

岛津AA-6880原子吸收应用数据集册



目 录

AA-6880 应用数据集册	2
原子吸收光谱法测定蜂蜜中的钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、锰、铬、铅和镉含量.....	3
火焰原子吸收法测定大米中铜、铁、锌、钙、镁和锰的含量.....	8
AA-6880 测定皮蛋中的铜、锌、铅、镉、铬和砷含量.....	11
氢化物吸收原子吸收法测定蔬菜中的砷和汞含量.....	15
火焰原子吸收法测定面粉中的滑石粉.....	18
石墨炉原子吸收法测定儿童钙片中的铅和镉含量.....	21
冷原子吸收法测定儿童钙片中的汞含量.....	24
火焰原子吸收法测定橡胶制品中的铜、锰、铁、锌、铅和镉含量.....	27
高温火焰原子吸收法测定工业循环水中铝离子含量.....	31
AA-6880测定农用粉煤灰中的铜、钼、镍和铍含量.....	34
火焰原子吸收法测定飞灰中的镍、铜、铅、锌和镉含量.....	38

AA-6880应用数据集册

原子吸收光谱法测定蜂蜜中的钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、锰、铬、铅和镉含量

摘要: 参考《GB/T 18932.12-2002 蜂蜜中钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、锰、铬、铅和镉含量的测定方法 原子吸收光谱法》标准, 使用原子吸收分光光度法测定了蜂蜜中 11 种元素的含量。实验结果表明, 该方法所得各元素标准曲线线性关系良好, 检出限低, 回收率好, 适合蜂蜜中 11 种元素含量的测定。

关键词: 蜂蜜 原子吸收 微量元素

蜂蜜是人们日常生活中最常用的滋补品之一, 其营养丰富, 除含有维生素、果糖、葡萄糖、氧化酶、还原酶等有机营养物质之外, 还富含钙、镁、铜、铁、锌、锰、钾、钠等对人体有益的无机盐, 具有滋养、润燥、解毒、润肠通便之功效, 具有良好的保健作用。同时, 由于环境污染、生产过程污染等原因, 还有可能含有铬、铅、镉等有害元素。

本文参考《GB/T 18932.12-2002 蜂蜜中钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、锰、铬、铅和镉含量的测定方法 原子吸收光谱法》, 使用原子吸收光谱法测定了经过微波消解后的蜂蜜中这 11 种元素的含量。

1 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-6880 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿包括玻璃器皿和聚四氟乙烯容器 (30% 硝酸浸泡 24 小时); 实验所用硝酸为优级纯试剂, 过氧化氢为分析纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

1.3 仪器条件和参数

配置 11 种元素的一系列标准溶液, 其中钾和钠标准溶液中加入 0.15% 硝酸锂作为电离抑制剂, 钙和镁标准溶液中加入 0.1% 氯化锶作为释放剂, 实际样品中同样加入相同浓度的硝酸锂和氯化锶。仪器稳定后, 按表 1 和表 2 中的仪器工作条件, 标准曲线法计算结果。

表 1 火焰法工作条件

元素	波长		燃烧头高度 (mm)	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
	(nm)	火焰类型						
K	766.5	Air-C ₂ H ₂	7	NON-BGC	1.0	10	2.0	15.0
Na	589.0	Air-C ₂ H ₂	7	NON-BCG	0.2	12	1.8	15.0
Ca	422.7	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.7	10	2.0	15.0
Mg	285.2	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.7	8	1.8	15.0
Zn	213.9	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.7	8	2.0	15.0
Fe	248.3	Air-C ₂ H ₂	9	BGC-D2	0.2	12	2.2	15.0
Cu	324.8	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.7	8	1.8	15.0
Mn	279.5	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.2	10	2.0	15.0
Cr	357.9	Air-C ₂ H ₂	11	BGC-D2	0.7	10	3.6	15.0

表 2 石墨炉法工作条件

元素	波长 (nm)	光谱		灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清洁	
		通带 (nm)	点灯方式		温度	时间	温度	时间	温度	时间	温度	时间
					(°C)	(s)	(°C)	(s)	(°C)	(s)	(°C)	(s)
Pb	283.3	0.7	BGC-D2	10	120	20	700	10	2000	3	2500	2
Cd	228.8	0.7	BGC-D2	8	120	20	500	10	2000	3	2400	2

注：样品加标量为 20 μL，并加入 5 μL 30 mg/L 硝酸钡作为基体改进剂

1.4 样品前处理

称取 2.0 g 蜂蜜样品于聚四氟乙烯消解罐中，加入 10 mL 硝酸和 2 mL 30% 过氧化氢，常温下静置 30 min。将消解罐置入微波消解仪内，设定升温程序，消解温度在 15 min 内升至 200℃，保持此温度 20 min。待消解液温度降至 50℃ 以后，取出消解罐，将罐内液体转移至 50 mL 聚四氟乙烯烧杯内，以少量水多次冲洗消解罐并转移冲洗液至聚四氟乙烯烧杯内。

将聚四氟乙烯烧杯置于加热板上，于 120℃ 的温度下加热至烧杯内液体体积小于 2 mL 后以 1% 硝酸定容于 100 mL 容量瓶内，容量瓶内同时加入硝酸锂和氯化铯作为电离抑制剂和释放剂，分析时稀释相应倍数检测各元素。按照上述同样步骤做空白实验。

2. 结果与讨论

2.1 标准曲线及方程式

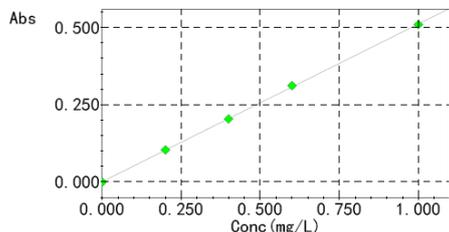
依照表 3 中所述，配制 11 种元素的不同浓度标准溶液，以测得的吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，得标准曲线。

在各自的浓度范围内，11 种检测元素的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9991\sim 0.9999$ 。

表 3 各元素标准曲线浓度

元素	浓度				
K	0	0.2	0.4	0.6	1.0
Na	0	0.1	0.2	0.3	0.5
Ca	0	1.0	2.0	3.0	5.0
Mg	0	0.05	0.10	0.15	0.20
Zn	0	0.2	0.5	0.8	1.0
Fe	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Cu	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Mn	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Cr	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Pb	0	5.0	10.0	15.0	20.0
Cd	0	0.2	0.4	0.6	1.0

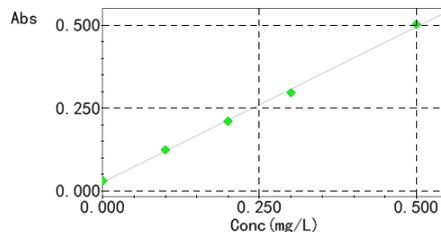
注：Pb 和 Cd 标准溶液浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ ，其他元素浓度单位均为 mg/L



$$\text{Abs}=0.51161\text{Conc}+0.00030946$$

$$r=0.9999$$

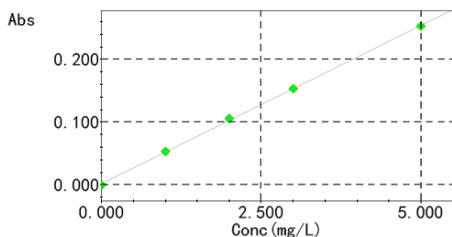
图 1 K 标准曲线



$$\text{Abs}=0.93700\text{Conc}+0.026300$$

$$r=0.9991$$

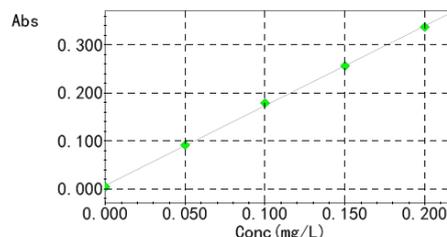
图 2 Na 标准曲线



$$\text{Abs}=0.050412\text{Conc}+0.0016932$$

$$r=0.9998$$

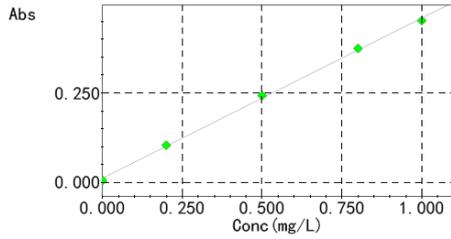
图 3 Ca 标准曲线



$$\text{Abs}=1.6640\text{Conc}+0.0072800$$

$$r=0.9997$$

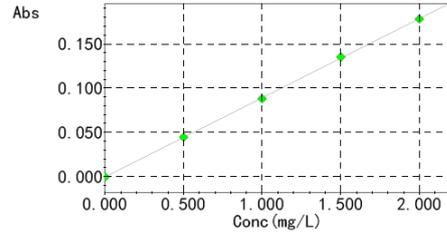
图 4 Mg 标准曲线



$$\text{Abs} = 0.44731\text{Conc} + 0.011746$$

$$r = 0.9994$$

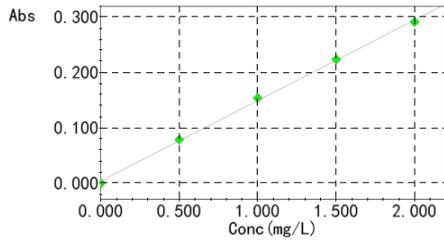
图 5 Zn 标准曲线



$$\text{Abs} = 0.089600\text{Conc} - 0.00056000$$

$$r = 0.9999$$

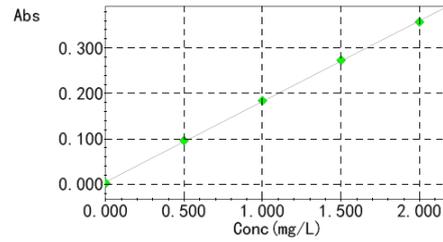
图 6 Fe 标准曲线



$$\text{Abs} = 0.14538\text{Conc} + 0.0037800$$

$$r = 0.9995$$

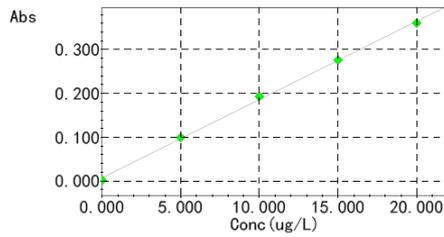
图 7 Cu 标准曲线



$$\text{Abs} = 0.17728\text{Conc} + 0.0053200$$

$$r = 0.9998$$

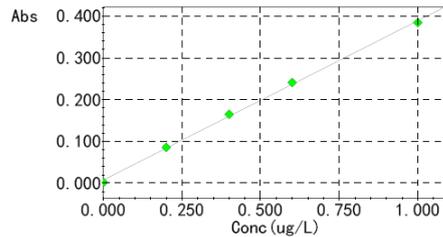
图 8 Mn 标准曲线



$$\text{Abs} = 0.017866\text{Conc} + 0.0074800$$

$$r = 0.9994$$

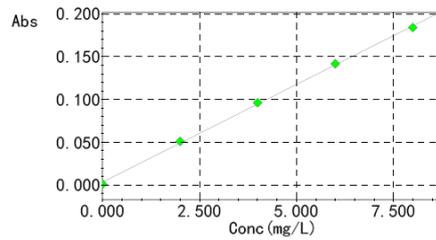
图 9 Pb 标准曲线



$$\text{Abs} = 0.38118\text{Conc} + 0.0078797$$

$$r = 0.9994$$

图 10 Cd 标准曲线



$$\text{Abs} = 0.022840\text{Conc} + 0.0034400$$

$$r = 0.9996$$

图 11 Cr 标准曲线

2.2 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以标准曲线斜率求得各元素的检出限，结果如表 4 所示。

表 4 各元素检出限

元素	K	Na	Ca	Mg	Zn	Fe	Cu	Mn	Cr	Pb	Cd
检出限	0.010	0.024	0.024	0.001	0.003	0.037	0.008	0.007	0.009	0.151	0.005

注：Pb 和 Cd 检出限浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ ，其他元素浓度单位均为 mg/L

2.3 样品检测结果、加标回收率和精密度

某品牌槐花蜜经过微波消解定容稀释一定倍数后进行测定，分别测得样品中 11 种元素含量；样品加标后，以同样的方法前处理后检测得加标后含量，并计算加标回收率和精密度。

表 5 样品中各元素含量、加标回收率和精密度

元素	样品含量	加标量	检测含量	加标回收率 (%)	RSD (% n=5)
K	491.77	100	576.81	85.0	0.45
Na	58.50	50	108.60	100.2	5.03
Ca	51.85	50	105.51	107.3	0.70
Mg	10.91	10	20.79	98.8	0.69
Zn	N.D.	5	5.54	110.8	0.63
Fe	10.24	10	19.24	90.0	2.79
Cu	N.D.	25	25.09	100.4	0.47
Mn	N.D.	25	27.31	109.2	0.66
Cr	N.D.	25	26.10	104.4	1.83
Pb	31.48	100	123.86	92.4	2.54
Cd	0.38	8	7.00	82.8	1.97

注 1：Pb 和 Cd 浓度单位为 $\mu\text{g/Kg}$ ，其他元素浓度单位均为 mg/Kg

注 2：N.D.表示未检出

3. 结论

参考《GB/T 18932.12-2002 蜂蜜中钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、锰、铬、铅和镉含量的测定方法 原子吸收光谱法》标准，使用原子吸收分光光度法测定了蜂蜜中 11 种元素的含量。实验结果表明，该方法所得各元素标准曲线线性关系良好， $r > 0.9991$ ，检出限低，回收率为 85.0~110.8%，该方法适用于蜂蜜中 11 种元素含量的测定。

火焰原子吸收法测定大米中铜、铁、锌、钙、镁和锰的含量

摘要：本文参考 GB 5009-2003《食品卫生检验方法》中铜、铁、锌、钙、镁和锰的检测方法，将标准品大米(GBW10010)经湿法消解后，通过火焰原子吸收分光光度计进行测定。实验结果表明，铜、铁、锌、钙、镁和锰的线性相关系数良好，都在 0.9995 以上，且测试值在标准值允许误差之内。该方法操作简便，重复性好，可满足谷物中相关金属元素检测的需求。

关键词：大米 原子吸收 营养元素 有害元素

“开门七件事，柴米油盐酱醋茶”。作为主食的大米，几乎每天都出现在餐桌上，其中的常量元素如钙 Ca，镁 Mg 等和微量元素锰 Mn、铁 Fe、锌 Zn、铜 Cu 等是组成生命体的重要部分。铁缺乏时不能合成足够的血红蛋白，造成缺铁性贫血。锌是人类必需营养素，它参与婴幼儿的正常生长发育，维持人类健康。钙是人体所不可或缺的营养素之一，每天摄入钙量足够，才能维持人体正常的新陈代谢，增强人体对生活环境的适应力。镁元素对于骨骼的物理结构有很大帮助，如果血液中的镁元素缺乏，引起的较为常见的症状是低血钙、抑制甲状旁腺素作用、抑制维生素 D 的作用，这些都会导致骨质流失的增加。缺铜可引起贫血、毛发角质化，动脉弹性减退，以及智力障碍。缺锰可引起生殖功能紊乱，并可导致脑功能障碍。而大米作为生活中的主食，大米中这些元素的检测就显得至关重要。对大米中的元素尤其是微量元素进行分析，对确定必须元素的含量状况，判断毒性元素在体内的蓄积等都是有益和必要的。

本文参考 GB 5009-2003《食品卫生检验方法》中铜、铁、锌、钙、镁和锰的检测方法，测定了标准品大米(GBW10010)中的铜、铁、锌、钙、镁和锰。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-6880 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验中所用水为纯净水；玻璃器皿于硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时。

标准储备液：实验所使用铜、铁、锌、镁、钙、锰储备液均为市售标准物质，1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

表 1 各元素标准曲线浓度

元素	标准曲线浓度 (mg/L)				
铜	0	0.1	0.5	1.0	2.0
铁	0	0.1	0.2	0.5	2.0
锌	0	0.1	0.2	0.5	1.0
锰	0	0.2	0.5	1.0	2.0

钙	0	0.1	0.5	1.0	--
镁	0	0.05	0.1	0.2	--

1.3 仪器条件及参数

分析测试参数见表 2。

表 2 火焰原子化条件参数

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)
Cu	324.8	Air-C ₂ H ₂	BGC-D ₂	0.7	8	1.80	15.0
Fe	248.3	Air-C ₂ H ₂	BGC-D ₂	0.4	12	2.20	15.0
Zn	213.9	Air-C ₂ H ₂	BGC-D ₂	0.7	8	2.00	15.0
Mn	279.5	Air-C ₂ H ₂	BGC-D ₂	0.2	10	2.00	15.0
Ca	422.7	Air-C ₂ H ₂	BGC-D ₂	1.0	10	2.00	15.0
Mg	285.2	Air-C ₂ H ₂	BGC-D ₂	0.7	8	1.80	15.0

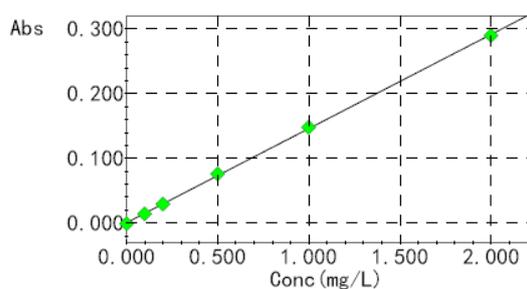
1.4 样品前处理

准确称量 0.7 g 钙片样品三份于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 混酸（浓硝酸：高氯酸=4:1）（V：V），盖上蒸发皿后放置 5 min，电热板上 60℃ 低温加热 1 h，加热时保持液体不沸腾，之后升高温度至 150℃ 赶酸，当烧瓶中液体样品蒸至 2~3 mL 时，取下冷却至室温。待冷却后再分别转移至 25 mL、50 mL、50 mL 容量瓶中，使用 0.5 mol/L 硝酸溶液清洗烧杯，并定容至标线，摇匀，待测。同样方法制备样品空白溶液。

其中 Ca 和 Mg 测试时，标准溶液和样品溶液中分别加入 SrCl₂，保证溶液 SrCl₂ 浓度为 0.2%，以抑制 Ca 和 Mg 的电离干扰。

2. 结果与讨论

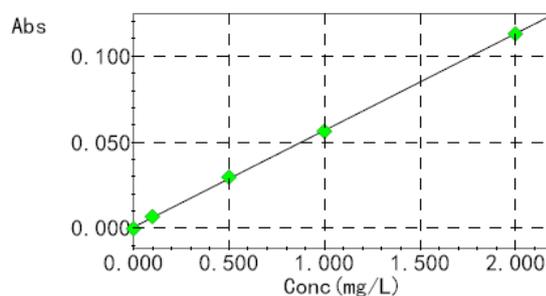
2.1 各元素标准曲线如下。



$$\text{Abs} = 0.14534\text{Conc} + 0.00080069$$

$$r = 0.9999$$

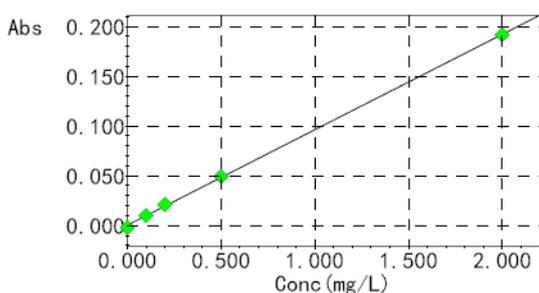
图 1 铜元素标准曲线



$$\text{Abs} = 0.056121\text{Conc} + 0.00067256$$

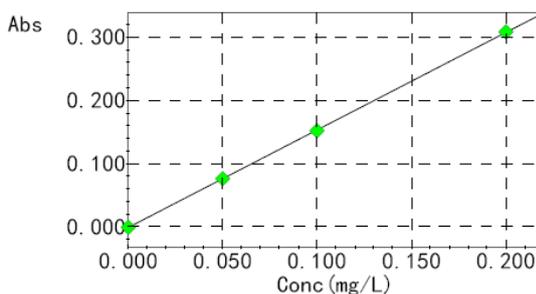
$$r = 0.9999$$

图 2 钙元素标准曲线



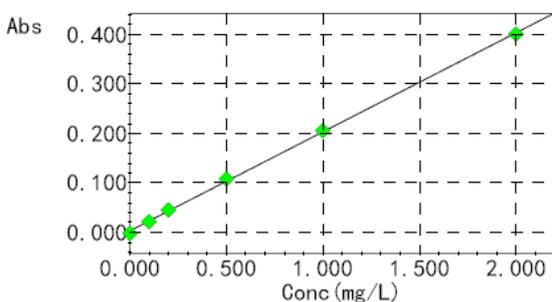
Abs=0.095915Conc+0.00038755
r=0.9998

图 3 铁元素标准曲线



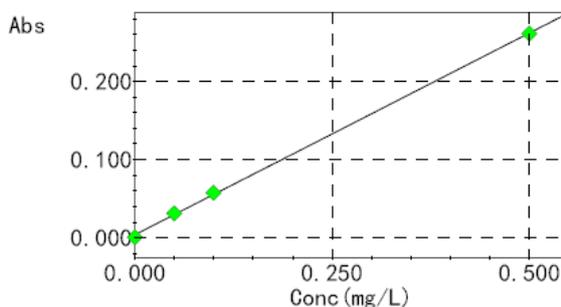
Abs=1.5431Conc-0.0011200
r=1.0000

图 4 镁元素标准曲线



Abs=0.20015Conc+0.0032037
r=0.9997

图 5 锰元素标准曲线



Abs=0.51657Conc+0.0037068
r=0.9998

图 6 锌元素标准曲线

按照实验方法,对空白试样重复测定 10 次,根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得各元素的检出限如下:

表 2 检出限及精密度

元素名称	Ca	Fe	Zn	Mg	Cu	Mn
检出限 (mg/L)	0.005	0.003	0.0006	0.0001	0.002	0.002
RSD(%)	1.54	0.65	0.49	2.07	0.89	2.10

2.2 样品测定结果

表 3 大米 (GBW10010) 中各元素的测定结果

元素名称	Ca	Fe	Zn	Mg	Cu	Mn
标准给定值 (mg/kg)	110±10	7.6±1.9	23±2	410±60	4.9±0.3	17±1
测定值 (mg/Kg)	111.5	6.8	22.2	352.6	4.6	16.8

3. 结果与讨论

本文参考 GB 5009-2003 《食品卫生检验方法》中铜、铁、锌、钙、镁和锰的检测方法,测定了标准品大米(GBW10010)中的铜、铁、锌、钙、镁和锰。实验结果表明,该方法各元素的线

性相关系数均大于 0.9995，测试值在真值的允许误差之内。该方法操作简便，精密度好，适应性广，可满足大米中各相关金属元素检测的需求。

AA-6880 测定皮蛋中的铜、锌、铅、镉、铬和砷含量

摘要: 参考GB 2749-2003、NY 5143-2002等相关标准, 使用AA-6880测定了皮蛋蛋白和蛋黄中Cu、Zn、Pb、Cd、Cr和As这6种元素的含量。实验表明: 该方法所得各元素标准曲线线性关系良好, 检出限低, 回收率高, 适合皮蛋蛋白和蛋黄中6种元素含量的测定。

关键词: 皮蛋 原子吸收 铜 锌 铅 镉 铬 砷

皮蛋是我国特有的一种蛋加工食品, 在日常生活中深受大家喜爱。然而, 如果制作方法不当, 有可能会使皮蛋中的铅、镉、铬、砷、铜等重金属元素超标, 给食用者带来危害。近期有媒体报道, 国内某些皮蛋生产企业使用工业硫酸铜腌制皮蛋, 以缩短皮蛋的制作周期。由于工业硫酸铜中砷、铅、镉等重金属含量较高, 使得这些皮蛋制品中的重金属含量超过相关标准。

《GB 2749-2003 蛋制品卫生标准》和《NY 5143-2002 无公害食品 皮蛋》等相关标准中均对这些重金属元素的含量做了详细的规定。

本文参照相关标准, 采用微波消解的前处理方法, 使用AA-6880检测了皮蛋蛋白和蛋黄中的铜、锌、铅、镉、铬和砷含量。

1 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-6880 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿包括玻璃器皿和聚四氟乙烯容器 (30% 硝酸浸泡 24 小时); 实验所用硝酸为优级纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

1.3 仪器条件和参数

配制 6 种元素的一系列标准溶液, 开机待仪器稳定后, 按表 1 和表 2 中的仪器工作条件, 标准曲线法计算结果。

表 1 火焰法工作条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	燃烧头高度 (mm)	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Cu	324.8	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.7	8	1.8	15.0
Zn	213.9	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.7	8	2.0	15.0

表 2 石墨炉法工作条件

元素	波长 (nm)	光谱 通带 (nm)	点灯方式	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清洁	
					温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)
Pb	283.3	0.7	BGC-D2	10	120	20	700	10	2000	3	2500	2
Cd	228.8	0.7	BGC-D2	8	120	20	500	10	2000	3	2400	2
Cr	357.9	0.7	BGC-D2	10	120	20	800	10	2300	3	2500	2
As	193.7	0.7	BGC-D2	12	120	20	600	10	2200	3	2500	2

注：测定 Pb、Cd 和 As 时，加入 5 μL 浓度为 30 mg/L 的硝酸钼为基体改进剂

1.4 样品前处理

将市售皮蛋剥去外壳，蛋白和蛋黄分开后分别称取 1.0 g 样品置于聚四氟乙烯消解罐内，加入浓硝酸 10 mL。将消解罐置于微波消解仪内，依照表 3 中的升温程序逐步升温消解。消解完毕，待消解液温度降至 50°C 以后，取出消解罐，将罐内液体转移至 50 mL 聚四氟乙烯烧杯内，以少量水多次冲洗消解罐并转移冲洗液至聚四氟乙烯烧杯内。

将烧杯置于加热板上，于 120°C 的温度下加热赶酸至烧杯内液体近干后以 1% 硝酸定容于 100 mL 容量瓶内，过滤残渣待测。

除不称取样品外，按照上述同样步骤做空白实验。

表 3. 微波消解升温程序

步骤	时间(min)	温度(°C)
升温 1	15	150
恒温 2	30	150

2. 结果与讨论

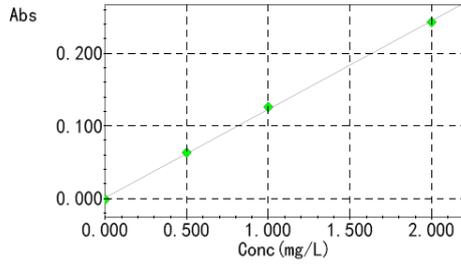
2.1 标准曲线及方程式

依照表 4 中所述，配制 6 种元素的不同浓度标准溶液，以测得的吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，得标准曲线。

表 4 各元素标准曲线浓度

元素	浓度				
Cu	0	0.5	1.0	2.0	
Zn	0	0.1	0.5	0.8	
Pb	0	5.0	10.0	15.0	20.0
Cd	0	0.2	0.4	0.6	1.0
Cr	0	1.0	2.0	3.0	4.0
As	0	5.0	10.0	15.0	20.0

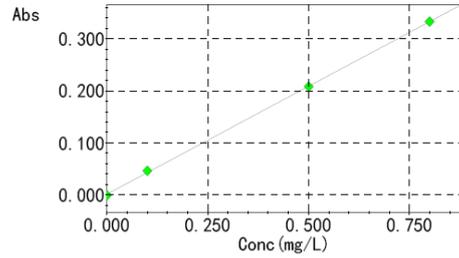
注：Cu 和 Zn 浓度单位为 mg/L，其他元素浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ 。



$$\text{Abs}=0.12177\text{Conc}+0.0011800$$

$$r=0.9997$$

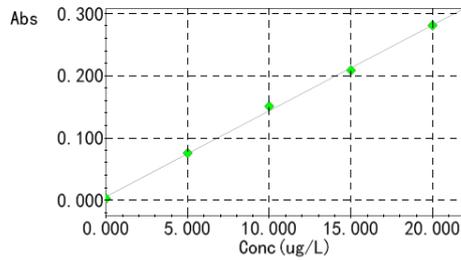
图 1 Cu 标准曲线



$$\text{Abs}=0.41378\text{Conc}+0.0020268$$

$$r=0.9999$$

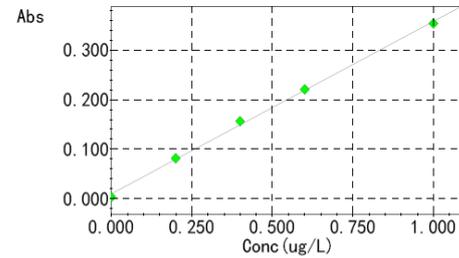
图 2 Zn 标准曲线



$$\text{Abs}=0.013798\text{Conc}+0.0057800$$

$$r=0.9992$$

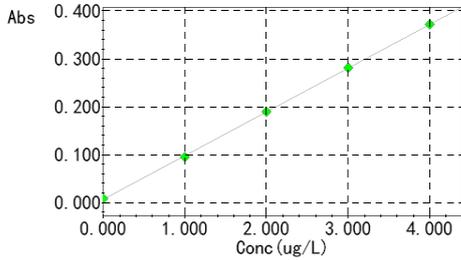
图 3 Pb 标准曲线



$$\text{Abs}=0.34842\text{Conc}+0.0097757$$

$$r=0.9991$$

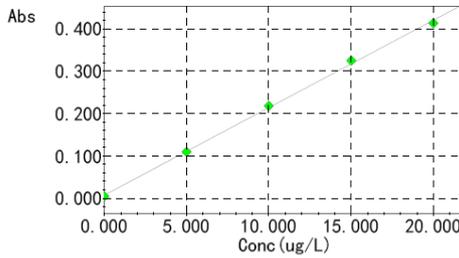
图 4 Cd 标准曲线



$$\text{Abs}=0.091250\text{Conc}+0.0068000$$

$$r=0.9999$$

图 5 Cr 标准曲线



$$\text{Abs}=0.020668\text{Conc}+0.0076600$$

$$r=0.9993$$

图 6 As 标准曲线

在各自的浓度范围内，6 种检测元素的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9991\sim 0.9999$ 。

2.2 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以标准曲线斜率求得各元素的检出限，结果如表 5 所示：

表 5 各元素检出限

元素	Cu	Zn	Pb	Cd	Cr	As
----	----	----	----	----	----	----

检出限	0.003	0.004	0.4	0.02	0.09	0.6
-----	-------	-------	-----	------	------	-----

注：Cu 和 Zn 浓度单位为 mg/L，其他元素浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ 。

2.3 样品检测结果、加标回收率和精密度

皮蛋样品蛋白和蛋黄分别消解定容后按照表 1 和表 2 中条件检测，得样品中 6 种元素含量；样品 1 蛋白和蛋黄中加标后，以同样的方法前处理后检测得加标后含量，并计算加标回收率和精密度。

表 6 蛋白和蛋黄中各元素含量

样品编号	元素	蛋白含量	蛋黄含量
No. 1	Cu	0.02	0.09
	Zn	0.01	0.20
	Pb	N.D.	N.D.
	Cd	N.D.	N.D.
	Cr	1.16	0.50
	As	N.D.	N.D.
No. 2	Cu	0.02	0.10
	Zn	0.02	0.16
	Pb	N.D.	N.D.
	Cd	N.D.	0.02
	Cr	0.37	0.66
	As	N.D.	N.D.

注：N.D.表示未检出；Cu 和 Zn 浓度单位为 mg/L，其他元素浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ 。

表 7. 加标回收率和精密度

元素	蛋白			蛋黄		
	加标量	回收率(%)	RSD(%)	加标量	回收率(%)	RSD(%)
Cu	1.0	100.7	0.53	1.0	95.9	0.89
Zn	0.8	110.7	0.52	0.8	105.1	0.59
Pb	10.0	82.8	1.01	10.0	105.6	0.80
Cd	1.0	86.6	0.78	0.5	112.0	5.47
Cr	1.0	116.0	1.52	1.0	103.9	1.92
As	8.0	94.2	4.49	4.0	101.0	6.17

注：Cu 和 Zn 浓度单位为 mg/L，其他元素浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ 。

3. 结论

参考GB 2749-2003、NY 5143-2002等相关标准，使用AA-6880测定了皮蛋蛋白和蛋黄中Cu、Zn、Pb、Cd、Cr和As这6种元素的含量。实验表明：该方法所得各元素标准曲线线性线性相关系数 $r=0.9991\sim 0.9999$ ，回收率在82.8~116.0之间，适合皮蛋蛋白和蛋黄中6种元素含量的测定。

氢化物吸收原子吸收法测定蔬菜中的砷和汞含量

摘要: 本文参考GB 5009.11《食品中总砷及无机砷的测定》和GB/T 5009.17-2003《食品中总汞和有机汞的测定》，采用湿法消解，氢化物发生原子吸收法测定了菠菜GBW10015和西红柿叶EST-1标准物质中的砷和汞的含量。实验结果表明，砷和汞元素线性关系系数分别为0.9999和0.9996，检出限分别为0.09 $\mu\text{g/L}$ 和0.13 $\mu\text{g/L}$ ，测定值与标准值吻合。该方法稳定性好，灵敏度高，适合蔬菜样品中重金属的定量分析。

关键词: 蔬菜 氢化物 原子吸收 砷 汞

随着经济的发展，工业污染越来越严重，工厂未经处理排污的情况也仍然相当严重，排污物以废水废气废固物的形态对土壤、大气和水等带来污染，其中土壤中重金属污染最为严重。蔬菜在生长过程中通过根部的吸收吸附作用，就会引起蔬菜重金属的累积作用，人们长期食用受污染的蔬菜后，会因积累使人体器官发生病变。在社会对农产品质量安全日益关注的情况下，对蔬菜中重金属砷和汞的检测尤为重要。GB 2762-2012《食品中污染物限量》标准（2013年6月1日实施）规定蔬菜中砷和汞的最高限值分别为0.5 mg/kg 和 0.01 mg/kg 本文参考 GB 5009.11《食品中总砷及无机砷的测定》和 GB/T 5009.17-2003《食品中总汞和有机汞的测定》采用湿法消解氢化物发生原子吸收法测定了菠菜 GBW10015 和西红柿叶 EST-1 标准物质中的砷和汞的含量。

1 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-6880 原子吸收分光光度计

氢化物发生器 HVG-1（岛津）

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃材料，用硝酸溶液（1+1）浸泡24小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

样品研碎后，准确称取0.3~1 g 于100 mL小烧杯中，加入10 mL硝酸和1 mL高氯酸，杯口盖上表面皿。静置半个小时后于电热板微沸消解。约3小时后，若样品未消解完全，需添加1~3 mL硝酸，继续消解，直至酸液澄清。继续加热将溶液赶至近干（赶尽硝酸），取下烧杯冷却，将溶

液定容至25 mL。同法制备空白溶液。取3 mL溶液加入10%还原剂（5%硫脲+5%抗坏血酸）和10% HCl，定容至10 mL，测定As元素。

2. 结果与讨论

2.1 仪器参数

仪器工作条件见表 1。

表 1 工作条件

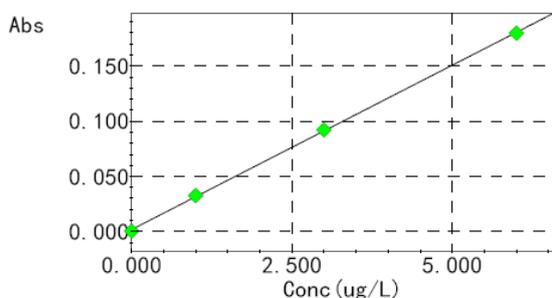
元素	波长 (nm)	火焰类型	狭缝宽 (nm)	点灯方式	灯电流 (mA)
As	193.7	空气-乙炔	0.7	BGC-D ₂	12
Hg	253.7	无	0.7	BGC-D ₂	4

2.2 标准曲线

分别配制砷和汞的标准溶液，砷标液介质为 10%还原剂（5%硫脲+5%抗坏血酸）和 10% HCl；汞的标液为 1% HClO₄。标液浓度如表 2。

表 2 元素标准曲线浓度

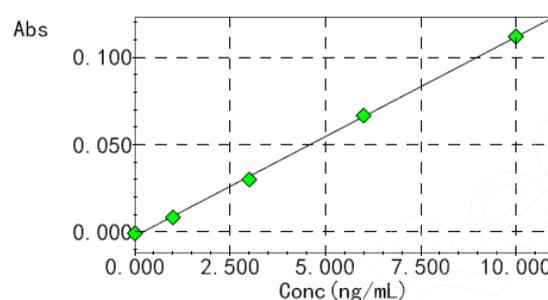
元素	标准曲线浓度(μg/L)				
As	0	1.0	3.0	6.0	-
Hg	0	1.0	3.0	6.0	10.0



$$\text{Abs} = 0.029779\text{Conc} + 0.0018786$$

$$r = 0.9999$$

图 1 砷元素的标准曲线



$$\text{Abs} = 0.011391\text{Conc} - 0.0023036$$

$$r = 0.9996$$

图 2 汞元素的标准曲线

2.5 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定11次，取3倍的标准偏差除以斜率求得砷、汞元素在溶液中的检出限分别为0.09 μg/L和0.13 μg/L。

2.6 测定结果

使用 HVG-AAS 法测定了菠菜 GBW10015 和西红柿叶 EST-1 中的砷汞元素，其结果见表 3。

表 3 蔬菜样品分析结果

元素	菠菜 GBW10015			西红柿叶 EST-1		
	标准值($\mu\text{g/g}$)	测定值($\mu\text{g/g}$)	RSD (%)	标准值($\mu\text{g/g}$)	测定值($\mu\text{g/g}$)	RSD (%)
As	230 \pm 30	226	0.94	1050 \pm 130	1046	1.69
Hg	20 \pm 3	17	0.00	140 \pm 22	138	0.73

3. 结论

本文参考 GB 5009.11《食品中总砷及无机砷的测定》和 GB/T 5009.17-2003《食品中总汞和有机汞的测定》，采用湿法消解，氢化物发生原子吸收法测定了菠菜 GBW10015 和西红柿叶 EST-1 标准物质中的砷和汞的含量，测定值与标准值吻合。该方法前处理简单，适合大批量蔬菜中重金属的抽检测定。

火焰原子吸收法测定面粉中的滑石粉

摘要：参考《GB/T 21913-2008 食品中滑石粉的测定》国家标准，使用火焰原子吸收法测定了面粉中的滑石粉的含量。该方针对性强，定量准确，完全能满足面粉中滑石粉含量的测定要求。

关键词：粮油 面粉 滑石粉 镁 原子吸收

面粉及面粉制品是人们日常生活的主要食品，和人们的身体健康息息相关。一些人向面粉中加入滑石粉以达到增重增白的目的，从中牟取暴利。滑石粉的主要成分是含结晶水的硅酸镁，分子式为 $Mg_3[Si_4O_{10}](OH)_2$ 。长期食用滑石粉会危害肾功能，并导致肾结石。20世纪70年代前日本有食用滑石粉处理过的大米的习惯，后来被认为是导致日本胃癌高发的重要原因，现已全面禁止使用。面粉中掺入滑石粉对消费者的健康造成极为严重的危害，面粉中滑石粉的定量分析觉有非常重要的意义。

本文参考了《GB/T 21913-2008 食品中滑石粉的测定》国家标准，通过前处理方法排除了面粉中镁元素干扰，使用火焰原子吸收法准确测定了面粉中的滑石粉的含量。

1 实验部分

岛津 AA-6880 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品（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。

1.3 仪器条件和参数

配置镁标准溶液，用氯化锶 15 g/L 盐酸 4.5% 的溶液定容。仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 火焰法工作条件

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)
Mg	285.2	Air-C ₂ H ₂	BGC-D ₂	0.7	8	1.80	15.0

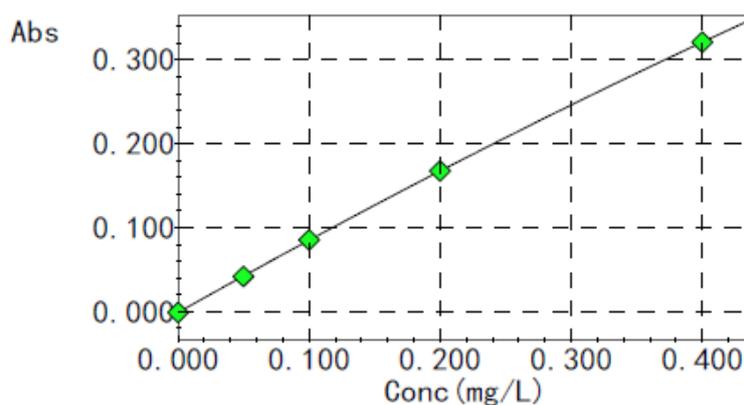
1.4 样品的前处理

称取 1.500 g 面粉样品于 50 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入高氯酸硝酸 1: 4 混酸 15 mL，加盖置于电热板上低温加热 2h，消化至澄清透明为止。取定量滤纸过滤，使固体残渣完全转移至定量滤纸上，并多次清洗保证消化液完全清洗掉。把滤纸及纸上的固体完全转移至聚四氟乙烯烧杯中，加入高氯酸硝酸 1: 4 混酸 15 mL，氢氟酸 3 mL，于电热板上缓慢加热，至溶液澄清透明完全消解为止。赶酸至近干，用氯化锶 15 g/L 盐酸 4.5% 的溶液溶解转移并定容于 100 mL 容量瓶中。待测镁元素。

2. 结果与讨论

2.1 标准曲线及方程式

配制镁元素浓度 0 mg/L，0.05 mg/L，0.1 mg/L，0.2 mg/L，0.4 mg/L 标液各 100 mL，标液均以氯化锶 15 g/L 盐酸 4.5% 的溶液定容。



$$\text{Abs} = -0.18938\text{Conc}^2 + 0.88212\text{Conc} - 0.0011092$$

$$r = 1.0000$$

图 1 镁元素的标准曲线

2.2 面粉测量结果及方法的检出限

对空白标准溶液进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为检出限，其结果见表 2。

表 2 面粉的测量结果及检出限

样品名称	测量目标 化合物名称	测量目标 CAS NO.	镁测定结果 (mg/L)	滑石粉含量 (mg/Kg)	RSD (%)	检出限 (mg/L)
面粉	滑石粉	14807-96-6	0.05	12.83	1.06	0.014

2.3 面粉样品加标回收率

称取两个面粉平行样品 1.5 g，分别加入滑石粉，进行加标实验，测定加标回收率见表 3。

表 3 面粉的加标回收率

样品名称	加标前 含滑石粉 (mg)	加标量 滑石粉 (mg)	加标后 含滑石粉 (mg)	回收率 (%)
面粉 1	0.02	6.11	5.89	96.4
面粉 2	0.02	62.70	61.30	97.8

3. 结论

本文参考了《GB/T 21913-2008 食品中滑石粉的测定》国家标准，使用火焰原子吸收法测定了面粉中的滑石粉的含量。实验结果表明该方法线性关系好，检出限低，回收率高，测量简便快速、准确，能够有效排除面粉中镁元素对滑石粉测量的干扰，适合面粉中滑石粉的含量的测定。

石墨炉原子吸收法测定儿童钙片中的铅和镉含量

摘要：本文参考GB 5009.12-2010《食品中铅的测定》，GB 5009.15 2003《食品中镉的测定》采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了儿童钙片中的铅和镉含量。实验结果表明，铅和镉元素线性关系系数分别为0.9994和0.9991，检出限分别为1.60 $\mu\text{g/L}$ 和0.01 $\mu\text{g/L}$ ，该方法操作简单，定量准确，适合保健食品的快速消解及微量金属污染物的定量分析。

关键词：原子吸收 石墨炉 保健品 钙片 铅 镉

近年来，科学家们认为铅、镉、砷、铬、镍等的一些金属化合物是致癌物，久服后会损伤神经、肾脏和其他器官。比如铅主要对神经、造血系统和肾脏产生危害，损害骨髓造血系统，引起贫血，脑缺氧等。镉可在人体中积累，引起急慢性中毒，使肾功能损伤，破坏骨髓。人体在正常情况下通过新陈代谢及自身免疫功能可以将体内一部分有害物质排出体外，但对于儿童来说，由于肝脏、肾脏发育不完善，免疫力也比成人差，所以对有毒有害物质耐受性比成年人低。因此对儿童保健品的有害物质的检测更显得尤为重要。GB 2762-2012《食品中污染物限量》标准（2013年6月1日实施）规定，婴儿食品中铅最高限值为0.3mg/kg，镉为0.1mg/kg，本文参考GB 5009.12-2010《食品中铅的测定》，GB 5009.15 2003《食品中镉的测定》采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了儿童钙片中的铅和镉含量。

1 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-6880 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃材料，用硝酸溶液（1+1）浸泡24小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

样品研碎后，准确称取0.5 g 于聚四氟乙烯消解罐内，缓慢加入8 mL硝酸，于微波消解炉内进行消解。消解完成后，将消解罐置于电热板上低温加热赶酸至剩约1 mL，再将消解液转移至50 mL容量瓶中，用水定容至刻度。同时做空白实验。

2. 结果与讨论

2.1 仪器参数

仪器工作条件见表 1。

表 1 工作条件

元素	波长 (nm)	石墨管 类型	灰化		原子化	
			温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)
Pb	283.3	热解石墨管	700	33	2000	3
Cd	228.8	热解石墨管	500	33	2000	3

表 2 微波消解程序

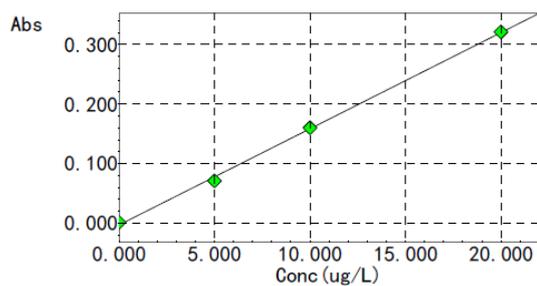
Step	Time(min)	Power(watt)	Temp(°C)
1	5	600	50
2	10	600	80
3	20	600	110

2.2 标准曲线

铅、镉标准曲线如下：

表 3 元素标准曲线浓度

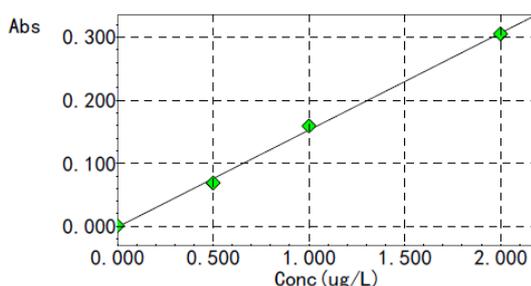
元素	标准曲线浓度(μg/L)			
Pb	0.00	5.00	10.00	20.00
Cd	0	0.50	1.00	2.00



$$\text{Abs} = 0.016151\text{Conc} - 0.0029000$$

$$r = 0.9994$$

图 1 铅元素的标准曲线



$$\text{Abs} = 0.15386\text{Conc} - 0.0011000$$

$$r = 0.9991$$

图 2 镉元素的标准曲线

2.5 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定11次，取3倍的标准偏差除以斜率求得铅、镉元素在溶液中的检出限分别为1.60 μg/L和0.01 μg/L。

2.6 测定结果

测定结果及加标回收率见表 4。

表 4 钙片中汞含量结果及加标回收率

测定元素	称量质量 (g)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)	RSD (%)	样品浓度 (mg/kg)
Pb	0.5003	5.30	10.00	15.43	101.3	3.59	0.53
Cd		0.12	0.30	0.40	93.3	2.53	0.01

3. 结论

本文参考 GB 5009.12-2010《食品中铅的测定》，GB 5009.15 2003《食品中镉的测定》采用微波消解石墨炉原子吸收法测定了儿童钙片中的铅和镉含量。实验结果表明，铅和镉元素线性关系系数分别为 0.9994 和 0.9991，检出限分别为 1.60 $\mu\text{g/L}$ 和 0.01 $\mu\text{g/L}$ ，该方法操作简单，定量准确，适合保健食品的快速消解及微量金属污染物的定量分析。

冷原子吸收法测定儿童钙片中的汞含量

摘要: 本文参考GB 5009.17-2003《食品中总汞和有机汞的测定》，采用微波消解冷原子吸收分光光度法测定了儿童钙片中的汞含量。实验结果表明，汞元素线性关系为0.9995，该方法简单，定量准确，测定结果重现性好，汞元素方法检出限为0.034 $\mu\text{g/L}$ ，完全可以满足食品中汞元素限量值的测定要求。

关键词: 食品安全 钙片 汞 冷原子吸收法

重金属超标会对人体产生不同程度的危害，人体正常的情况下，从血液中把一些有害的物质解毒、排泄出去，是要靠人体的肝脏、泌尿系统和肾脏进行的。对于孩子来说，肝脏的解毒功能、肾脏的排毒功能也是从不完善到完善的过程。由于儿童发育还不完善，对有害物质的耐受性就特别低。比如汞吸附性强，进入人体主要蓄积在肾、肝、脑等组织，而且排泄时间慢，会导致神经异常、齿龈炎、震颤等。GB 2762-2012《食品中污染物限量》标准（2013年6月1日实施）规定，乳及乳制品中汞的限量要求为0.01 mg/kg，本文参考GB 5009.17-2003《食品中总汞和有机汞的测定》，采用微波消解冷原子吸收分光光度法测定了儿童钙片中的汞含量。

1 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA6880 原子吸收分光光度计

冷汞发生器（MVU-1）

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃材料，用硝酸溶液（1+1）浸泡24小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

MVU-1所用还原剂：称取10.0 g氯化亚锡，用20 mL浓盐酸加热溶解，超纯水定容至100 mL。

回收液：称取5 g高锰酸钾（ KMnO_4 ）于950 mL的自来水中，再加入50 mL浓硫酸，然后转移至2 L的回收瓶中。

稳定剂：称取0.2 g重铬酸钾（ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ）溶于900 mL去离子水中，再加入27.8 mL浓硫酸，用去离子水稀释至1000 mL。

1.3 样品的前处理

钙片研碎，准确称取0.5 g 样品置于聚四氟乙烯消解罐内，缓慢加入8 mL硝酸，待剧烈反应完成后，静置10 min，置于微波消解炉内进行消解。消解完成后，待消解罐冷却至室温，用稳定

液定容至100 mL容量瓶。同法制备样品空白溶液。

2. 结果与讨论

2.1 仪器参数

仪器工作条件见表 1。

表 1 工作条件

元素	波长 (nm)	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	内循环流量 (L/min)
Hg	253.7	BGC-D ₂	0.7	4	5.0

表 2 微波消解程序如下

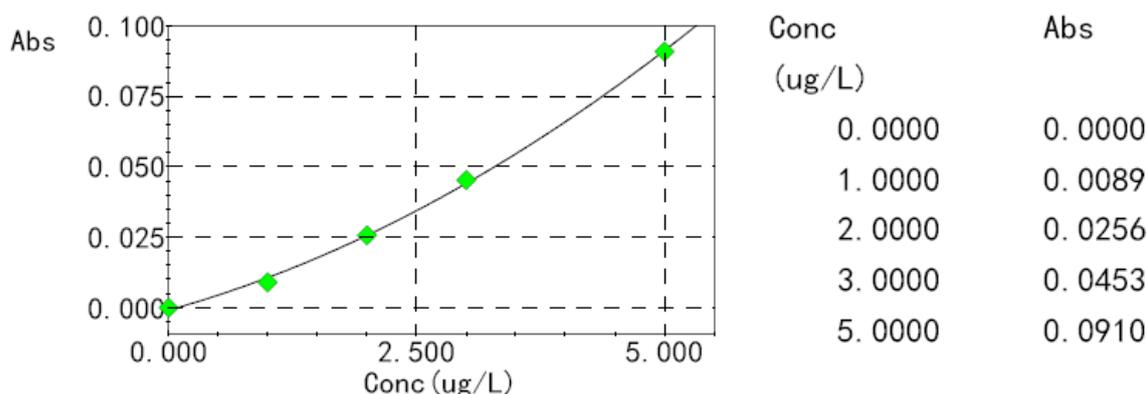
Step	Time(min)	Power(watt)	Temp(°C)
1	5	600	50
2	10	600	80
3	20	600	110

2.2 标准曲线

配置汞浓度 0 μg/L, 1 μg/L, 2 μg/L, 3 μg/L, 5 μg/L 标液, 用稳定液定容至 100 mL。按照冷汞发生器操作说明测量标准溶液, 测得标准曲线如下:

表 3 元素标准曲线浓度

元素	标准曲线浓度 (μg/L)				
Hg	0.00	1.00	2.00	3.00	5.00



$$\text{Abs} = 0.0017231 \text{Conc}^2 + 0.0098420 \text{Conc} - 0.00093270$$

$$r = 0.9995$$

图 1 汞元素的标准曲线

2.5 方法检出限

按照实验方法, 对空白溶液重复测定10次, 取3倍的标准偏差对应的浓度求得汞元素在溶液

中的检出限为0.034 $\mu\text{g/L}$ 。

2.6 测定结果

测定结果及加标回收率见表 4。

表 4 钙片中汞含量结果及加标回收率

测定元素	称量质量 (g)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)	RSD (%)
Hg	0.568	ND	2.00	1.96	98.0	4.86

3. 结论

本文参考GB 5009.17-2003《食品中总汞和有机汞的测定》，采用微波消解冷原子吸收分光光度法测定了儿童钙片中的汞含量。实验结果表明，汞元素相关系数为0.9995，该方法简单，测定结果重现性好，汞元素方法检出限为0.034 $\mu\text{g/L}$ ，完全可以满足食品中汞元素限量值的测定要求。

火焰原子吸收法测定橡胶制品中的铜、锰、铁、锌、铅和镉含量

摘要: 参考ISO-6101、GB/T 9874-2001、SN/T 2267-2009等相关标准,使用火焰原子吸收法测定了橡胶制品中Cu、Mn、Fe、Zn、Pb和Cd这6种元素的含量。实验表明:该方法所得各元素标准曲线线性线性相关系数 $r=0.9990\sim 0.9998$,检出限 $0.003\sim 0.051\text{ mg/L}$,回收率在 $85.1\%\sim 110.8$ 之间,适合橡胶和橡胶制品中6种元素含量的测定。

关键词: 橡胶制品 原子吸收 铜 锰 铁 锌 铅 镉

橡胶可分为天然橡胶和合成橡胶,是一种具有弹性、不透水和空气的高分子材料。橡胶及其制品广泛应用于工业和人类日常生活的各个方面,如:制作胶带、胶管、胶鞋、轮胎、密封件、减震零件等。但其中所含的痕量铅、镉对生物体有危害。关于橡胶中金属元素的检测,相关的标准有ISO-6101、GB/T 9874-2001、SN/T 2267-2009等。上述标准中,推荐的样品前处理方法主要有干式灰化法、微波消解法、湿法消解等,本文参照这些标准,采用微波消解的前处理方法,使用火焰原子吸收分光光度法检测了橡胶制品中Cu、Mn、Fe、Zn、Pb和Cd的含量。

1 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-6880 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿包括玻璃器皿和聚四氟乙烯容器(30% 硝酸浸泡 24 小时);实验所用硝酸为优级纯试剂,过氧化氢为分析纯试剂,实验用水为超纯去离子水。

1.3 仪器条件和参数

配制 6 种元素的一系列标准溶液,开机待仪器稳定后,按表 1 中的仪器工作条件,标准曲线法计算结果。

表 1 火焰法工作条件

元素	波长		燃烧头高度 (mm)	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量	
	(nm)	火焰类型					(L/min)	助燃气流量 (L/min)

Cu	324.8	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.7	8	1.8	15.0
Mn	279.5	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.2	10	2.0	15.0
Fe	248.3	Air-C ₂ H ₂	9	BGC-D2	0.4	12	2.2	15.0
Zn	213.9	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.7	8	2.0	15.0
Pb	283.3	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.7	10	2.0	15.0
Cd	228.8	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.7	8	1.8	15.0

1.4 样品前处理

用剪刀将样品剪碎成尺寸小于 2 mm×2 mm 的小碎片，称取 0.2 g 样品置于聚四氟乙烯消解罐内，加入 5mL 浓硝酸和 2 mL 30% 过氧化氢。将消解罐置于微波消解仪内，依照表 2 中的升温程序逐步升温消解。消解完毕，待消解液温度降至 50℃ 以后，取出消解罐，将罐内液体转移至 50mL 聚四氟乙烯烧杯内，以少量水多次冲洗消解罐并转移冲洗液至聚四氟乙烯烧杯内。

将烧杯置于加热板上，于 120 ℃ 的温度下加热赶酸至烧杯内液体近干后以 1% 硝酸定容于 25 mL 容量瓶内，过滤残渣，分析时稀释相应倍数检测各元素。

除不称取样品外，按照上述同样步骤做空白实验。

表 2. 微波消解升温程序

步骤	时间(min)	温度(℃)
升温 1	5	140
恒温 2	2	140
升温 3	5	210
恒温 4	15	210

注：升温程序参照标准 SN/T 2267-2009

2. 结果与讨论

2.1 标准曲线及方程式

依照表 3 中所述，配制 6 种元素的不同浓度标准溶液，以测得的吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，得标准曲线。

表 3 各元素标准曲线浓度

元素	浓度(mg/L)				
Cu	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Mn	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Fe	0	0.5	1.0	1.5	2.0
Zn	0	0.2	0.5	0.8	1.0
Pb	0	2.0	4.0	6.0	10.0

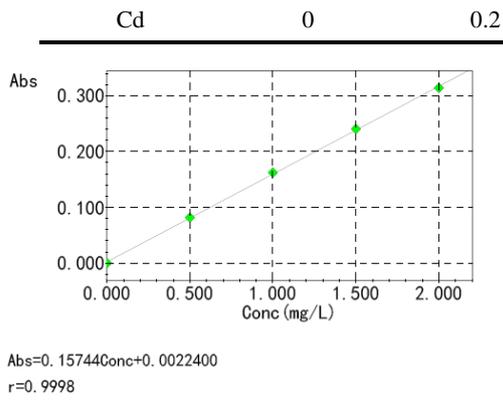


图 1 Cu 标准曲线

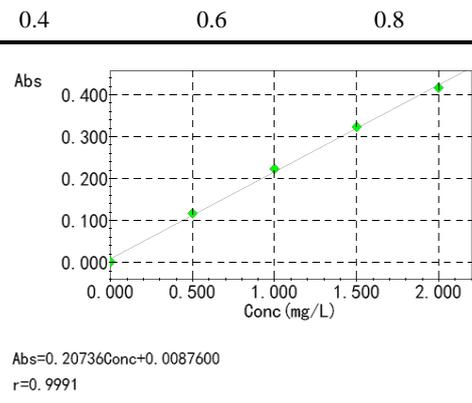


图 2 Mn 标准曲线

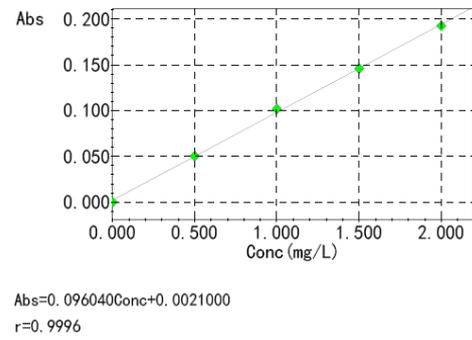


图 3 Fe 标准曲线

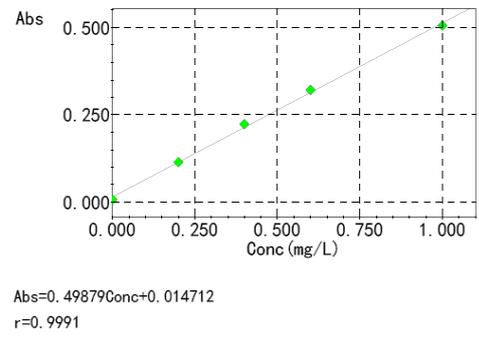


图 4 Zn 标准曲线

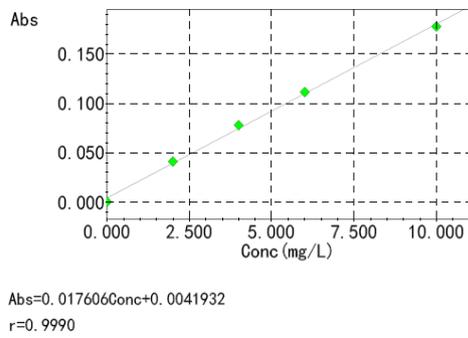


图 5 Pb 标准曲线

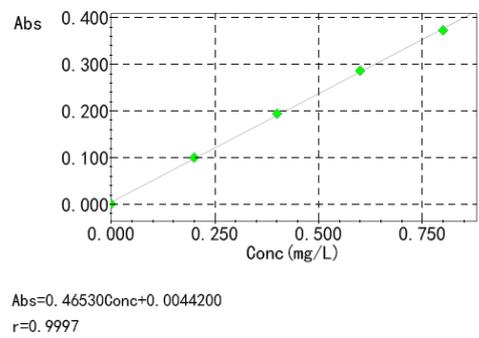


图 6 Cd 标准曲线

在各自的浓度范围内，6种检测元素的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9990\sim 0.9998$ 。

2.2 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以标准曲线斜率求得各元素的检出限，结果如表 4 所示：

表 4 各元素检出限

元素	Cu	Mn	Fe	Zn	Pb	Cd
----	----	----	----	----	----	----

检出限(mg/L)	0.008	0.007	0.019	0.005	0.051	0.003
-----------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

2.3 样品检测结果、加标回收率和精密度

以剪碎成细小颗粒的自行车内胎为检测样品，微波消解定容后稀释一定倍数检测，得样品中6种元素含量；样品中加标后，以同样的方法前处理后检测得加标后含量，并计算加标回收率和精密度。

表5 样品中各元素含量、加标回收率和精密度

元素	样品含量(mg/kg)	加标量(mg/kg)	检测含量(mg/kg)	加标回收率 (%)	RSD (%, n=5)
Cu	87.30	100	183.13	95.8	0.79
Mn	17.57	20	37.58	100.1	0.57
Fe	1161	500	1587	85.1	0.45
Zn	22001	5000	26262	85.2	0.71
Pb	29.16	25	56.85	110.8	4.10
Cd	N.D.	25	25.09	100.4	0.66

注：N.D.表示未检出

3. 结论

参考ISO-6101、GB/T 9874-2001、SN/T 2267-2009等相关标准，使用火焰原子吸收法测定了橡胶制品中Cu、Mn、Fe、Zn、Pb和Cd这6种元素的含量。实验表明：该方法所得各元素标准曲线线性线性相关系数 $r=0.9990\sim 0.9998$ ，检出限 $0.003\sim 0.051$ mg/L，回收率在85.1%~110.8之间，适合橡胶和橡胶制品中6种元素含量的测定。

高温火焰原子吸收法测定工业循环水中铝离子含量

摘要：参考《GBT 23837-2009 工业循环冷却水中铝离子的测定》国家标准，使用笑气-乙炔高温火焰原子吸收法测定了工业循环水中铝离子的含量。该方针对性强，定量准确，完全能满足工业循环水中铝离子含量的测定要求。

关键词：循环水 铝离子 笑气-乙炔气 高温火焰 原子吸收

工业循环水主要用于工业冷却水系统，所以也叫循环冷却水，在工业生产中经常会用到，约占工业用水量的百分之九十以上。在工厂中，循环冷却水主要用来冷凝蒸汽，冷却产品或设备，如果冷却效果差，就会影响生产效率，使产品的收率和产品的质量下降，甚至于会造成生产事故。测量工业循环水中铝离子的含量，可以有效地监控铝制管道中的腐蚀情况，对工业安全生产有非常重要的意义。

本文参考了《GBT 23837-2009 工业循环冷却水中铝离子的测定 原子吸收光谱法》国家标准，通过使用笑气-乙炔高温火焰法，准确测定了工业循环水中的铝离子含量。

1 实验部分

岛津 AA-6880 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品（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。

1.3 仪器条件和参数

配制铝标准溶液，使用 0.4 g/L 氯化铯和 1% 硝酸的定容。仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 火焰法工作条件

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)
Al	309.3	N ₂ O-C ₂ H ₂	BGC-D ₂	0.7	10	7.00	15.0

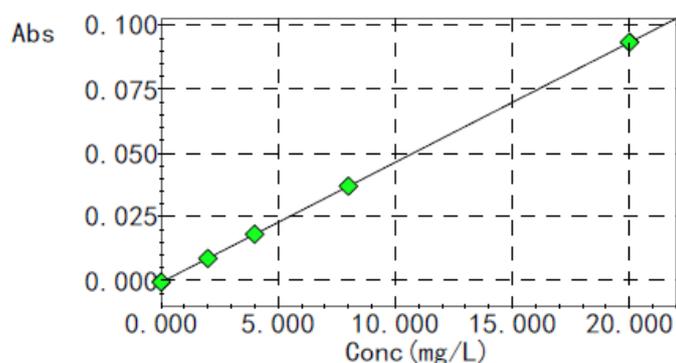
1.4 样品的前处理

工业循环水样品先用 0.45 μ m 水性滤膜过滤，量取 100 mL 滤液于玻璃烧杯中，然后加入双氧水、硝酸各 1 mL，置于电热板上加热蒸发至近干后再加入硝酸 1 mL 和少量水溶解残渣转移至 100 mL 容量瓶中，用氯化铯 0.4 g/L 的溶液定容，待测。

2. 结果与讨论

2.1 标准曲线及方程式

配制铝元素浓度 0 mg/L， 2.00 mg/L， 4.00 mg/L， 10.00 mg/L， 20.00 mg/L 标液各 100 mL，使用 0.4g/L 氯化铯和 1% 硝酸水溶液定容。



$$\text{Abs}=0.0047011\text{Conc}-0.00062753$$
$$r=1.0000$$

图 1 铝元素的标准曲线

2.2 循环水测量结果及方法的检出限

对空白标准溶液进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为检出限，其结果见表 2。

表 2 循环水的测量结果及检出限

样品名称	测量目标 化合物名称	测定结果 (mg/L)	检出限 (mg/L)
工业循环水	铝离子	N.D. ¹	0.072

注：测量结果小于 0.072 mg/L。

2.3 循环水样品加标回收率

量取两个循环水平行样品，进行加标实验，测定加标回收率见表 3。

表 3 工业循环水铝离子加标回收率

样品名称	加 标 前 含 量 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后含量 (mg/L)	回收率 (%)
工业循环水	N.D.	2.000	1.941	96.8

3. 结论

本文参考了《GBT 23837-2009 工业循环冷却水中铝离子的测定》国家标准，使用 AA-6880 高温火焰原子吸收法测定了循环水中的铝离子的含量。实验结果表明该方法线性关系好，检出限低，回收率高，测量简便快速、准确，能够有效排除循环水中铝元素对铝离子测量的干扰，适合循环水中铝离子的含量测定。

AA-6880测定农用粉煤灰中的铜、钼、镍和铍含量

摘要：参考《固体废物铍、镍、铜、钼的测定-石墨炉原子吸收分光光度法》和《固体废物铍、镍、铜、钼的测定-火焰原子吸收分光光度法》完成对四项元素的分析；实验表明：该方法所得各元素标准曲线线性关系良好，检出限低，回收率高，适合农用粉煤灰中4种元素含量的测定。

关键词：农用粉煤灰 原子吸收 固体废物

粉煤灰，是从煤燃烧后的烟气中收捕下来的细灰，粉煤灰是燃煤电厂排出的主要固体废物。粉煤灰是我国当前排量较大的工业废渣之一，随着电力工业的发展，燃煤电厂的粉煤灰排放量逐年增加。大量的粉煤灰不加处理，就会产生扬尘，污染大气；若排入水系会造成河流淤塞，而其中的有毒化学物质还会对人体和生物造成危害。然而，粉煤灰的用途却是比较广泛，如作为混凝土的掺和料、改良土壤等。根据《GB8173-87农用粉煤灰中污染物控制标准》中的限值要求：铜、镍、钼的限值要分别低于250、200、10 mg/kg，2013年7月份新推出的征求意见稿《固体废物铍、镍、铜、钼的测定-石墨炉原子吸收分光光度法》和《固体废物铍、镍、铜、钼的测定-火焰原子吸收分光光度法》两项标准也重点指出了铜、镍、钼、铍的检测方法。

本文参照相关标准，采用微波消解的前处理方法，使用AA-6880检测了粉煤灰中的铜、镍、钼和铍含量。

1 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-6880 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿包括玻璃器皿和聚四氟乙烯容器（30% 硝酸浸泡 24 小时）；实验所用硝酸为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 仪器条件和参数

配制 4 种元素的一系列标准溶液，开机待仪器稳定后，按表 1 和表 2 中的仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 火焰法工作条件

元素	波长		燃烧头高度 (mm)	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
	(nm)	火焰类型						
Cu	324.8	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.7	8	1.8	15.0
Ni	232.0	Air-C ₂ H ₂	7	BGC-D2	0.2	12	1.6	15.0
Be	234.9	N ₂ O-C ₂ H ₂	11	BGC-D2	0.7	16	7.0	11.0

表 2 石墨炉法工作条件

元素	波长 (nm)	狭缝 (nm)	点灯方式	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清洁	
					温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)
					Mo	313.3	0.2	BGC-D2	10	250	33	1200

注：测定时，加入 5 μL 浓度为 100 mg/L 的硝酸钯+硝酸镁为基体改进剂

1.4 样品前处理

将粉煤灰至于 120℃烘箱里面干燥一个小时左右，冷却至室温，然后精确称量 0.5 g 粉煤灰于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入 5 mL 硝酸、3 mL 氢氟酸和 2 mL 盐酸，消解结束之后冷却至室温，然后加入 4 mL 高氯酸再运行一个微波消解过程；两次微波消解的程序参考表 3。

样品消解结束之后，将样品转移到聚四氟乙烯烧杯中，将烧杯置于加热板上，于 180℃的温度下加热赶酸至烧杯内液体近干后以 1% 硝酸定容于 50 mL 容量瓶内，过滤残渣待测。

除不称取样品外，按照上述同样步骤做样品空白实验。

表 3 微波消解升温程序

步骤	时间(min)	温度(°C)
升温 1	15	210
恒温 2	30	210

2. 结果与讨论

2.1 标准曲线及方程式

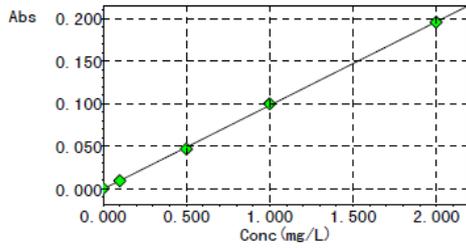
依照表 4 中所述，配制 4 种元素的不同浓度标准溶液，以测得的吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，得标准曲线。

表 4 各元素标准曲线浓度

元素	浓度				
Cu	0	0.1	0.5	1.0	2.0

Ni	0	0.1	0.5	1.0	2.0
Be	0	0.1	0.2	0.5	1.0
Mo	0	5.0	10.0	20.0	---

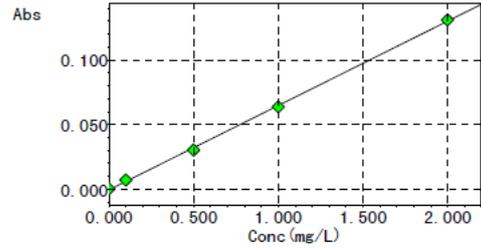
注：Cu、Ni 和 Be 浓度单位为 mg/L， Mo 浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ 。



$$\text{Abs}=0.098232\text{Conc}-6.7316\text{e}-005$$

$$r=0.9998$$

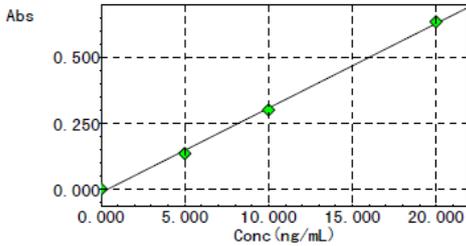
图 1 Cu 标准曲线



$$\text{Abs}=0.065217\text{Conc}-0.00043598$$

$$r=0.9997$$

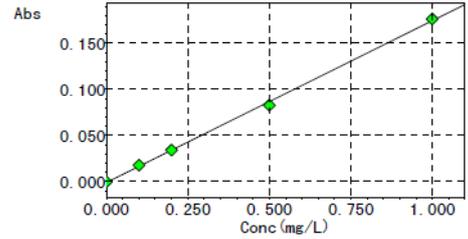
图 2 Ni 标准曲线



$$\text{Abs}=0.031992\text{Conc}-0.012480$$

$$r=0.9991$$

图 3 Mo 标准曲线



$$\text{Abs}=0.17537\text{Conc}-0.00091472$$

$$r=0.9995$$

图 4 Be 标准曲线

在各自的浓度范围内，4种检测元素的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9991\sim 0.9998$ 。

2.2 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以标准曲线斜率求得各元素的检出限，结果如表 5 所示：

表 5 各元素检出限

元素	Cu	Ni	Mo	Be
检出限	0.006	0.005	0.85	0.005

注：Cu、Ni 和 Be 浓度单位为 mg/L，Mo 浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ 。

2.3 样品检测结果、加标回收率和精密度

粉煤灰消解定容后按照表 1 和表 2 中条件检测，得样品中 4 种元素含量；粉煤灰加标后，以同样的方法前处理后检测得加标后含量，并计算加标回收率和精密度。

表 6 样品分析结果

元素名称	Cu	Ni	Mo	Be
测定结果 (mg/kg)	81.9	39.9	0.64	8.05
RSD (%)	0.44	1.38	3.0	2.67

表 7 加标回收率和精密度

元素	粉煤灰				
	加标前	加标量	加标后	回收率(%)	RSD(%)
Cu	0.823	1.0	1.897	107.4	0.48
Ni	0.399	0.6	1.028	104.8	2.66
Mo	10.399	5	15.475	101.5	4.64
Be	0.081	0.05	0.137	112	1.86

注：Cu、Ni 和 Be 浓度单位为 mg/L， Mo 浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ 。

3. 结论

参考《GB8173-87农用粉煤灰中污染物控制标准》、《固体废物铍、镍、铜、钼的测定-石墨炉原子吸收分光光度法》和《固体废物铍、镍、铜、钼的测定-火焰原子吸收分光光度法》等相关标准，使用AA-6880测定了粉煤灰中Cu、Ni、Mo、Be这4种元素的含量。实验表明：该方法所得各元素标准曲线线性线性相关系数 $r=0.9991\sim 0.9998$ ，回收率在101.5~114%之间，完全满足固体废物中四种元素的分析要求。

火焰原子吸收法测定飞灰中的镍、铜、铅、锌、镉含量

摘要：参考“十二五”最新环境标准《固体废物 镍 铜的测定》和《固体废物 铅 锌 镉的测定》征求意见稿，采用微波消解-火焰原子吸收光谱法测定了固体废弃物飞灰中镍、铜、铅、锌和镉的含量。实验结果表明：该方法所得各元素标准曲线线性关系良好，检出限低，回收率好，可满足飞灰等固体废物中重金属元素的检测需求。

关键词：环境 固体废物 飞灰 火焰原子吸收法

随着城市建设的快速发展，城市垃圾量正常迅猛，并且成分复杂。垃圾焚烧技术作为一种主要的固体废物处理手段，飞灰产物大约占焚烧垃圾的 3% 左右，很大程度缩减了垃圾体积。然而焚烧过程中，大量的重金属在高温条件下挥发进入烟气，并最终富集于飞灰中，给环境带来潜在的污染。目前飞灰主要处置手段包括垃圾填埋及资源化处理。分析表明：垃圾焚烧飞灰并不是化学惰性物质，其中 Cd、Pb、Zn 等重金属在一定条件下会迁移，污染土壤和地下水。因此如何安全有效地处置垃圾焚烧飞灰成为急需解决的环境问题。

本文参考“十二五”最新环境标准《固体废物 镍 铜的测定》和《固体废物 铅 锌 镉的测定》征求意见稿，采用飞灰全量微波消解-火焰原子吸收光谱法测定了飞灰中镍、铜、铅、锌和镉的含量。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-6880 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿和聚四氟乙烯烧杯均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO₃、HCl 与 H₂O₂ 均为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品前处理

精确称量 0.1 g 飞灰试样，置于微波消解罐中，用少量水润湿后加入 6 mL 浓硝酸，2 mL 浓盐酸，2 mL 氢氟酸，混合均匀后开始微波消解。微波完成并冷却后，将消解液转移至聚四氟乙烯烧杯，置于电热板 150~160°C 下赶酸，蒸至近干。取下烧杯，冷却后加入 1 mL 浓硝酸溶解残渣，以超纯去离子水转移并定容至 50 mL 容量瓶中，待测。同时做样品空白溶液。

1.4 仪器条件和参数

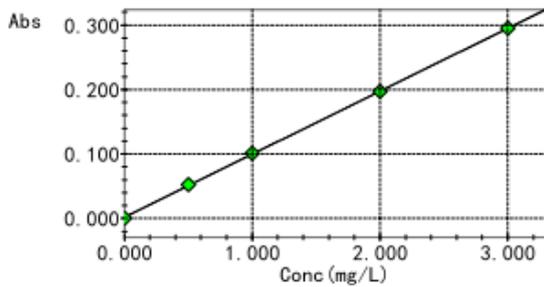
配制个元素的标准溶液。仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 仪器测定条件

元素	测定波长 (nm)	通带宽度 (nm)	灯电流 (mA)	点灯方式	火焰类型	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)	燃烧器高度 (mm)
Ni	232.0	0.2	12	BGC-D ₂	Air-C ₂ H ₂	1.6	15.0	7
Cu	324.8	0.7	8	BGC-D ₂	Air-C ₂ H ₂	1.8	15.0	7
Pb	283.3	0.7	10	BGC-D ₂	Air-C ₂ H ₂	2.0	15.0	7
Zn	213.9	0.7	8	BGC-D ₂	Air-C ₂ H ₂	2.0	15.0	7
Cd	228.8	0.7	8	BGC-D ₂	Air-C ₂ H ₂	1.8	15.0	7

2. 结果讨论

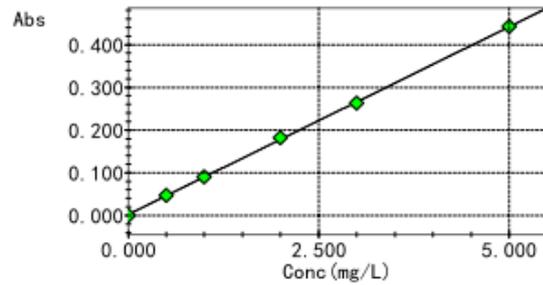
2.1 线性方程和检出限



$$\text{Abs} = 0.097747\text{Conc} + 0.0021095$$

$$r = 1.0000$$

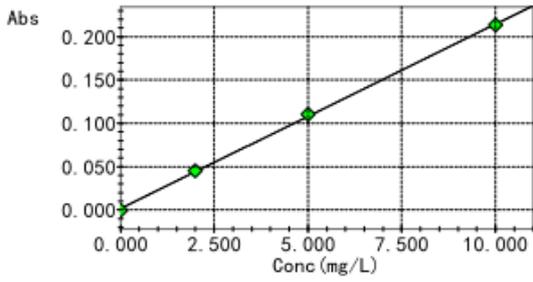
图 1 Ni 标准曲线



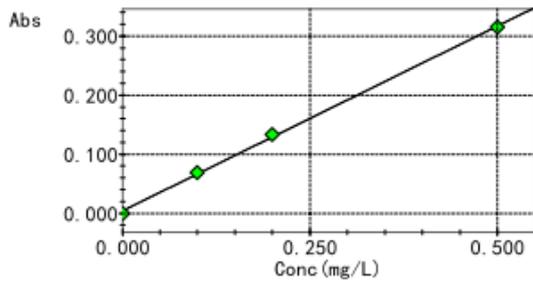
$$\text{Abs} = 0.087911\text{Conc} + 0.0024199$$

$$r = 0.9999$$

图 2 Cu 标准曲线



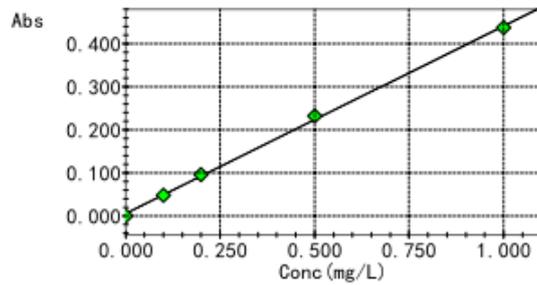
Abs=0.021286Conc+0.0017599
r=0.9998



Abs=0.62593Conc+0.0041393
r=0.9996

图 3 Pb 标准曲线

图 4 Zn 标准曲线



Abs=0.43514Conc+0.0057092
r=0.9995

图 5 Cd 标准曲线

按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得各个元素的检出限。线性方程和检出限结果如表 2 所示:

表 2 各个元素检出限

元素	Ni	Cu	Pb	Zn	Cd
检出限(mg/L)	0.012	0.010	0.028	0.001	0.002

2.2 样品测定结果、回收率和精密度

选取两份平行样品，消解后定容检测，得样品中各元素含量；样品中加标后，以同样的方法前处理后检测得加标后含量，并计算加标回收率和精密度。

表3 飞灰样品检测结果以及精密度

元素名称	样品序号	称样量(g)	样品浓度(mg/L)	RSD(%)	定容体积(mL)	稀释倍数	实际含量(mg/Kg)	平均含量(mg/Kg)
Ni	1#	0.0971	0.0408	2.32	50	1	21.0	21.4
	2#	0.1056	0.0459	2.14	50	1	21.8	
Cu	1#	0.0971	0.6982	0.11	50	1	359.5	360.4
	2#	0.1056	0.7630	0.00	50	1	361.3	
Pb	1#	0.0971	5.1161	0.38	50	1	2634.5	2624.3
	2#	0.1056	5.5210	0.41	50	1	2614.1	
Zn	1#	0.0971	0.2688	0.04	50	25	3460.6	3440.4
	2#	0.1056	0.2889	0.46	50	25	3420.3	
Cd	1#	0.0971	0.1452	0.21	50	1	74.8	75.2
	2#	0.1056	0.1597	0.85	50	1	75.6	

表4 1#飞灰样品加标回收率和精密度

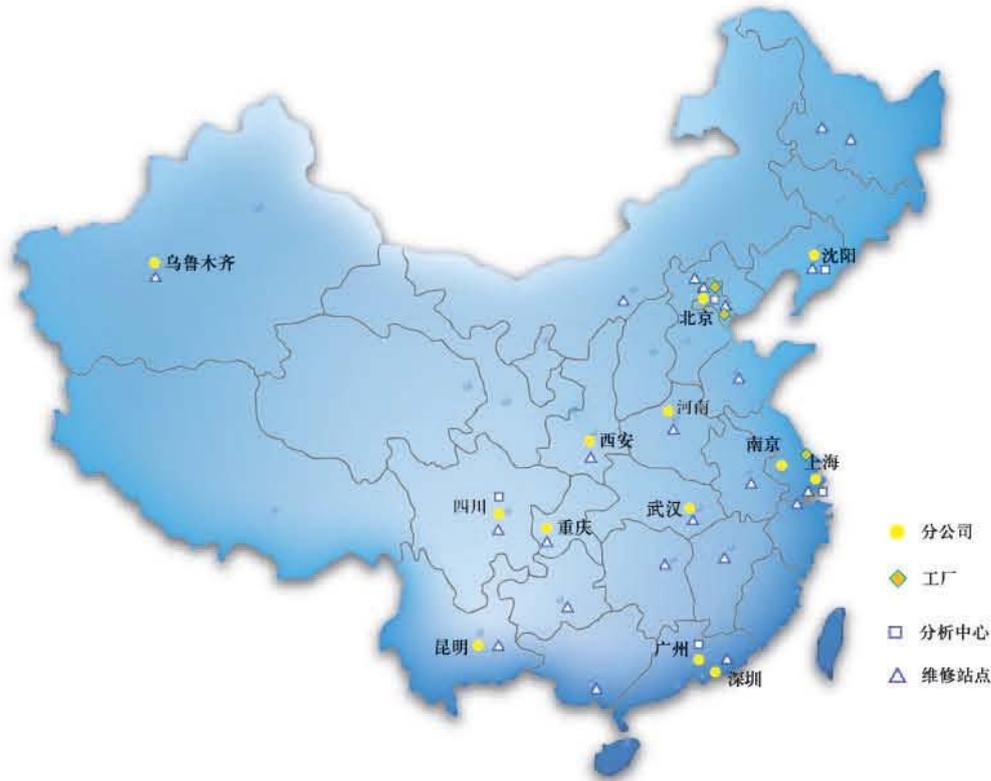
元素	粉煤灰				
	样品浓度(mg/L)	加标量(mg/L)	测定浓度(mg/L)	回收率(%)	RSD(%)
Ni	0.0408	1.0	1.0352	99.4	0.55
Cu	0.6982	1.0	1.7720	107.4	0.09
Pb	5.1161	2.0	7.0026	94.3	0.09
Zn	0.2688	0.1	0.3557	86.9	0.09
Cd	0.1452	0.1	0.2502	105.0	0.25

3. 结论

本文采用微波消解-火焰原子吸收光谱法测定了飞灰样品中镍、铜、铅、锌、镉等五种重金属的含量。实验结果表明，该方法线性相关系数 $r=0.9995\sim 1.0000$ ，加标回收率86.9%~107.4%。该方法操作简便，精密度好，适应性广，可满足飞灰等固体废物中重金属

元素检测需求。

岛津企业管理(中国)有限公司的服务和支持体制



本书中所记载的公司名称、产品服务名称及商标均为株式会社岛津制作所の商号、注册商标或商标。本书中有未标明TM标志和®标志之处。
本书中所使用其他公司的商号、商标的所有权非株式会社岛津制作所所有。

* 本公司在此对中国地图标注信息的行为仅限于表明本公司在中国各地分支机构的区域分布状况，不作为任何测绘、绘制或其他用途。



总公司地区事业所取得认证

岛津企业管理(中国)有限公司 / 岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

北京

北京市朝阳区朝外大街16号中国人寿大厦14F
邮政编码: 100020
电话: (010)8525-2310/2312 传真: (010)8525-2326/2329

上海

上海市淮海西路570号红坊E楼
邮政编码: 200052
电话: (021)2201-3888 传真: (021)2201-3555

沈阳

沈阳市和平区南京北街161号嘉润·东方香榭里大厦C座14层
邮政编码: 110001
电话: (024)2383-6735 传真: (024)2383-6378

四川

成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞·创意成都写字楼B座12层
邮政编码: 610063
电话: (028)8619-8421/8422 传真: (028)8619-8420

武汉

武汉市汉口建设大道568号新世界国贸大厦1座11层1117室
邮编: 430022
电话: (027)8555-7910 传真: (027)8555-7920

用户服务热线电话: 800-8100439
400-6500439

广州

广州市流花路109号之9达宝广场703-706室
邮政编码: 510010
电话: (020)8710-8603 传真: (020)8710-8698

西安

西安市南二环西段88号老三届世纪星大厦24层G座
邮政编码: 710065
电话: (029)8838-6016 传真: (029)8838-6497

乌鲁木齐

乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14层H座
邮政编码: 830000
电话: (0991)230-6271/6272 传真: (0991)230-6273

昆明

昆明市青年路432号天恒大酒店908室
邮政编码: 650021
电话: (0871)315-2987 传真: (0871)315-2991

南京

南京市中山南路49号商茂世纪广场23层A1座
邮政编码: 210005
电话: (025)8689-0278 传真: (025)8689-0237

本产品样本所宣传的内容, 以本版本为准
样本中的试验数据除注明外为本公司的试验数据

重庆

重庆市渝中区青年路38号重庆国贸中心1702室
邮政编码: 400010
电话: (023)6380-6057/6058 传真: (023)6380-6551

深圳

深圳市福田区福华一路98号卓越大厦15楼1号
邮政编码: 518040
电话: (0755)8340-2852 传真: (0755)8389-3100

河南

郑州市中原路220号裕达国际贸易中心A座20层2011室
邮政编码: 450000
电话: (0371)8663-2981/2983 传真: (0371)86632982

香港

Suite 1028, Ocean Centre, Harbour City,
Tsim Sha Tsui, Kowloon, Hong-Kong
电话: (00852)2375-4979 传真: (00852)2199-7438

日本总公司工厂已通过ISO质量·环境管理体系的认证

注: 此样本所有信息仅供参考, 如有变动恕不另行通知
印刷日期: 2013.08