

# 巧克力中的镉 (Cd) 分析 (石墨炉法)

食品法规委员会针对食品安全与品质制定了国际标准，其中明确规定巧克力中镉 (Cd) 的标准值应严格控制在0.8 mg/kg或0.9 mg/kg (视可可粉含量而定)。在种植巧克力原材料可可豆的过程中，可可豆会吸收土壤和水中的镉。镉的高浓度摄入可能会引起肾功能衰竭。因此出于人体健康考虑，食品法规委员会作了此项规定。

下面介绍巧克力中镉的测定实例，首先对高纯度可可巧克力进行微波消解，然后通过石墨炉原子吸收法测定镉。



原子吸收分光光度计ZA3000

## 使用微波消解装置对样品进行前处理

- ✓微波消解装置采用CEM Japan生产的MARS6™。
- ✓酸解时使用的容器为耐高温耐高压酸解容器iPrep™。
- ✓首先抽取0.5g样品，在10mL硝酸溶液中分解后，纯水稀释定容至100mL(200倍稀释)。



图1 微波消解装置MARS6



图2 酸解容器iPrep



图3 iPrep组成配件

表1 微波消解用的样品和酸

样品名称	样品提取量	酸的种类	酸容量
高纯度可可巧克力①	0.5055 g	硝酸	10 mL
高纯度可可巧克力②	0.5038 g	硝酸	10 mL

表2 微波消解条件

升温时间	分解温度	保持时间
25 min	210 °C	15 min

✓iPrep™的组成配件少，上手简单，即使对于难分解的样品，也能轻松彻底分解。

✓iPrep™的样品分解量是其他容器的2倍左右。

✓因此，在使用原子吸收法的分析过程中，可以准确检测出微量元素。

“MARS6”以及“iPrep”是CEM Japan公司的注册商标。

### 【KEY WORDS】

食品、巧克力、镉、石墨炉、食品法规委员会、Codex、微波、酸解、MARS6、iPrep、CEM、Food、Cd、Pyro HR、AA、ZA3000、ZA3700、GA

## 巧克力中的镉分析

- ✓ 为确保测定结果的准确性，向分解液中添加0.4 μg/L的镉，相当于标准值0.8 mg/kg的1/10，进行回收实验。
- ✓ 标准溶液和样品溶液的峰形状不同，因此可以采用峰面积法计算回收率，计算得出回收率在100±5%以内。

### ■ 测量条件

表3 镉的测量条件

Element	Cd
Instrument	ZA3000
Atomization	GA
Wavelength	228.8 nm
Lamp Current	7.5 mA
Slit Width	1.3 nm
Cuvette	Pyro HR

表4 镉的测量参数

Meas. Mode	Working Curve
Signal Mode	BKG Correction
Curve Order	Linear
Calculation	Peak Area
Time Constant	0.1 s
Temp. Control	ON

表5 石墨炉自动进样器参数

Sample Volume	10 μL
Addition	Speed : 4

表6 基体改进剂

Matrix Modifier	100 mg/L Pd/Mg
Volume	10 μL
Order	After

表7 镉的温度程序

Stage	Start / End Temp. (°C)	Heating / Holding Time (s)	Gas Flow rate (mL/min)	Gas
1-Dry	80 / 120	40 / 0	200	Normal
2-Dry	120 / 300	20 / 0	200	Normal
5-Ash	300 / 300	20 / 0	200	Normal
9-Atom.	1500 / 1500	0 / 3	30	Normal
10-Clean	2800 / 2800	0 / 4	200	Normal

### ■ 测量结果

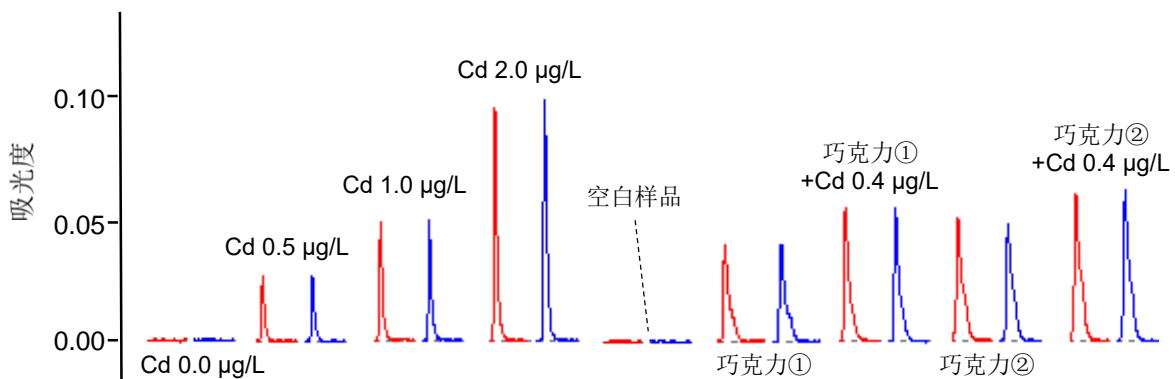


图3 镉的原子吸收曲线图

表8 巧克力中镉的测量结果

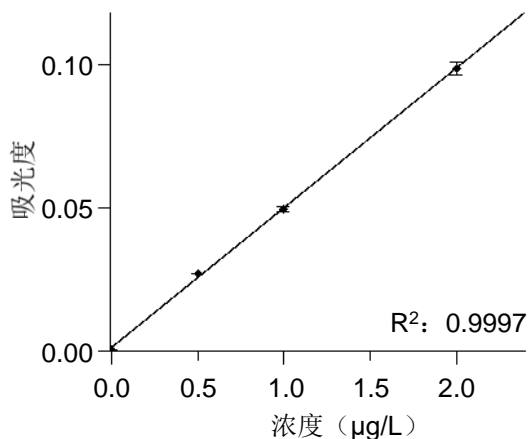


图4 镉的标准曲线图

ID	样品名称	吸光度 (峰面积)	测定值 (μg/L)	原料换算 (mg/kg)	回收率 (%)
STD 1	Cd 0.0 μg/L	0.0002	-	-	-
STD 2	Cd 0.5 μg/L	0.0073	-	-	-
STD 3	Cd 1.0 μg/L	0.0140	-	-	-
STD 4	Cd 2.0 μg/L	0.0274	-	-	-
UNK 1	空白样品	0.0004	ND (<0.07)	ND (<0.014)	-
UNK 2	巧克力①	0.0181	1.31	<b>0.26</b>	95
UNK 3	巧克力① +Cd 0.4 μg/L	0.0232	1.69	-	
UNK 4	巧克力②	0.0256	1.86	<b>0.37</b>	105
UNK 5	巧克力② +Cd 0.4 μg/L	0.0312	2.28	-	