

# Chelex-100螯合树脂分离石墨炉原子吸收法测定酱油中镉和铅

## AAS-007

**摘要：**通过对样品前处理的优化，建立石墨炉原子吸收法测定酱油中镉和铅的分析方法。本方法将酱油经湿法消解成澄清溶液，通过Chelex-100螯合树脂分离后，直接用原子吸收分光光度计测定其中有害元素铅和镉含量。实验加标回收率在98.0%-100%之间，能够很好满足食品行业高盐样品的分析要求。

**关键词：**石墨炉 原子吸收光谱法 酱油 镉 铅 树脂分离

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。含镉和铅的食物进入人体会慢慢积累，而铅和镉是公认的致癌重金属元素，人们越来越关注食品中铅和镉的含量。对于诸如酱油、咸菜等高盐食品中铅和镉的检测是近来分析工作者感兴趣的课题。目前普遍使用分析方法是石墨炉原子吸收法，但多数是使用消解液直接进样，由于样品的基体是高盐成份，背景干扰严重。此方法的稳定性差，分析结果不理想，数据精度差，且对石墨管的损坏大，造成分析成本增加。本文采用Chelex-100树脂成功地将铅和镉进行分离，除去高盐基体然后石墨炉原子吸收法检测，避免了高盐背景对测定的影响，同时降低了检出限，为高盐样品中铅和镉的检测提供了很好的方法。

## 实验部分

### 1.1 仪器配置

岛津AA6300C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  
铅空心阴极灯

### 1.2 主要试剂

镉标准储备溶液：1 mg/mL  
铅标准储备溶液：1 mg/mL  
硝酸：BV-Ⅲ级；高氯酸：优级纯；水：二次去离子水；  
Chelex-100树脂：BIO-RAD(美)公司，100-200目

### 1.3 实验条件

元素	Cd	Pb
波长(nm)	228.8	283.3
狭缝(nm)	0.7	0.7
灯电流(mA)	8	10
扣背景方式	BGC-D <sub>2</sub>	BGC-D <sub>2</sub>

石墨炉升温程序：

元素	Cd	Pb
干燥温度(°C)	150	150
干燥时间(s)	20	20
灰化温度(°C)	300	400
灰化时间(s)	20	20
原子化温度(°C)	1800	2000
原子化时间(s)	2	2

#### 1.4 样品前处理

称取酱油样品1 g于250 mL烧杯中，于电炉盘上低温加热至干，加入5 mL混酸(硝酸+高氯酸= 9:1)静置过夜，确认溶液为浅色透明则消解完全。继续赶酸(控制盐不能析出)，加入10 mL水，用氢氧化钠调节pH值5~6，通过分离柱 $Pb^{2+}$ 和 $Cd^{2+}$ 吸附在树脂上，大部分基体氯化钠流出；用纯水10 mL淋洗残余在树脂缝隙间的氯化钠，最后用10 mL 1.6 N硝酸洗脱、收集，定容20 mL，待测。

#### 1.5 小型阳离子交换树脂柱的制备

在离子交换柱底部垫晴纶棉，将Chelex-100树脂5.0 g置于100 mL烧杯中，加50 mL水，用玻璃棒搅拌后，用吸管将适量树脂转入柱内，然后加0.5 cm高的晴纶棉，用玻璃棒压紧。此时树脂层高度为5 cm，树脂层体积为0.5 mL。使用前，用1.6 N硝酸20 mL平衡柱，流速1 mL/min，备用。

## 结果讨论

### 2.1 标准曲线及检出限

用1%硝酸(体积比)配制镉和铅的标准溶液，按实验方法测定吸光度。结果表明：镉含量在0~5 ng/mL内，铅含量在0~60 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。对空白标准溶液中的分析元素进行10次测定，计算出标准偏差(SD)，按 $DL=3 \times SD$ 公式计算，在检测溶液中铅检出限为0.50 ng/mL，镉为0.03 ng/mL。

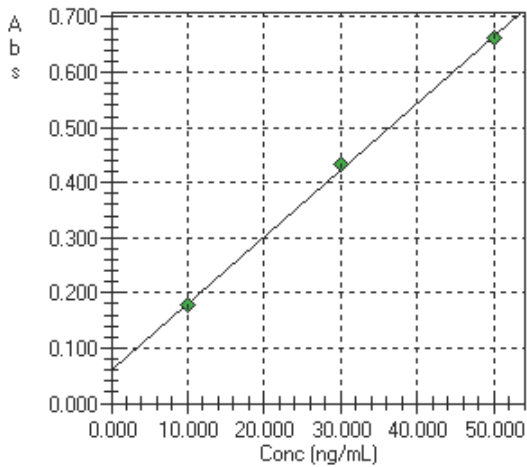


图1 铅工作曲线( $r=0.9995$ )

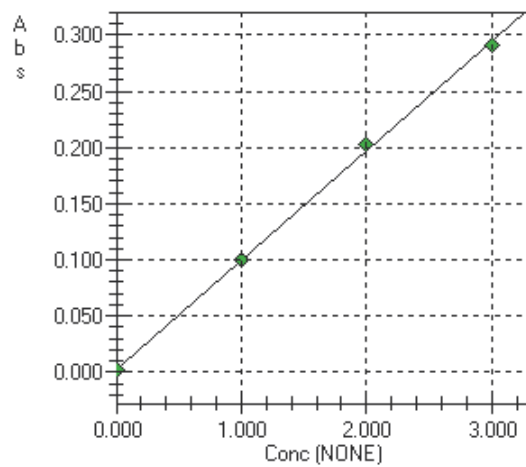


图2 镉工作曲线( $r=0.9996$ )

### 2.2 实验结果

元素	Cd	Pb
测定值(mg/kg)	未检出	0.86
RSD(%) $n=6$	—	3.16
加入值(ng/mL)	1.0	30.0
回收率(%)	98.5	99.1

## 结论

高盐样品经过Chelex-100螯合树脂，可以使样品中微量 $Pb^{2+}$ 、 $Cd^{2+}$ 与氯化钠基体选择性地分离，有效消除了基体背景对测定的影响，无需使用基体改进剂就可得到了较好的分析结果。实验加标回收率在98.0%-100%之间，可以满足食品质量检验的要求。