

悬浮液直接进样石墨炉原子吸收光谱法测定大米中的镉含量

AAS-070

摘要：将 GBW10010 大米标准样品悬浮在 1.2 g/L 琼脂溶液中，采用悬浮液直接进样 – 石墨炉原子吸收光谱法测定了大米中的镉含量。该方法前处理简单，分析速度快，可有效提高分析检测效率。

关键词：大米 镉 直接进样 石墨炉 标准加入法

“镉大米”事件经媒体曝光后，引起了全社会的广泛关注。大米是人们生活中最普遍的主食来源之一，快速准确测量大米中的镉含量具有非常重要的意义。

常规的检测方法需要将大米样品消解后进行检测，常用的消解方法包括有湿法消解、干式灰化和微波消解等，即使是这其中最快速的微波消解法，整个消解和赶

酸过程加起来也要耗费不低于 3 h

本文采用将大米粉末悬浮于琼脂溶液中，悬浮液直接进样 – 石墨炉原子吸收光谱法准确测定了大米中的镉含量。本方法不需消解样品，有效的节省了样品前处理的时间，可达到快速准确分析的目的。

实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-6300C 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

玻璃器皿（烧杯和容量瓶）经 30% 硝酸浸泡并以超纯水冲洗干净后使用；

实验所用硝酸为优级纯试剂，水为超纯去离子水，琼脂为生化试剂。

1.3 样品前处理

1.3.1 制备琼脂溶液

准确称取 0.12 g 琼脂粉末于 200 mL 烧杯中，加入

100 mL 水，置于电热板上加热煮沸至溶液透明，补加水至 100 mL，静置冷却至室温后去除其表层薄膜待用。

1.3.2 制备悬浮液

准确称取 0.25 g 标准大米样品于 25 mL 容量瓶中，以 1.2 g/L 琼脂溶液定容至刻度，震荡涡旋均匀后以 1% 硝酸溶液稀释 2.5 倍待测。

同法不加入标准大米样品制备空白。

1.4 仪器条件和参数

采用悬浮液直接进样 – 石墨炉法进行实验，其中仪器光学参数和石墨炉升温程序分别参照表 1 和表 2

表1 光学参数

元素	检测波长 (nm)	点灯方式	狭缝宽 (nm)	灯电流 (mA)
Cd	228.8	BGC-D2	0.7	8

表2 石墨炉升温程序

	温度 (°C)	时间 (s)	加热方式	气体流量
1	90	10	RAMP	0.10
2	90	10	STEP	1.00
3	150	5	RAMP	1.00
4	250	10	RAMP	0.10

5	500	10	RAMP	1.00
6	500	10	STEP	1.00
7	500	3	STEP	0.00
8	2200	2	STEP	0.00
9	2400	2	STEP	1.00

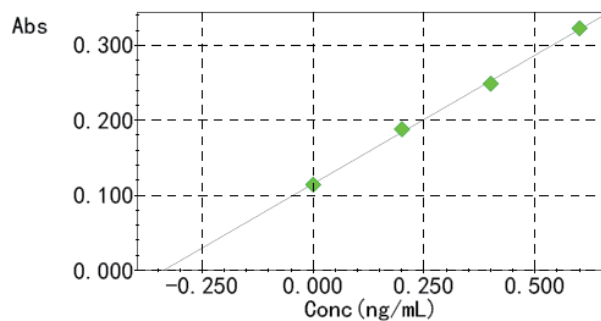
■ 结果与讨论

2.1 标准曲线及方程式

在悬浮液中按照表 3 浓度加标，以标准加入法得标准曲线如图 1 所示。

表3 样品加标浓度及吸光度

标准曲线	加标浓度 (ng/mL)	吸光度 (Abs.)
BLK		0.0116
MSA1	0	0.1142
MSA2	0.2	0.1878
MSA3	0.4	0.2483
MSA4	0.6	0.3224



$$\text{Abs} = 0.34255\text{Conc} + 0.11541$$

$$r = 0.9992$$

图1 Cd标准曲线

在加标浓度范围内，Cd 的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9992$ 。

2.2 样品检测结果和精密度

以标准加入法计算大米标准样品中 Cd 的含量，并考察了重复进样的 RSD，具体结果见表 4。

表4 大米样品中Cd元素测定结果

元素	检测含量 (ng/mL)	称样量 (g)	定容体积 (mL)	稀释倍数	实样浓度 (ng/g)	参考浓度 (ng/g)	RSD (%)
Cd	0.3369	0.2560	25	2.5	82.25	87±5	3.04

2.3 实验要点

- (1) 琼脂粉末在室温下不溶于水，需加热使其溶解；
- (2) 琼脂溶液浓度对于悬浮体系的稳定性影响较大，当浓度过低时，形成的悬浮体系易分层；
- (3) 琼脂溶液粘稠度较大，若使用 ASC 自动稀释、加标进样，则无法得到好的结果；
- (4) 去溶剂阶段，使温度在 90°C 保持 10~15 s，防止样品暴沸；
- (5) 为消除基体效应干扰，采用标准加入法测定样品。

■ 结论

将 GBW10010 大米标准样品悬浮在 1.2 g/L 琼脂溶液中，采用悬浮液直接进样 - 石墨炉原子吸收光谱法测定了大米中的镉含量。同将样品消解后分析相比，节省了大量前处理的时间，可有效提高分析速度。