

石墨炉原子吸收法测定水产品中铅、镉元素的含量

AAS-083

摘要: 参考GB/T 5009.12-2010和GB/T 5009.15-2003方法标准,采用石墨炉原子吸收法测定了水产品中铅和镉的含量。实验结果表明,铅和镉的线性关系良好 ($R \geq 0.9993$),样品回收率测定数据良好(回收率 >95%)。该方法方便可靠,适合测定水产品中铅和镉元素的含量。

关键词: 水产品 石墨炉 原子吸收

随着人们生活水平的提高,鱼、虾蟹等水产品逐渐成为餐桌上不可缺少的菜肴。目前环境水体的污染,使得水产品中的重金属含量超标,对人体产生危害。2005年发布的GB 2733-2005鲜、冻动物性水产品卫生标准中,

对各类水产品中Pb、Cd等重金属的最高限值作了明确的规定。本文参考GB/T 5009.12-2010和GB/T 5009.15-2003方法标准使用石墨炉原子吸收法分别测定了市售鱼肉中的铅和镉的含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品(30%硝酸浸泡24小时);实验所用酸均为电子纯试剂,实验用水为超纯去

离子水。

1.3 仪器条件和参数

配制铅和镉混合标准溶液。仪器稳定后,按照表1仪器工作条件,利用标准曲线法测定。

表1 石墨炉法工作条件

元素	波长 (nm)	石墨管 类型	点灯方式	灰化		原子化	
				温度(°C)	时间(s)	温度(°C)	时间(s)
Pb	283.3	热解涂层	BGC-D ₂	800	20	2200	2
Cd	228.8	热解涂层	BGC-D ₂	500	20	2200	2

注:测定时Pb Cd均加入5 μ L 100 μ g/mL的硝酸钡作为基体改进剂

1.4 样品的前处理

称取鱼肉样品0.5005g于聚四氟乙烯内罐,加硝酸6mL浸泡过夜后,加2mL H₂O₂,盖好内盖,放入微波消解装置中,190°C保持20min,自然冷却至室温。取出样品,在180°C下电热板赶酸至近干。用1%的硝酸将样品残渣洗入25mL容量瓶中,并定容,混匀备用;同时作试剂空白。

结果讨论

2.1 标准曲线及方程式

配制20.0 μ g/L铅和2.0 μ g/L镉混合标准溶液,利用自动进样器自动稀释功能制备系列标准溶液,用石墨炉原子吸收仪测定。标准系列见表2。

表 2 标准曲线浓度

元素	仪器测定方法	标准曲线浓度(μg/L)				
Pb	石墨炉法	0	2	5	10	20
Cd	石墨炉法	0	0.2	0.5	0.8	-

标准曲线如下:

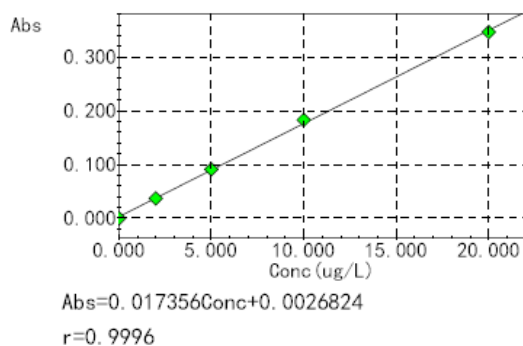


图 1 铅元素的标准曲线

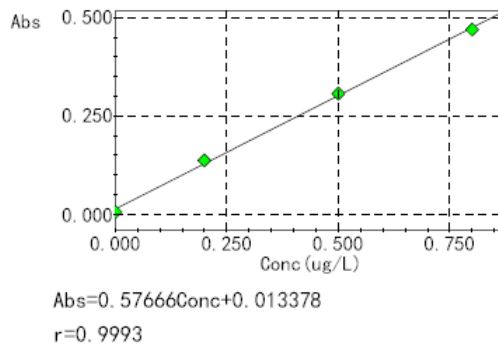


图 2 镉元素的标准曲线

2.2 仪器检出限

对空白标准溶液进行 10 次测定, 3 倍的标准偏差除以斜率计算得到检出限, 其结果见表 3。

表 3 各元素的检出限

元素名称	Pb	Cd
检出限 (μg/L)	0.050	0.010

2.3 样品测定结果及标准添加回收率对比

按实验方法对水产品样品进行测定分析, 分析结果见表 4。

表 4 测定结果

元素名称	Pb	Cd
称样量 (g)	0.5005	0.5005
样品溶液测定结果 (μg/g)	1.6315	0.1032
样品含量 (μg/g)	0.0815	0.0052
加标量 (μg/g)	2.50	0.50
加标后浓度 (μg/g)	4.0629	0.5827
回收率 (%)	97.26	95.90

■ 结论

本文参考食品安全国家标准 GB/T 5009.12-2010 和 GB/T 5009.15-2003，使用石墨炉原子吸收法测定了水产样品中铅和镉的含量。实验结果表明，各元素线性关系良好 ($R \geq 0.9993$)，两种元素标准添加回收率均在 95% 以上，测定结果与回收率数据良好。该方法操作简便，适合测定水产品中铅和镉的含量。