

# 快速消解法 – 石墨炉原子吸收光谱法测定大米中的镉含量

AAS-071

**摘要:** 将国家标准物质 GBW10044 和 GBW10045 大米标准样品用不完全消解法处理,并用 AA-7000 石墨炉进行测定。该方法前处理简单,分析速度快,结果准确稳定,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

食品的质量安全问题已成为社会各界关注的焦点之一,其中有毒重金属超标和污染问题不容乐观。“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,整个前处理过程繁琐费时。

本文采用快速消解法,将样品粉末用纯水润湿,加入 0.5 mL 浓硝酸,120°C 加热 30 分钟,稍冷后,用 0.1% 的曲拉通水溶液定容,摇匀待测。

此方法准确测定了大米中的镉含量。本方法不需对样品进行全消解,有效节省了品前处理的时间,可达到快速准确分析的目的。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-7000 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。曲拉通 (Triton X-100)

### 1.3 样品前处理

样品粉末置于 15 mL 塑料刻度离心管中,加入 1.5 mL 纯水将样品润湿,加入 0.5 mL 浓硝酸,涡旋均匀。在 120°C 下加热 30 分钟,稍冷后,用 0.1% 曲拉通水溶液定容,摇匀待测。同法制备样品空白。

### 1.4 仪器条件和参数

石墨炉法分析,仪器光学参数和石墨炉升温程序分别参照表 1 和表 2。自动进样器进样,进样量 10  $\mu$ L, 100 mg/L 硝酸钯水溶液 5  $\mu$ L

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-D <sub>2</sub>	0.7	8

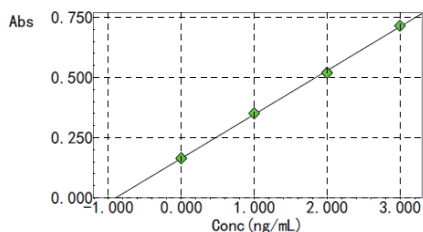
表2 石墨炉升温程序

	温度 (°C)	时间 (s)	加热方式	气体流量
1	150	20	RAMP	1.00
2	250	10	RAMP	0.10
3	500	10	RAMP	1.00
4	500	10	STEP	1.00
5	500	3	STEP	0.00
6	2200	2	STEP	0.00
7	2400	3	STEP	1.00

## 结果与讨论

### 2.1 标准加入法曲线

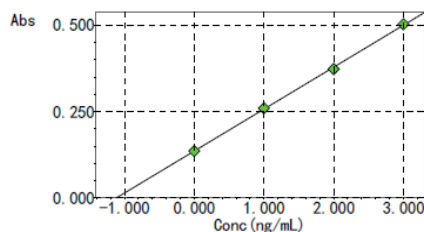
把 GBW10044 和 GBW10045 样品溶液分别加标，以标准加入法测定，曲线如图 1 所示。



$$\text{Abs}=0.18211\text{Conc}+0.16446$$

$$r=0.9996$$

图1 GBW10044的标准加入曲线



$$\text{Abs}=0.12147\text{Conc}+0.13562$$

$$r=0.9997$$

图2 GBW10045的标准加入曲线

在加标浓度范围内，Cd 的吸光度与浓度线性关系良好。

### 2.2 样品检测结果和精密度

分别以标准加入法测定样品空白以及大米标准样品中 Cd 的含量，测定结果与标准值符合良好，请见表 3

表3 样品测定结果

元素	样品名称	称样量 (g)	定容体积 (mL)	样品空白 (ng/mL)	溶液浓度 (ng/mL)	样品含量 (ng/g)	标准值 (ng/g)	RSD (%)
Cd	GBW10044	0.5003	10.0	0.0647	0.9031	16.77	18±2	5.85
	GBW10045	0.5088	100.0	0.1136	1.116	197	190±20	0.10

为考察样品检测的重复性，连续测定 GBW10044 两个平行样，每个进样 20 次，结果见表 4

表4 GBW10044重复性测定结果

元素	平行样	称样量 (g)	定容体积 (mL)	溶液测定结果 (ng/mL)	溶液浓度 (ng/g)	进样次数	RSD (%)
Cd	1	0.5041	10.0	0.1621	0.8914	20	4.36
	2	0.5028	10.0	0.1643	0.9031	20	5.85

### 2.3 方法讨论

样品溶液摇匀并且静置一段时间后，未消解完全的样品颗粒会发生沉降。为考察样品均一性的影响，将 GBW10045 样品溶液摇匀，并分为两份。一份摇匀后马上测定；另一份静置过夜后测定。实验结果表明两份样品的测定结果基本一致（如表 5）。而且，在精密度测试过程中，GBW10044 样品溶液在近一个小时过程中，样品连续进样 20 次，结果稳定。可以推断，利用此测定方法，样品溶液静置过程，颗粒沉降对 Cd 元素测定结果没有明显影响。

表5 GBW10045不同处理方法样品溶液测定结果对比

元素	样品	溶液测定结果 (ng/mL)	进样次数	RSD (%)
Cd	静置过夜后溶液	1.15	3	1.07
	摇匀后样品溶液	1.17	3	0.35

样品基体较复杂, 建议用标准加入法测定。如果样品数量多, 并且有相似的基体组成, 可以使用 WizAard 软件“简单标准加入法”功能, 即用标准加入法测定其中一个样品, 其它样品都利用此曲线相同的斜率进行测定。这样更加简便地测量大量样品。样品表实例请看下图。

测量顺序	功能	测量内容	C#
1	MSA	(测量样品 A 标准加入 0 ppb)	01
2	MSA	(测量样品 A 标准加入 10 ppb)	01
3	MSA	(测量样品 A 标准加入 20 ppb)	01
4	MSA	(测量样品 A 标准加入 30 ppb)	01
5	MSA-RES	(显示未知样品 A 的浓度结果)	01
6	SMSA	(测量样品 B)	01
7	SMSA	(测量样品 C)	01

图3 简单标准加入法测量步骤

## ■ 结论

将 GBW10044 和 GBW10045 大米标准样品用不完全快速消解法处理样品, 石墨炉原子吸收光谱法测定了大米中的镉含量, 样品测定结果稳定, 且与标准值对应良好。同传统样品消解方法相比, 本方法节省了大量前处理的时间, 可有效提高分析速度。