

石墨炉原子吸收光谱法测定豆粉中镉

AAS-002

摘要：本文研究了石墨炉原子吸收光谱法测定豆粉中的微量镉，使用干法灰化消解样品，以硝酸钡作为基体改进剂，采用优化后的石墨炉升温程序，测定结果与样品标准值相符，相对偏差为7.7%，测定检出限为0.03 ng/mL，线性范围为0~2.0 ng/mL。

关键词：石墨炉 原子吸收法 豆粉 镉

为保证食品卫生，防止食品污染和有害因素对人体的危害，国家制定了食品卫生法，对食品中的重金属进行检测。食品中造成镉污染的可能因素有：植物吸收、食品加工储存及运输过程中使用的器皿含镉，含镉的土壤、粮食、牧草通过食物链进入人体会慢慢积累，镉在肾脏和骨骼中会取代骨中钙，使骨骼严重软化。其潜伏期可长达10~30年，且早期不易觉察。资料表明，人体内镉的生物学半衰期为20~40年，镉对人体组织和器官的毒害是多方面的，且治疗极为困难。镉是环境污染、环境医学和食品卫生分析中必测的毒性元素之一，目前有使用化学显色法分析镉含量，该方法程序繁琐，操作技术要求高，也有使用极谱法，但重现性较差。本文使用原子吸收石墨炉法定量分析豆粉中镉，由于前处理湿式消解要使用大量酸试剂，可能带来较高空白，本法使用干式灰化法进行样品的前处理。

实验部分

1.1 仪器配置

岛津AA6800原子吸收分光光度计
ASC-6100自动进样器
热解涂层石墨管
镉空心阴极灯

1.2 实验条件

装置 AA-6800
元素 Cd
灯电流低(毫安) 8
波长(nm) 228.8
狭缝宽(nm) 2.0
点灯方式 BGC-D₂
进样体积 20 μL
基体改进剂 5 μL 500 μg/mL硝酸钡溶液

升温程序：

No.	温度 (°C)	时间 (s)	流量 (L/min)
1	120	20	0.10
2	250	10	0.10
3	600	10	1.00
4	600	10	1.00
5	600	3	0.00
6	1700	2	0.00
7	2200	2	1.00

1.3 样品前处理

称取1 g样品于瓷坩埚中，先低温在电炉上炭化至无烟，移入马弗炉480°C灰化4 h后冷却，用1%(体积比)硝酸将灰分溶解，将试样消解液洗入25 mL容量瓶，用水少量多次洗涤坩埚，洗液合并于容量瓶并定容至刻度，再稀释10倍后测定。同时作试剂空白。

结果讨论

2.1 标准曲线及检出限

配制0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 ng/mL镉标准溶液, 按实验方法测定吸光度。结果表明: 镉含量在0~2.0 ng/mL内与吸光度呈线性关系, 以吸光度对镉的浓度绘制校准曲线, 镉的线性回归方程为 $y=0.3344x+0.01820$, $r=0.9996$, 校准曲线线性良好。用11次空白测定标准偏差的3倍除以校准曲线斜率得本方法的检出限为0.03 ng/mL。

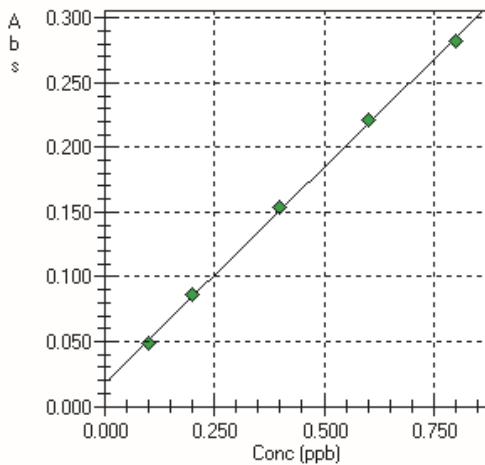


图1 镉的标准曲线

2.2 实验结果

元素	豆粉 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	相对偏差 (%)
Cd	0.013	0.012	77

2.3 实验讨论

2.3.1 实验前处理过程中要注意控制较低的炭化温度, 马弗炉灰化温度也要严格控制, 否则会造成镉的丢失, 使实验结果偏低。

2.3.2 由于豆粉成分复杂, 石墨炉法测定会产生较高的背景信号, 所以在保证测定灵敏度的前提下, 前处理时应尽可能少称量样品或定容至大体积, 并在测定过程中使用基体改进剂以提高灰化温度, 降低基体信号。

结论

采用干法灰化消解样品, 选择硝酸钡作基体改进剂, 原子吸收石墨炉法测定豆粉中痕量镉, 测定值和标准值相符。