

原子吸收分光光度法快速测定大米中的镉

AAS-009

摘要：大米样品用硝酸及过氧化氢微波消解后，大米试液中的镉用原子吸收石墨炉法测定，线性相关系数为 $R=0.9998$ ，回收率为 $100.30 \sim 106.59\%$ ，方法检出限为 $0.07 \mu\text{g/L}$ ，该方法具有更好的精密度和灵敏度，操作简便等优点。

关键词：大米 镉 原子吸收 石墨炉

食品的质量安全问题已成为政府有关部门乃至普通百姓关注的焦点之一，其中有毒重金属超标和污染问题不容乐观，尤其是近期针对大米中重金属镉超标最为引人注目。目前，对铅和镉的测定多采用石墨炉原子吸收法，其样品前处理方法通常是干灰化法或湿消解法。这些方法的缺点是操作繁琐。试剂用量较大，危险性高，易受沾污和损失，测定周期较长，影响因素多，测定的准确度不易控制。微波消解是一种新的样品消解方式，它与传统的加热方式不同，能加热所有的样品溶液而不加热容器。能使溶液快速沸腾，还能引起酸与样品之间较大的热对流，搅动并清除已消解的不活泼样品表层，使酸与样品更好接触，达到快速消解的目的，其优点是消解速度快，试剂用量少。操作简单安全，大大减少易挥发元素的损失和实验环境对样品的污染，降低了空白值，提高了方法的灵敏度和准确度。本文利用微波消解对不同产地大米进行样品消化处理，用石墨炉原子吸收法快速测定大米中的镉含量。

实验部分

1.1 仪器配置

AA 7000(岛津)
循环冷却水
氩气

1.2 实验条件

波长：228.8 nm
狭缝：0.7 nm
点灯方式：BGC-D₂
灯电流：8 mA

1.3 试剂

硝酸(优级纯)
双氧水(优级纯)

1.4 样品前处理

称取大米试样0.5 g，置于聚四氟乙烯消解罐中。分别加入浓硝酸5 mL和双氧水2 mL，轻轻晃动几下使混合均匀，盖好罐盖，套紧外罐，放入微波消解仪。设置消解分析条件，消解完毕取出消解罐，冷却后开罐，将消解液于电热板上赶尽，定容至25 mL后稀释测定。

实验结果

2.1 标准曲线

配制镉标准工作曲线溶液(Cd: 0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00 $\mu\text{g/L}$)。

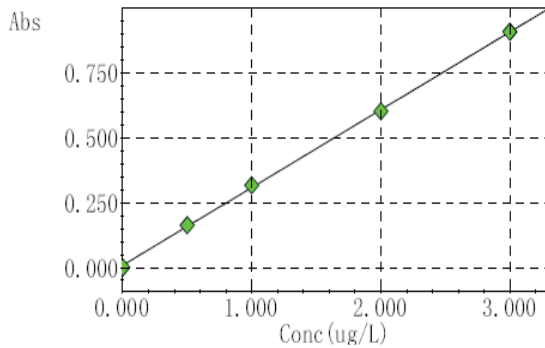


图1 工作曲线图

在0.00~3.00 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9998$ 。

2.2 样品测定结果

分别测定湖南大米1#、湖南大米2#、东北大米1#和东北大米2#四个不同产地的大米试样中的镉含量，测定结果如下：

表1 样品测定结果

样品名称	测定结果(mg/kg)	RSD%
湖南大米 1#	1.28	0.33
湖南大米 2#	1.36	0.31
东北大米 1#	0.11	0.37
东北大米 2#	0.13	0.26

2.3 检测限及加标回收实验

在选定条件下对空白样品测定11次，根据3倍的标准偏差除以曲线斜率算得方法检测限为 $0.07 \mu\text{g/L}$ 。以同样前处理方法测定值为本底并以湖南1大米试样#进行加标回收率实验，回收率数据如下表2所示：

表2 样品回收率

样品名称	测定含量	加标量	测定总量 (mg/L)	回收率 (%)
湖南 1#	0.51	0.50	1.04	106.59
			1.01	100.30
			1.03	105.00

总结

采用岛津AA7000参照国家标准分析方法(SN0778-1999)，建立了一种新型高准确度测定大米中镉含量的分析方法，该方法具有更好的精密度和灵敏度，操作简便等优点。本方法适用于国家及地方级粮食质量检测机构及粮油质量检测中心快速测定大米中的重金属。