

火焰捕集原子吸收光谱法测试饮料中的铅、镉含量

AAS-098

摘要：使用火焰捕集器安放在原子吸收光谱仪的燃烧头上，延长了气态原子蒸汽在光路中的停留时间，从而提高灵敏度。通过对饮料中元素铅、镉在原子吸收光度计上的测定，实验表明，该方法的灵敏度提高 2~3 倍。参考标准 GB/T 5009-2010 食品中铅、镉的测定方法，以火焰捕集原子吸收光谱法测定了饮品中的铅、镉元素含量，获得了满意的结果。较之石墨炉原子吸收光谱法具有快速、简便的特点，弥补了火焰法灵敏度不足的问题，具有较大的实用价值。

关键词：火焰捕集 原子吸收 铅 镉

食品、环境分析中，铅、镉等元素的微量分析经常需要到次微量级，常规的火焰原子吸收光度法的灵敏度达不到要求，而石墨炉分析时，费时费力，特别是当样品中含高浓度的盐类等复杂基质时，严重的干扰直接影响分析结果的准确性。火焰原子捕集器，可以提高常规火焰原子吸收法的灵敏度，是测试次微量级含量样品的快速有效的方法。通过对元素铅、镉在原子吸收光度计

上的测定，实验表明，该方法的灵敏度提高 2~3 倍。

本文参考标准 GB/T 5009.12-2010《食品中铅的测定》、GB/T 5009.125-2010《食品中镉的测定》，采用湿法消解处理样品，使用岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计检测了饮料中的铅和镉，并通过加标回收实验进行了方法验证。

火焰原子捕集器原理及构造

石英原子捕获器，是一个双狭缝石英管，底部狭缝长 100 mm，上部狭缝 80 mm，沿光路放置在燃烧头上，火焰从底部较长缝隙进入，从上部较短缝隙出去，使得火焰在石英管中停留更长时间，从而提高了火焰中的气态原子蒸汽的密度，进而提高灵敏度。



图1 火焰原子捕集器

实验部分

2.1 实验仪器、器皿及试剂

岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计

实验所用器皿为玻璃制品 (30% 硝酸浸泡 24 小时)，实验所用酸均为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

2.2 仪器条件和参数

按照表 1 条件, 设置仪器工作参数。

表1 仪器工作条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Pb	283.3	Air-C ₂ H ₂	BGC-D ₂	0.7	10	1.5	15.0
Cd	228.8	Air-C ₂ H ₂	BGC-D ₂	0.7	8	1.5	15.0

2.3 样品的前处理

量取 50.0 mL±0.1 mL 样品于玻璃烧杯中, 加入 5 mL 硝酸, 轻摇放置几分钟, 置于电热板上, 缓慢加热挥发水分至 5 mL 左右, 冷却至室温, 滤去沉淀。过滤转移至 50 mL 容量瓶中, 纯水定容。同时做样品空白。

结果讨论

3.1 原子捕集器灵敏度效果讨论

仪器的测定条件见表 1。原子捕集器与普通火焰法的标准曲线见图 2。按照吸光度为 0.0044 对应的浓度为灵敏度计算, 两种方式得到的灵敏度及检出限对比结果见表 3。

表2 标准曲线浓度

元素	测定方法	标准曲线浓度 (mg/L)					
Pb	火焰法	0	0.1	0.2	0.5	1.0	2.0
Cd	火焰法	0	0.01	0.02	0.05	0.1	--

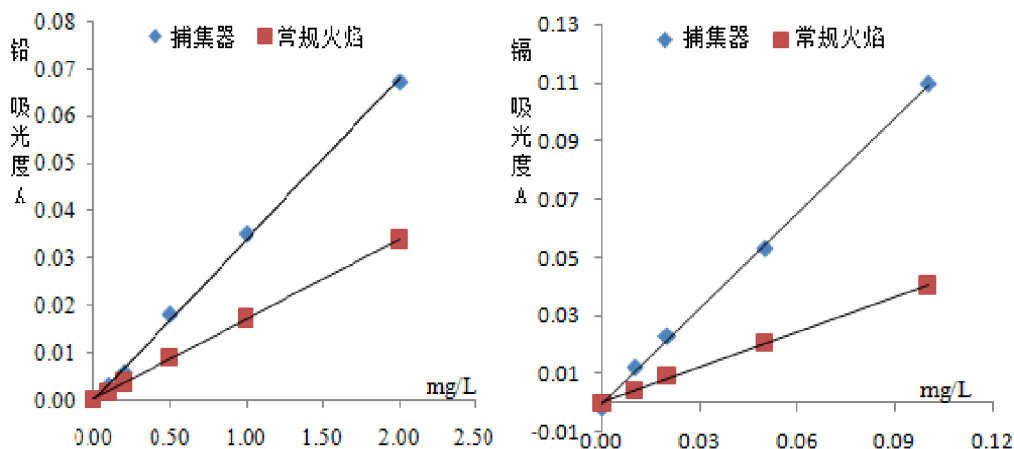


图2 原子捕集器与常规火焰法测试Pb、Cd标准曲线对比图

表3 灵敏度及检出限结果对比

元素	原子捕集法		常规火焰法	
	灵敏度 (S/mg·L ⁻¹)	检出限 (mg·L ⁻¹)	灵敏度 (S/mg·L ⁻¹)	检出限 (mg·L ⁻¹)
Pb	0.13	0.043	0.29	0.10
Cd	0.0040	0.00082	0.011	0.0022

由表 3 结果比较 可以看出, 火焰原子捕集器可使 Pb、Cd 元素的灵敏度提高 2~3 倍。

3.2 样品测定结果及回收率实验

使用火焰原子捕集器，按实验方法对样品进行分析，及回收率实验。结果见表 4。

表4 样品分析结果及回收率

元素	称样量 (mL)	定容体积 (mL)	测定结果 (mg/L)	样品空白 (mg/L)	加标量 (mg/L)	测试值 (mg/L)	回收率 (%)	RSD(n=3) (%)
Pb	50	50	ND.	ND.	0.20	0.18	92.5	1.77
Cd	50	50	ND.	ND.	0.02	0.019	99.0	2.89

■ 结论

本文采用湿法消解处理样品，使用岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计和火焰原子捕集器检测了饮料中的铅、镉，实验表明，该方法较常规火焰法，灵敏度提高 2~3 倍。实验通过加标回收实验进行了方法验证，结果令人满意。火焰原子捕集器是连接常规火焰法和石墨炉法之的桥梁，既可以提高测试元素的灵敏度，也提高了分析效率，是一种简单易行的有效方法。