溶液中铅的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

c<sub>0</sub>——从标准曲线上查得的空白试验中铅的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V——被测样品溶液的体积,单位为毫升(mL);

m——试样质量,单位为克(g)。

## 9 回收率范围和精密度

运用本法对蜂胶样品进行加标回收实验。

添加水平为 0.5 mg/kg 时,回收率范围 84%~104%,相对标准偏差为 6.5%。

添加水平为 1.0 mg/kg 时,回收率范围 84%~103%,相对标准偏差为 5.8%。

添加水平为 5.0 mg/kg 时,回收率范围 90%~102%,相对标准偏差为 4.8%。

附录 A  
(资料性附录)  
微波消解参数

表 A.1 微波消解参数

步 骤	时间/min	功率/W	温度/℃
1	5	800	140
2	6	800	190
3	6	800	190

附 录 B  
(资料性附录)  
石墨炉升温程序

表 B.1 石墨炉升温程序

温度/℃	升温时间/s	保持时间/s	气体流量/(L/min)
预干燥温度 110	1	30	250
干燥温度 130	15	30	250
灰化温度 850	10	20	250
原子化温度 1 800	0	5	0
净化温度 2 450	1	3	250