

# 原子吸收测定浓缩果汁中的铅和镉

AAS-036

**摘要：**本文参考出入境检验检疫行业标准《进出口果汁中铅、镉、砷、汞检测方法》，利用原子吸收分光光度法对不同种类浓缩果汁中铅和镉元素的含量进行了测定。实验结果表明，铅的回收率为 95.2%，线性相关系数达到 0.9999，镉的回收率为 98.7%，线性相关系数达到 0.9996，该方法操作简便，完全能满足浓缩果汁中铅和镉元素的分析要求。

**关键词：**浓缩果汁进出口原子吸收分光光度法

中国是浓缩果汁生产大国，也是最大的果汁出口国。在过去十多年时间里，逐渐形成了显著的集群化特征，山东、天津、吉林、河北、新疆等少数省区市已经成为中国果汁产业的主要聚集地。

目前美国等主要果汁进口国对浓缩果汁质量问题尤为关注，对果汁重金属等指标进行严格控制。

本文参考 SNT 2006-2007《进出口果汁中铅、镉、砷、汞检测方法》及相关食品卫生标准，通过石墨炉原子吸收法对浓缩果汁中铅和镉含量进行了测定。

## 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

实验所用玻璃器皿和消解罐均用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时，HNO<sub>3</sub> 试剂优级纯试剂，实验用水均为超纯水。

### 1.3 仪器条件及参数

配制 Pb、Cd 的标准溶液。仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 元素石墨炉原子化条件参数

元素	波长 ( nm )	光谱 通带 ( nm )	灯电流 ( mA )	干燥		灰化		原子化		清洁	
				温度 ( °C )	时间 ( s )	温度 ( °C )	时间 ( s )	温度 ( °C )	时间 ( s )	温度 ( °C )	时间 ( s )
Pb	283.3	0.7	10	120	20	800	10	2000	3	2500	2
Cd	228.8	0.7	8	120	20	500	10	2200	3	2400	2

### 1.4 样品前处理

将样品摇匀处理后，准确称量 0.5 g 样品至 100 mL 玻璃烧杯中，加入 10 mL 浓硝酸，1 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>，在电热板上加热。加热时保持液体不沸腾，当烧瓶中液体样品蒸至近干时，取下冷却至室温。待冷却后再分别转移至微波消解罐中，添加 5 ml 浓硝酸，1 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>，然后在微波消解仪中进行消解。消解完后，在 170℃ 的电热板上赶酸，直到浓硝酸的白烟冒尽，然后取下静置至室温。

样品处理好之后，转移至 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（1+99）清洗微波消解罐，并定容至标线，摇匀，待测。同样方法制备样品空白溶液。

## 结果讨论

### 2.1 浓缩果汁中铅含量测定

#### （1）线性方程和检出限

进样总体积 25 μL，其中样品 20 μL，添加 5 μL 氯化钡（200 ppm）为基体改进剂。对铅的工作曲线溶液进行测定，工作曲线如下图：

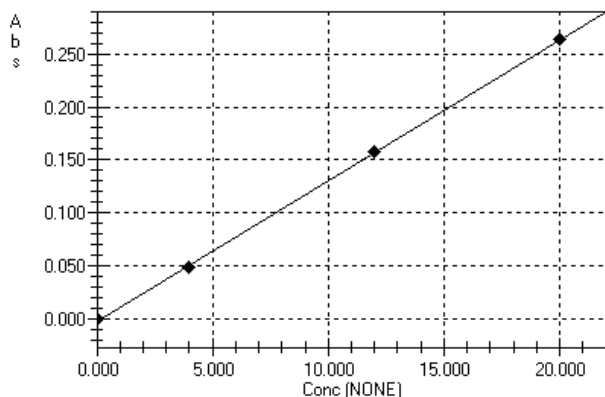


图1 测定铅的工作曲线

工作曲线方程为  $Abs=0.013264Conc-0.0019220$ ，相关系数  $r=0.9999$ 。

按照实验方法，对空白溶液重复测定 10 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得检出限，铅的检出限为  $0.2 \mu\text{g/L}$ 。

### (2) 样品测定结果

本实验对两种浓缩果汁中铅的测定结果其结果见表 3。

表 2 果汁中铅的分析结果

元素	样品名称	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	样品含量 ( $\text{mg/Kg}$ )	RSD (%)
Pb	苹果汁	1.34	0.13	0.36
	红薯汁	3.36	0.33	1.03

### (3) 加标回收实验

表 3 铅的回收试验结果

元素	加标前 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
Pb	3.36	5	7.96	95.2

## 2.2 果汁中镉含量测定

### (1) 线性方程和检出限

进样总体积  $30 \mu\text{L}$ ，其中样品  $20 \mu\text{L}$ ，添加  $10 \mu\text{L}$  硝酸镉 ( $200 \text{ ppm}$ ) 为基体改进剂。对镉的工作曲线溶液进行测定，工作曲线如下图：

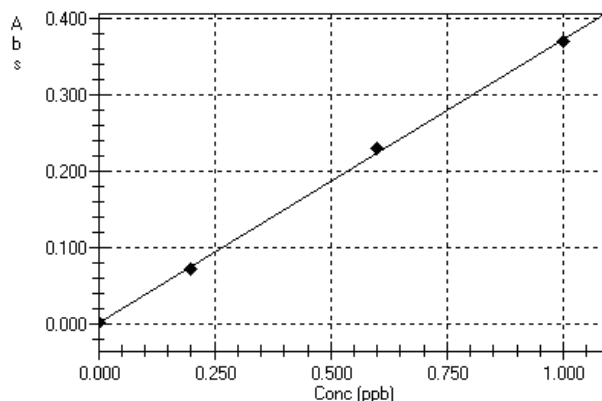


图 2 镉的工作曲线

工作曲线方程为  $Abs=0.37143Conc+0.0019220$ ，相关系数  $r=0.9996$ 。按照实验方法，对空白溶液重复测定 10 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得检出限，镉的检出限为  $0.02 \mu\text{g/L}$ 。

### (2) 样品测定结果

表 4 果汁中镉的分析结果

元素	样品名称	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	样品含量 ( $\text{mg/Kg}$ )	RSD (%)
Cd	苹果汁	ND	-	3.73
	红薯汁	0.04	4	1.35

### (3) 加标回收实验

表 5 镉的回收试验结果

元素	加标前 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标后 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
Cd	0.04	0.3	0.3	98.7

## 结果与讨论

本方法采用电热板、微波联合消解浓缩果汁样品，该方法具有简单易行、测定结果的精确度和精密度高等特点，完全能满足浓缩果汁中的铅和镉元素分析要求。