

等离子体发射光谱法等三种方法测定马铃薯中镉

郑红艳, 余明星, 卓海华

(长江流域水环境监测中心, 湖北 武汉 430051)

摘要: 采用 IRIS ER/S Duo ICP 测定马铃薯中的镉元素含量, 并与火焰原子吸收法和石墨炉原子吸收法的测定作一比较, 3 种方法的检测限分别为 0.001 mg/L、0.004 mg/L 和 0.25 ng/L, 加标回收率均在 95%~102% 范围内, 相对标准差 < 10%。

关键词: 等离子体发射光谱法; 火焰原子吸收法; 石墨炉原子吸收法; 镉; 马铃薯

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2004)06-0029-02

To Detect Cd in Potato with Plasma Emission Spectrum Method

ZHENG Hong-yan, YU Ming-xing, ZHUO Hai-hua

(Water Environment Monitoring Center of Changjiang Watershed, Wuhan, Hubei 430051, China)

Abstract: To detect Cd in potato with IRIS ER/S Duo ICP. Determination results was compared with flame AAS and graphite furnace AAS. Their detection limit were 0.001 mg/L, 0.004 mg/L and 0.25 ng/L. Sample recovery rate was 95%~102%, RSD was all less 10%.

Key words: Plasma emission spectrum; Flame AAS; Graphite furnace AAS; Cd; Potato

镉可在人体内积蓄, 由于慢性中毒可导致“骨痛病”, 严重时骨骼变形, 肌肉萎缩, 引发合并症而死亡。如果食用受镉污染的土壤所种植的作物或食用受到镉污染的水浇灌的作物, 将对人造成危害。因而测定马铃薯中镉含量对了解种植作物的土壤中镉含量水平和马铃薯食用安全性具有一定的实际意义。

一般采用火焰原子吸收法(FASS)、石墨炉原子吸收法(GFAAS)和等离子体发射光谱法(ICP)测定镉。火焰原子吸收法操作简便、快速、重复性好, 但方法灵敏度较低, 用带有原子捕获器(1只长120 cm, 上下开槽的石英管)的火焰装置, 可使火焰法灵敏度提高3~5倍, 有望能满足该测定的要求。石墨炉法的灵敏度比火焰法要高出百倍以上, 且可用自动进样改善测定的精密度。等离子体发射光谱法具有同时测定多种元素、准确、可靠、快捷、检测限低和线性范围宽等特点。今将这3种分析方法用于马铃薯中镉的测定, 并对测定结果进行比较。

1 试验

1.1 主要仪器和试剂

IRIS ICP 全谱直读等离子体发射光谱仪, 中阶梯光栅, 512*512 象素电荷注入检测器; SOLAAR 989 火焰原子吸收光谱仪; SOLARM 6 石墨炉原子吸收光谱仪; 均为美国 Termo Elemental 公司。重蒸去离子水, 电导 < 1.0 μ S/cm; 硝酸, 硫酸, 过氧化氢, 均为 GR; 1 000 mg/L 镉标准储备液: 称取光谱纯金属镉 1.000 g 溶解于 6 mol/L HCl 中, 用 0.3 mol/L HCl 稀释至 1 L, 使用时用水逐级稀释至所需浓度。

1.2 工作参数

ICP 工作参数列表 1。

FAAS 工作参数: 灯电流 5 mA, 狭缝宽度 0.5 nm, 测量时间 4 s, 空气 6.5 L/min, 乙炔 1.1 L/min。

GFAAS 工作参数列表 2。

收稿日期: 2004-01-30; 修订日期: 2004-08-31

作者简介: 郑红艳(1975-), 女, 湖北孝感人, 助理工程师, 大专, 从事光谱分析工作。

表 1 ICP 发射光谱工作参数

波长 <i>N</i> /nm	高频功率 <i>P</i> /kW	冷却气 <i>q_c</i> /(L·min ⁻¹)	辅助气 <i>q_v</i> /(L·min ⁻¹)	载气 <i>p</i> /MPa	雾化 <i>p</i> /MPa	蠕动泵 <i>w</i> /(rad·min ⁻¹)	提升量 <i>q_v</i> /(mL·min ⁻¹)	积分时间 <i>t</i> /s	冲洗时间 <i>t</i> /s
214.438	1.15	14	1.85	0.5	172	130	1.2	10	4

表 2 GFAAS 工作参数

阶段	温度 <i>θ</i> /°C	时间 <i>t</i> /s	斜坡升温 <i>θ</i> /(°C·s ⁻¹)	氩气 <i>q_v</i> /(L·min ⁻¹)
干燥 1	100	15	10	0.2
干燥 2	150	10	10	0.2
灰化	500	5	150	0.2
原子化	2 000	2	-	停气
清洗	2 500	3	-	0.2

1.3 样品处理

用流水洗净样品上的泥沙,再用去离子水清洗,然后用滤纸吸去表面水分,去皮、粉碎,充分混匀后晾干。分别称取 0.500 g(用于 GFAAS 法)和 5.00 g(用于 FAAS 和 ICP 法)各两份于 200 mL 烧杯中,各自加入浓硝酸、浓硫酸 5 mL,在电热板上缓缓加热,直到硫酸冒烟。取下冷却,加过氧化氢

5 mL,再缓缓加热分解,反复加硝酸和过氧化氢直至溶液变为透明淡黄色液体,移入 50 mL 容量瓶中,定容至刻度,摇匀待测。

2 结果与讨论

2.1 分析谱线的选择

在无其他元素谱线干扰下,选择最灵敏的谱线作分析线。经多次试验确定镉最佳光谱线为: AAS 法 228.8 nm, ICP 法 214.41 nm。

2.2 GFAAS 法温度选择

为使能引起干扰测定的基体尽量挥发,又保证镉不受损失,通过原子化-灰化曲线,选择出最大信号的最低温度,多步斜坡升温将干燥分为 100 °C 和 150 °C 两步,以防止样液暴溅,确保干透,见表 2。

2.3 标准曲线

标准曲线的线性范围及回归方程见表 3。

表 3 标准曲线线性范围及回归方程

FAAS 法 ρ /(mg·L ⁻¹)						GFAAS 法 ρ /(μg·L ⁻¹)				ICP 法 ρ /(mg·L ⁻¹)			
0.010	0.020	0.030	0.040	0.050	0.060	0.50	1.00	3.00	5.00	0.05	0.10	0.50	1.00
$y = 1.489x$						$y = 0.169x$				$y = 0.1847x + 0.0254$			
$y = 0.9999$						$y = 0.9990$				$y = 0.9999$			

2.4 检测限

连续测定空白溶液 20 次,用 3 倍标准偏差作为方法检测限,ICP 法、GFAAS 法和 FAAS 法分别为 0.001 mg/L、0.25 ng/L 和 0.004 mg/L。

2.5 精密度

用 3 种方法对不同浓度镉标准溶液,进行 7 次重复测定,精密度见表 4。

表 4 3 种方法测定不同镉浓度的精密度

方法	FAAS 法	GFAAS 法	ICP 法
测定均值 ρ /(mg·L ⁻¹)	0.090	3.0 ^①	0.998
RSD/%	< 0.5	< 3	< 0.9

① 测定均值单位 μg/L。

2.6 加标回收率

参照国家食品卫生标准中规定马铃薯的镉含量,向样品中加入 0.1 mg/L 镉标准溶液 1 mL 进行回收试验。结果表明,FAAS 法为 98%,GFAAS 法为 95%,ICP 法为 102%。

采用火焰原子吸收法、石墨炉原子吸收法和等离子体发射光谱法测定马铃薯中的镉,测定结果方法间无显著性差异,平行关系较好。加标回收率在 95%~102% 之间。因此这 3 种方法具有可替代性。各实验室可根据自身仪器配备情况,选择不同方法。测定了采集样品镉的含量为 0.256 mg/kg,而《国家食品卫生标准》中规定马铃薯中镉含量不得超过 0.10 mg/kg,因此及时检测马铃薯中镉含量,对确保人民身体健康具有实际意义。