



**Spectrum**  
SHANGHAI



**AA Introduce**  
**原子吸收应用及介绍**

报告人：黄晓苓

A PerkinElmer Company  
珀金埃尔默成员



**Spectrum**  
SHANGHAI

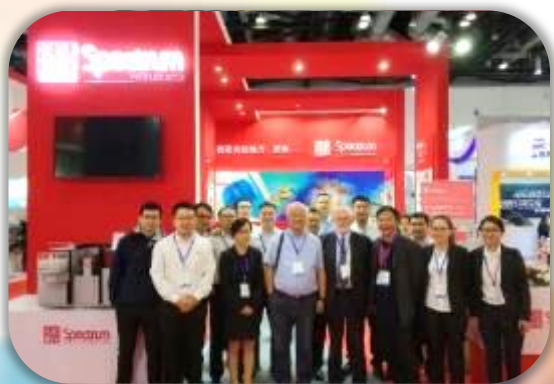


# 上海光谱仪器有限公司

## 成立于1999年

我国分析仪器行业成立最早的民营企业之一。经历近二十年的发展，今天的“上海光谱”已经成为中国分析仪器行业最主要研发与生产制造商之一；同时也是“中国制造”分析仪器在国际市场的主要供应商。





## 关于上海光谱

上海光谱仪器有限公司，近二十年致力于光谱仪器原子吸收、紫外可见光分光光度计、快速溶剂萃取仪等产品研发与生产制造。

以服务为导向，本着为客户解决问题的原则。上海光谱独立投资，与知名院校、科研单位联合共建的方式，在上海、北京、广州、成都、西安等地，建立应用实验室。在华东、东北、西北、西南、华北、华中、华南各区域主要城市，建立分支机构或办事处，为客户提供售前、应用、售中、售后、技术支持，提供“全方位的客户服务”。

如今，上海光谱产品已遍及石油化工、环境监测、食品安全、生物制药、军工电力、矿业开采、科研教育，各个领域。并远销欧洲、北美、南美、非洲以及东南亚，三十多个国家及地区。产品获得了海内外专家学者，各行各业专业客户的认可与好评。



# Excellence in Measurement 有阳光的地方，就有.....



紫外可见分光光度计  
UV-VIS

产品覆盖单光束可见或紫外可见光度计、双光束紫外可见分光光度计等，产品设计清新新颖，UI界面交互与软件工作站非常人性化



原子吸收分光光度计  
AA

覆盖单火焰型、单石墨炉型、火焰石墨炉一体机、全系列可配自动进样器。国产化率最高的，并是唯一同时具有AC/DC塞曼技术的AA制造厂商。不仅于此，产品的易用性、稳定与性能也是同样的优秀。



快速溶剂萃取仪  
QSE

快速节约有机样品的前处理时间，产品覆盖单通道、双通道、六通道（同时并联处理）

主要产品线



Spectrum  
SHANGHAI

# 原子吸收分光光度计

## 金属元素分析



原子吸收光谱法是实验室的常规分析方法，可分析70余种元素；



火焰可分析约45种元素； ppm ( $\mu\text{g/mL}$ )  
 石墨炉可分析约60余种元素； ppb；  
 氢化物可分析约11种元素； ppb；



操作简单、方便，成本低，结果准确，  
 已成为金属含量检测的首选设备。

Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	Ac															

Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr

## 应用行业十分广泛



# 一、食品安全与健康



蔬果

安全食品、绿色食品、优质食品

人们日常说的食品重金属污染，主要指对人体毒害最大的5种重金属：**汞、铅、镉、铬以及类金属砷**。

食物链的生物放大作用，不断富集进入人体，超过一定的限量，会干扰人体正常生理功能，造成慢性中毒。

食品行业热点问题：

婴儿辅助食品中镉的限量新标；  
面制食品添加剂中铝的限量测定；  
**粮油**中重金属限量测定；

.....

粮油



肉类



# 食品中重金属检测方法

- 重金属检测方法有：原子吸收、原子荧光、ICP等
- 近几年国标中关于重金属的检测方法GB5009系列等
- 食品中有机物多、背景复杂 ← **如何有效、准确的校正背景**
- 样品前处理方法有微波消解、湿法消化、干法灰化、直接稀释法等
- 样品前处理可能会带来污染及灵敏度损失等问题
- **国际上使用原子吸收方法**进行食品中重金属分析的大多采用**塞曼**背景校正分析





作者/刊物	文献名	备注
Pineau, A., et al. (2015). / Biological Trace Element Research 166(2): 119-122.	"Optimisation of Direct Copper Determination in Human Breast Milk <b>Without Digestion</b> by <b>Zeeman</b> Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometry with Two Chemical Modifiers."	测定元素：铜 测试样品：母乳 处理方法：直接进样
Jaganathan, J. and S. M. Dugar (1998). " / American Journal of Enology and Viticulture 49(2): 115-118.	Determination of selenium in wines using electrothermal atomic absorption spectrometry with <b>Zeeman</b> background correction."	测定元素：硒 测试样品：葡萄酒 处理方法：直接进样
Dakuzaku, C. S., et al. (2001). / Atomic Spectroscopy 22(2): 271-275.	" <b>Direct</b> determination of arsenic in sugar by GFAAS with transversely heated graphite atomizer and longitudinal <b>Zeeman</b> -effect background correction."	测定元素：砷 测试样品：糖 处理方法：直接进样 (用0.2%硝酸溶解为糖水)



作者/刊物	文献名	备注
Larsen, E. H. and L. Rasmussen (1991). / Zeitschrift Fur Lebensmittel-Untersuchung Und-Forschung 192(2): 136-141.	"CHROMIUM, LEAD AND CADMIUM IN DANISH MILK-PRODUCTS AND CHEESE DETERMINED BY ZEEMAN GRAPHITE-FURNACE ATOMIC-ABSORPTION SPECTROMETRY AFTER DIRECT INJECTION OR PRESSURIZED ASHING."	测定元素：铬 测试样品：牛奶 处理方法：直接进样  测定元素：铅、镉 测试样品：奶制品如果酱酸奶和乳酪 处理方法：硝酸高压灰化
Cervera, M. L., et al. (1991). / Journal of Analytical Atomic Spectrometry 6(6): 477-481.	"PLATFORM IN FURNACE ZEEMAN-EFFECT ATOMIC-ABSORPTION SPECTROMETRIC DETERMINATION OF ARSENIC IN BEER BY ATOMIZATION OF SLURRIES OF SAMPLE ASH."	测定元素：砷 测试样品：啤酒 处理方法：直接进样 另，已用标准物质样品检验该测试方法的准确性



**Spectrum**  
SHANGHAI

## 食品中重金属分析-塞曼原子吸收法

- 一些样品如牛奶、酒类、牛奶、糖等样品可直接进样，快速分析，避免预处理带来的污染及灵敏度损失问题；
- 塞曼背景校正模式可精确校准高背景；非氙灯与自吸效应可比；
- 石墨炉痕量分析，针对不同的样品、不同的分析元素，采用不同的基体改进剂、温度参数进行分析；
- 在环境、生物样品中同样适用，比如海水、母乳等；

### 应用举例

上海光谱仪器有限公司

塞曼原子吸收分光光度计

SP-3880ZAA系列





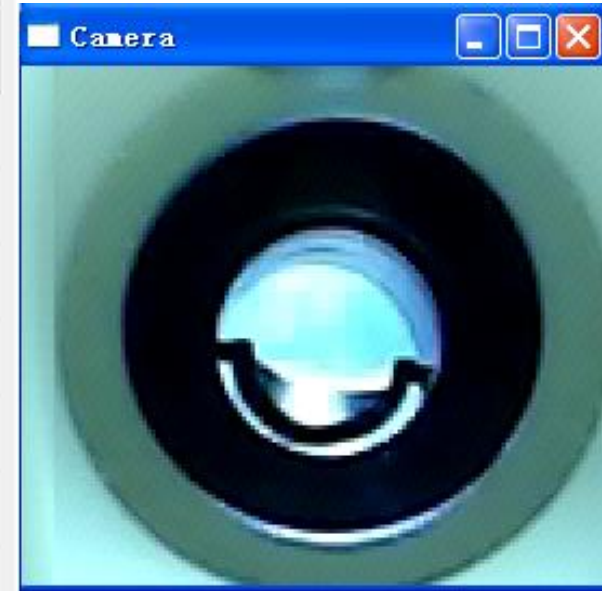


## 应用举例-婴儿奶粉中硒的快速检测

- 硒是一种人体必不可少，但仍具有毒性的微量元素。人体血液和血清中的硒元素含量必须保持在一定的浓度范围内才能保证人体健康。不同于人体血液中硒元素含量接近 $100\mu\text{g}/\text{L}$ ，牛血及牛乳中硒含量仅为 $10\mu\text{g}/\text{L}$ 至 $20\mu\text{g}/\text{L}$ 。因此，如果婴儿配方奶粉中硒含量不足，那么用牛奶取代母乳将会导致婴儿硒元素缺乏从而带来健康威胁。所以对奶粉中硒元素含量控制检测十分重要。
- 众所周知，生物体液中含有的磷元素会在硒 $196.0\text{nm}$ 吸收线处产生结构背景，使用传统氙灯背景校正会因为光谱干扰而无法得到准确的分析结果。交流塞曼背景校正技术则不受此光谱干扰的影响。对未经消解的液体样品直接进行分析是石墨炉原子吸收法最具有挑战的应用之一。所以此案例就是能展现石墨炉性能及交流塞曼扣背景能力的优秀案例。
- SP-3880ZAA 塞曼原子吸收分光光度计
- 随机选择市场上的一款婴儿奶粉

仪器分析条件：196.0nm、1.4nm、4mA、交流塞曼背景校正模式0.8T

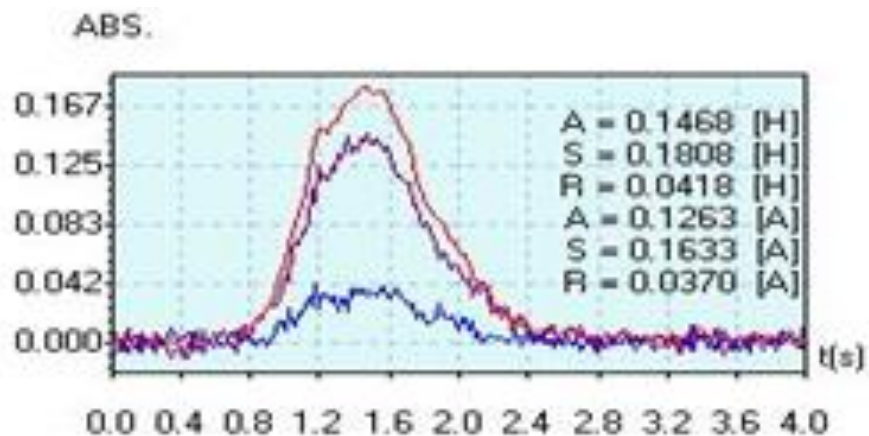
Step	Start (C)	End (C)	Ramp (s)	Hold (s)	Atomize	Gas Flow (mL/min)	Gas Type	
1	<input checked="" type="checkbox"/>	90	130	30	20	○	250	Normal
2	<input checked="" type="checkbox"/>	130	500	10	40	○	250	Special
3	<input checked="" type="checkbox"/>	500	500	1	10	○	250	Normal
4	<input checked="" type="checkbox"/>	500	1000	10	20	○	250	Normal
5	<input checked="" type="checkbox"/>	1000	1000	0	6	○	0	Normal
6	<input checked="" type="checkbox"/>	1000	2200	0	4	●	0	Normal
7	<input checked="" type="checkbox"/>	2600	2600	1	4	○	250	Normal



因未消解样品中基体碳含量较高，故需对默认的升温程序稍作修改：  
 Step2，使用空气代替氩气作为内气，在500℃吹扫样品中残留的碳；  
 Step3，将内气换回氩气，以保护石墨管免受氧气腐蚀；  
 Step4，第二步灰化，以在原子化之前除去残留的盐分和其他基体。  
 基体改进剂：0.1%钼溶液、0.06%硝酸镁

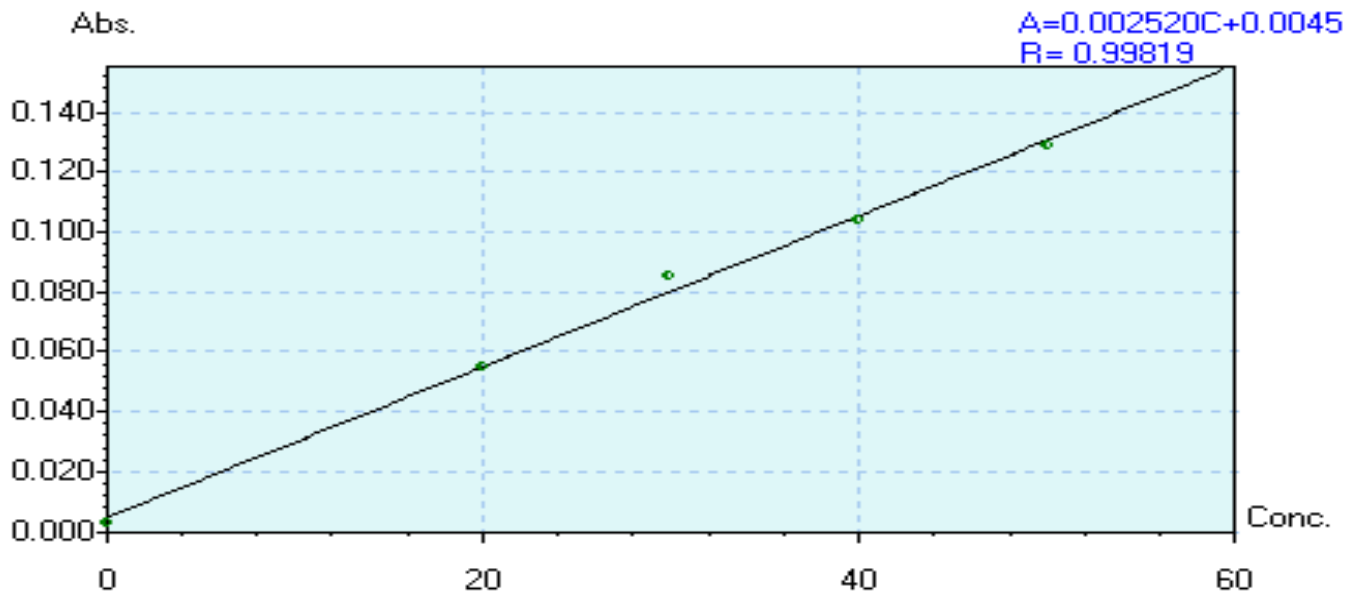
## ● 标准溶液硒

测得标准曲线如右图，  
 $R=0.998$



50ppb标准溶液峰形图

注：峰形图中，紫色线代表特征吸收，蓝色代表背景（灵敏度损失），红色为总吸收信号

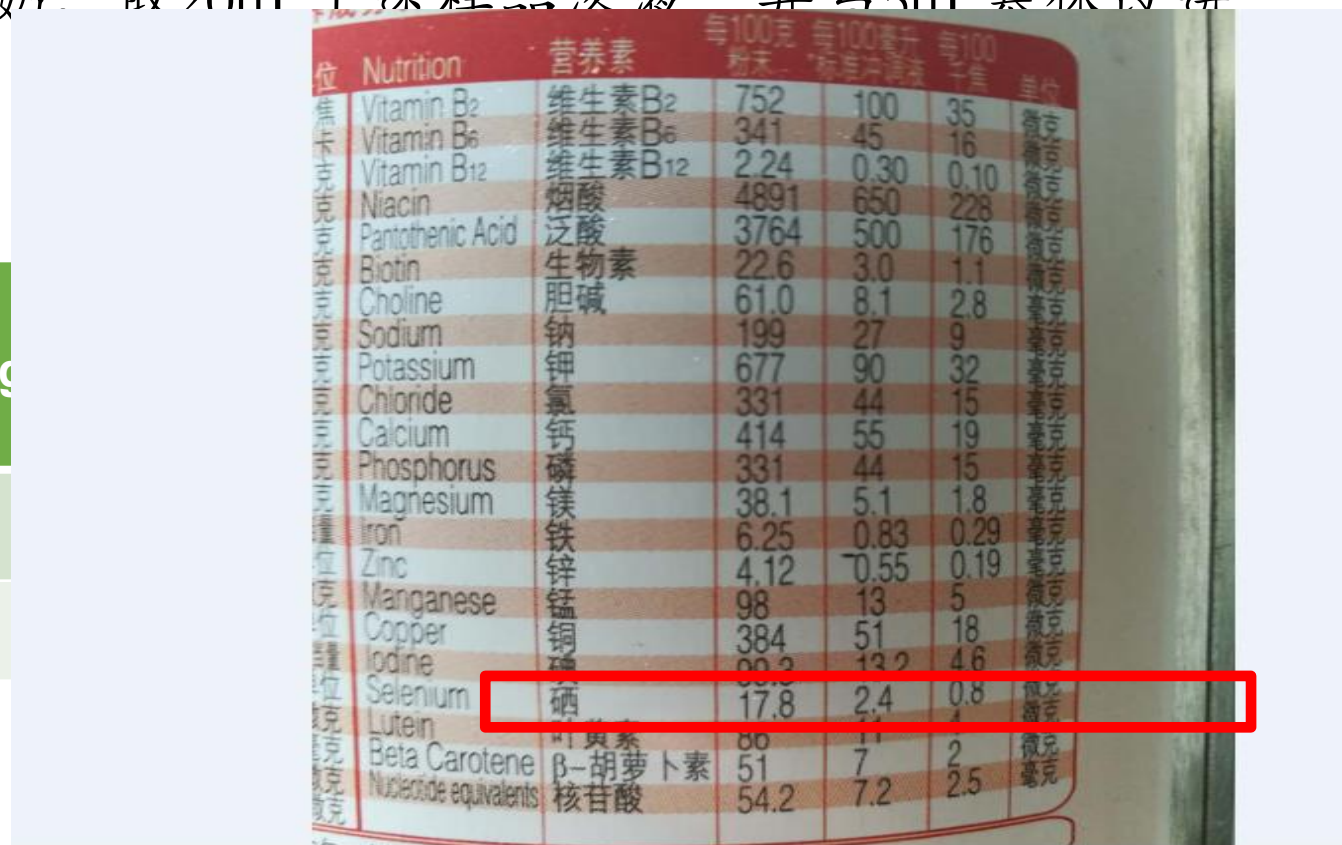




## 样品处理

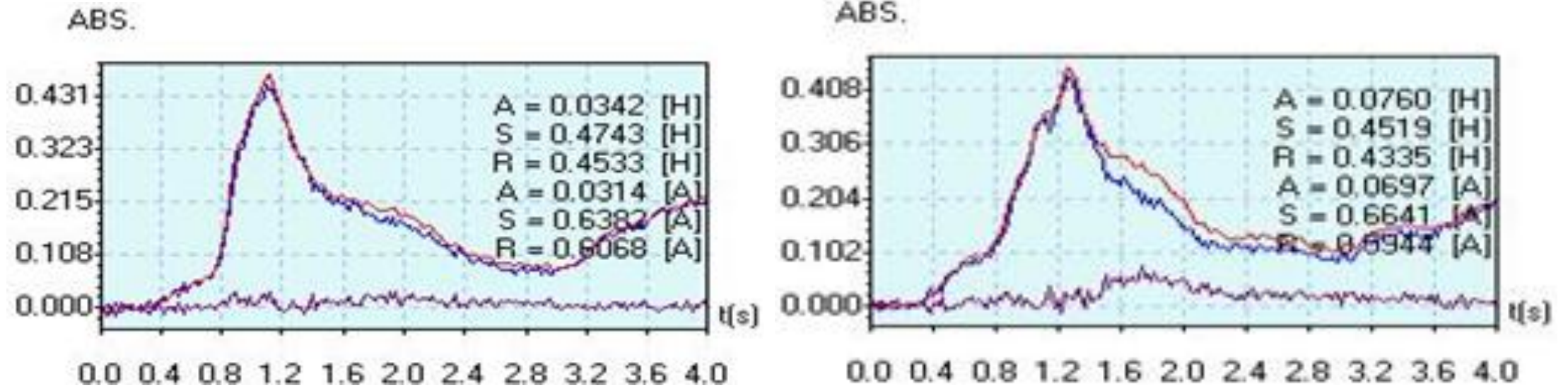
将全脂奶粉按正常冲调比例冲调并摇匀，使用加入0.05% Triton X-100表面活性剂的去离子水3+1稀释该全脂牛奶。取20 $\mu$ L上述样品溶液，并与5 $\mu$ L其体改进剂一同直接进样。

样品名称	测试结果 ( $\mu$ g/L)	加标量 ( $\mu$ g)
奶粉	16.97	0
奶粉加标	31.63	16.0



位	Nutrition	营养素	每100克 粉末	每100毫升 冲调后液体	每100 千焦
毫克	Vitamin B <sub>2</sub>	维生素B <sub>2</sub>	752	100	35
毫克	Vitamin B <sub>6</sub>	维生素B <sub>6</sub>	341	45	16
毫克	Vitamin B <sub>12</sub>	维生素B <sub>12</sub>	2.24	0.30	0.10
毫克	Niacin	烟酸	4891	650	228
毫克	Pantothenic Acid	泛酸	3764	500	176
毫克	Biotin	生物素	22.6	3.0	1.1
毫克	Choline	胆碱	61.0	8.1	2.8
毫克	Sodium	钠	199	27	9
毫克	Potassium	钾	677	90	32
毫克	Chloride	氯	331	44	15
毫克	Calcium	钙	414	55	19
毫克	Phosphorus	磷	331	44	15
毫克	Magnesium	镁	38.1	5.1	1.8
毫克	Iron	铁	6.25	0.83	0.29
毫克	Zinc	锌	4.12	0.55	0.19
毫克	Manganese	锰	98	13	5
毫克	Copper	铜	384	51	18
毫克	Iodine	碘	88.2	12.2	4.6
毫克	Selenium	硒	17.8	2.4	0.8
毫克	Lutein	叶黄素	80	11	4
毫克	Beta Carotene	$\beta$ -胡萝卜素	51	7	2
毫克	Nucleotide equivalents	核苷酸	54.2	7.2	2.5

用 $16\mu\text{g/L}$ 硒标准溶液加入至1:4稀释牛奶样品中，计算加标回收率约为90%，原子化图形如下：

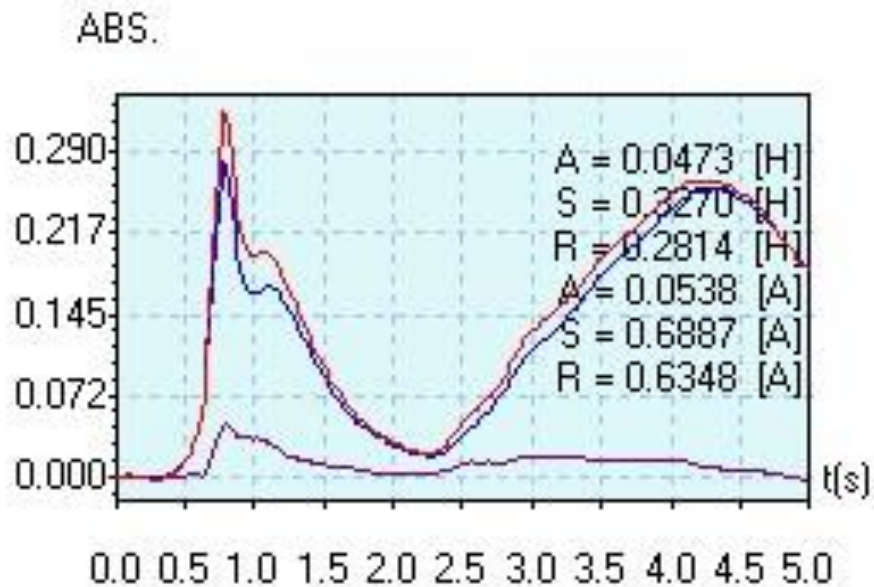


很明显，从上面几组图中对比可看出，含相近浓度的Se的标准溶液及稀释的牛奶样品，虽然峰形有些微不同，但Se原子吸收峰及基线吸光度（紫色）并未受到背景（蓝色）的影响。红色曲线为总吸光度。

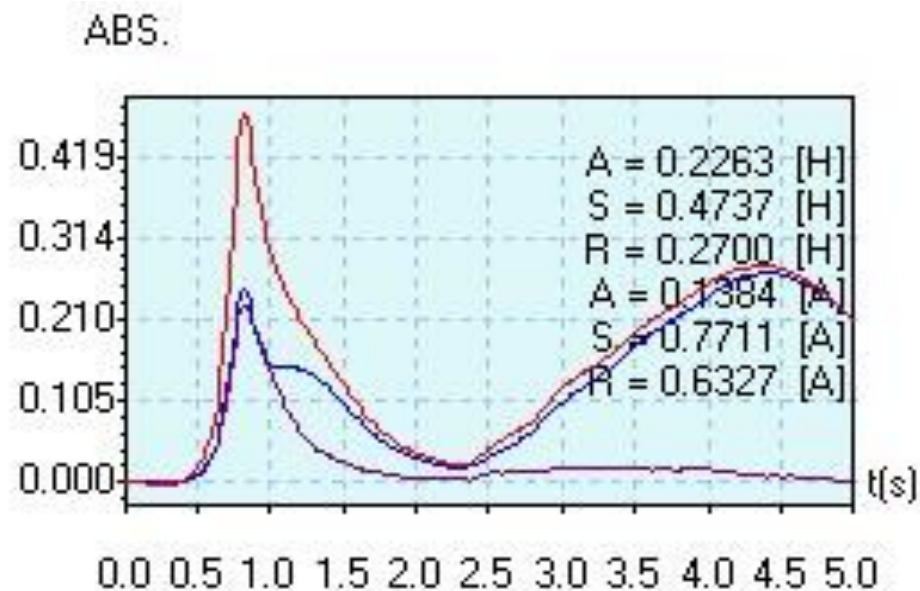
加标回收率：约90%

## 奶粉中硒的测定—氙灯法

奶粉样品中硒的测试峰形图



奶粉样品加标20ppb的测试峰形图



从以上的数据结果及峰形图中可以看出，用氙灯法直接测试未经稀释的奶粉样品，测试结果存在较大偏差，且回收率较低，约74%；

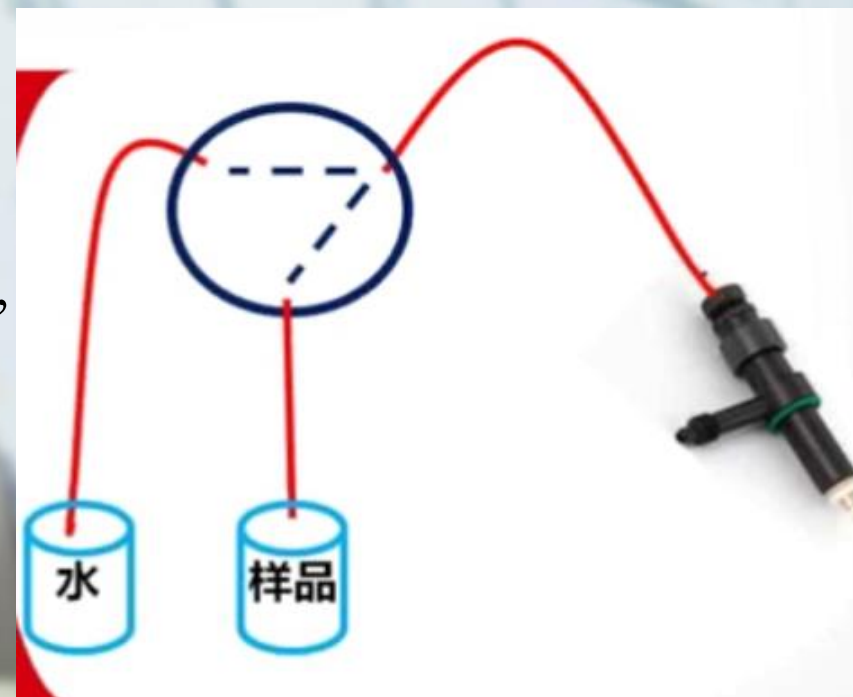
从峰形图中也可以看出氙灯法背景校正明显存在误差，背景校正不完全。



## 二、生物样品中重金属测定

人体生物材料中金属含量是反应体内重金属负荷的重要指标；在研究微量元素与健康关系时,常常把血清作为研究材料；血清中微量元素含量直接反映机体代谢情况。铜锌元素的缺失会导致一些不育、早产、心血管疾病、发育不良等,人体中的含量分别为Cu (0.9~2.0mg/L)、Zn(0.9~2.0mg/L)。

血清样品微量元素含量低且不能提供大量样品,用量少。



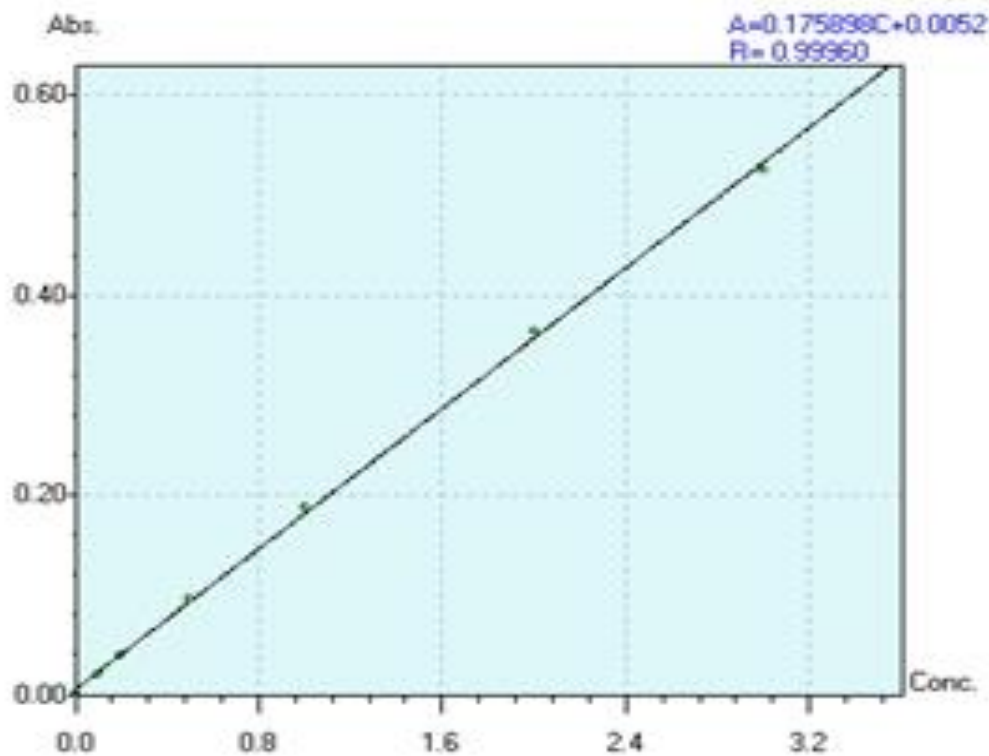
- 稀释液：曲拉通和硝酸混合液
- TritonX-100主要用于生物样品中做改进剂，起消除基体元素干扰、稳定溶液等作用。
- 血清样品处理:准确量取1毫升血清于器皿中，用稀释液进行稀释，定容到5毫升，稀释倍数为5。
- 仪器条件优化



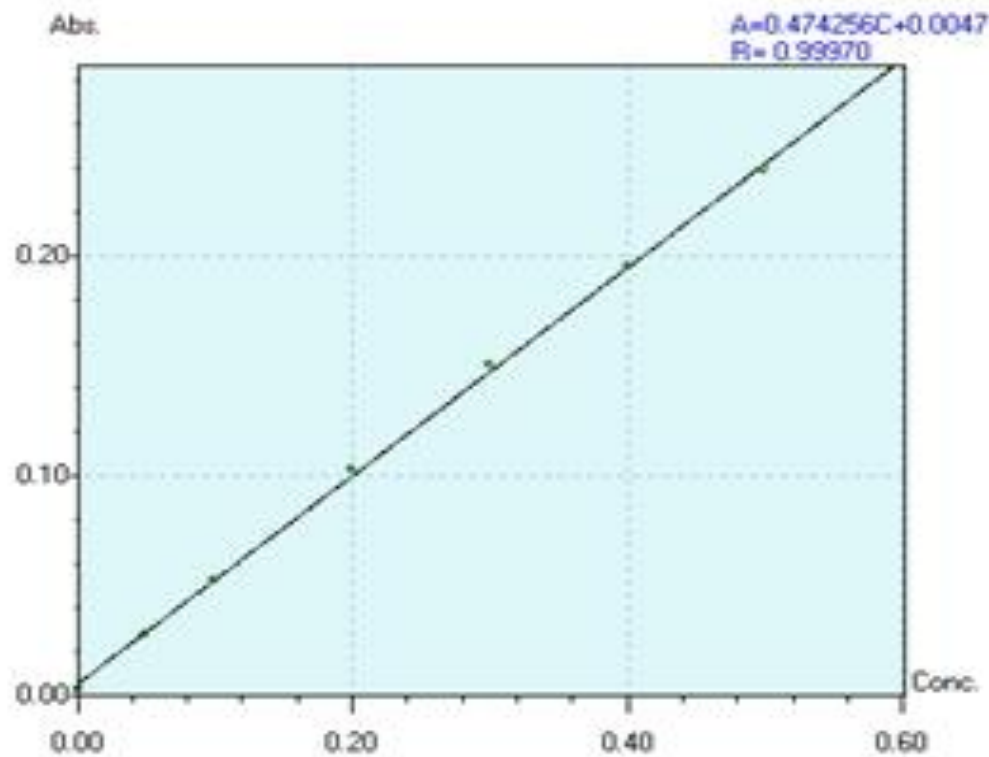


$$A=0.1759C+0.0052$$
$$R=0.99960$$

$$A=0.4743C+0.0047$$
$$R=0.99970$$



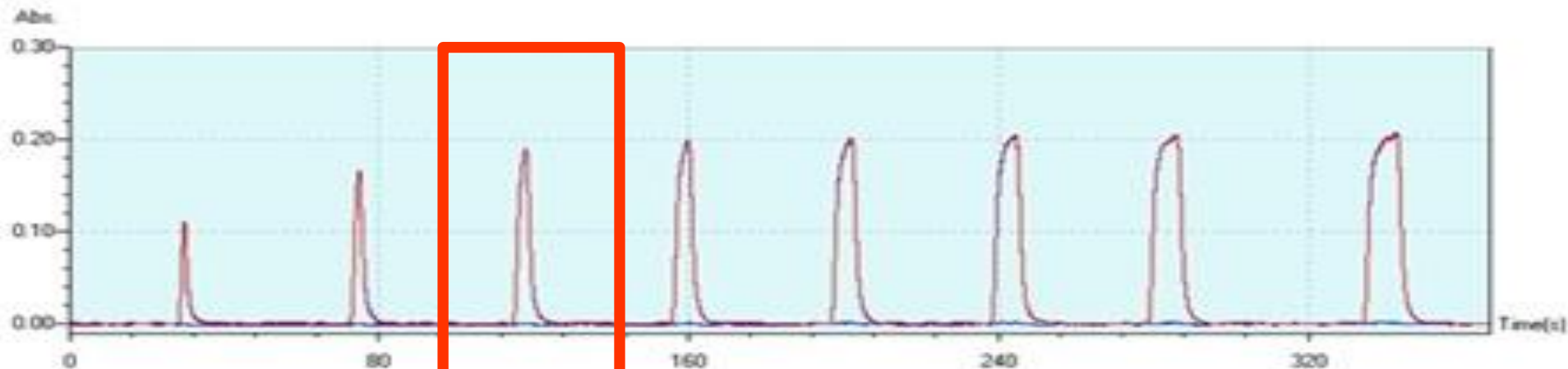
Cu 标准曲线



Zn 标准曲线

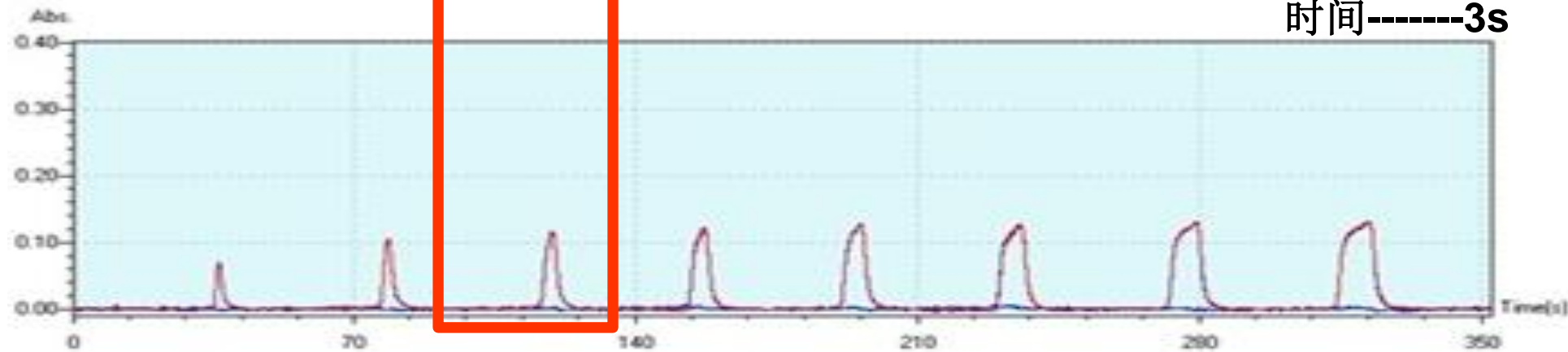


# 血清样品中重金属测定-火焰微量进样法



铜在不同进样时间（1s-8s）的响应信号

考虑到样品量少的原因，  
我们灵敏度达到预期值的  
时间-----3s



锌在不同进样时间（1s-8s）的响应信号



样品名称	元素	测试结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	总量 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率	精密度
血清	Cu	0.24	0.25	0.47	92%	2.25%
	Zn	0.3	0.2	0.5	100%	1.59%

- 血清中主要干扰成分为氯化钠,用火焰法测铜、锌时,共存主要成份无显著干扰。
- 血清样品无需消解,用混合试剂直接稀释后采用微量进样阀自动进样,火焰原子吸收光谱仪测定,避免了待测元素的损失及污染。实验证明此法方便快捷、重现性好、灵敏度高,适合大批样品的测定,测定结果在校准曲线范围内。
- 在血清样品中添加一定量的曲拉通,充分混匀后,起到润滑作用,在以微量进样阀进样时,能快速均匀地进样,提高了测试的稳定性和重复性。
- 血清样品在火焰中燃烧时,会出现积碳现象,积碳到达一定程度时会堵塞燃烧头的燃烧缝,因此在样品测试时需间隔吸喷1%硝酸的水溶液作为清洗液。

#### 石脑油中砷含量的检定

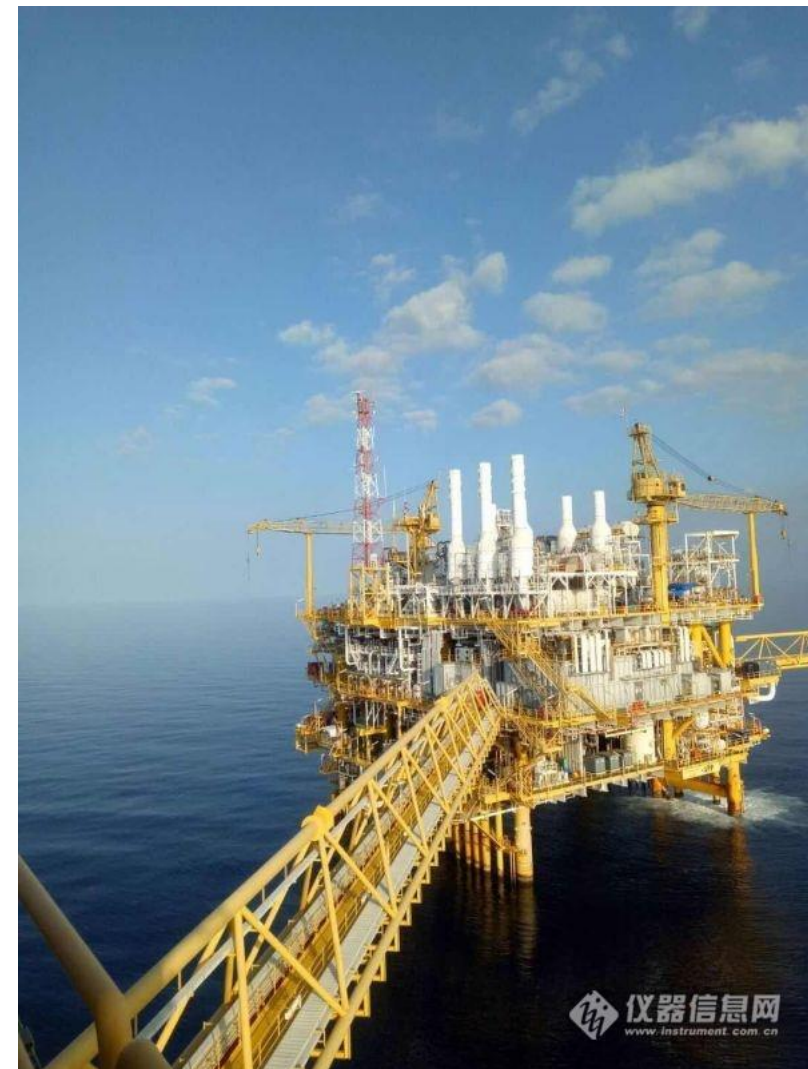
砷元素广泛存在于自然界中。

砷是石油植物在处理过程中必须控制的关键元素。

砷是石油中至关重要的元素。随着石油资源的日益匮乏，人们逐渐转向重质油、页岩油、及煤液化油的深度加工，这些资源中含有较多的金属有机化合物，而且砷化合物含量随着馏分的变重和裂解温度的升高而明显增加，汽油、柴油、石脑油等石油产品中重金属砷含量与石油产品性能差、稳定性差有关。

所以对石油产品中重金属砷的检测具有重要意义。

而砷的检测方法有很多：原子吸收光谱法、原子荧光光谱法、液相色谱-电感耦合等离子体法…



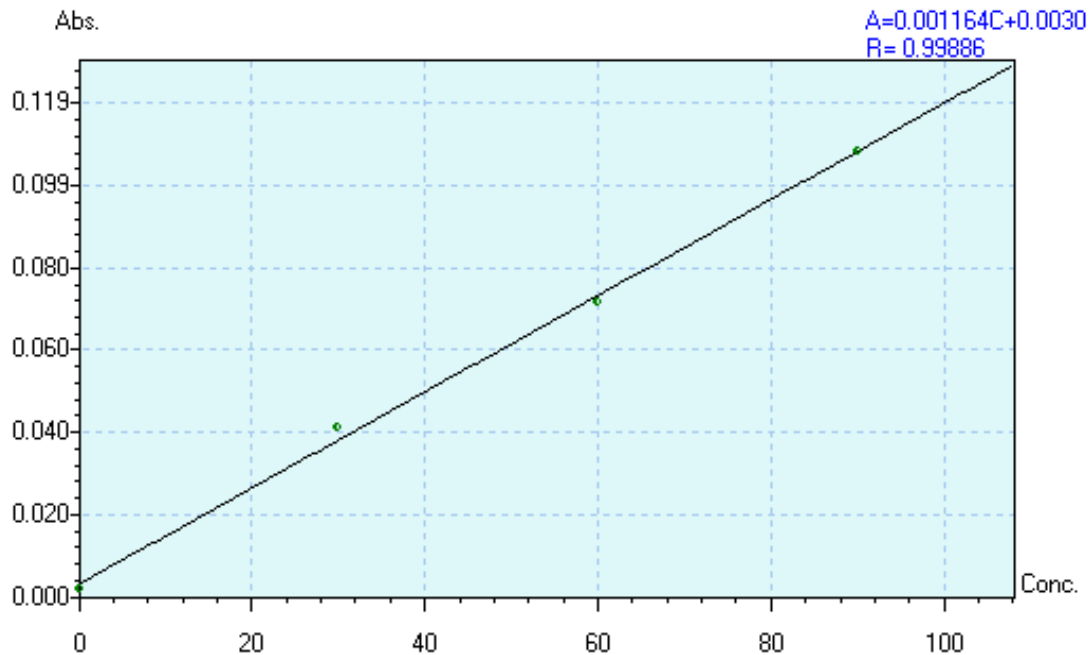
石墨炉原子吸收分光光度法：  
 塞曼背景校正；  
 无消解，直接进样；  
 为了防止干燥和灰化过程中被测物的损失，加入基体改进剂硝酸镁和硝酸钡的混合溶液；  
 采用标准加入法消除测定过程中基体的干扰。

Step	Start (C)	End (C)	Ramp (s)	Hold (s)	Atomize	Gas Flow (mL/min)	Gas Type
1	<input checked="" type="checkbox"/> 80	150	30	30	○	250	Normal
2	<input checked="" type="checkbox"/> 150	350	30	30	○	250	Normal
3	<input checked="" type="checkbox"/> 350	800	30	20	○	250	Normal
4	<input checked="" type="checkbox"/> 800	2100	0	4	●	0	Normal
5	<input checked="" type="checkbox"/> 2100	2600	0	4	○	250	Normal

Step 2: 第一步灰化，去除基体；  
 Step 3: 第二步灰化，去除基体和烃残留物；





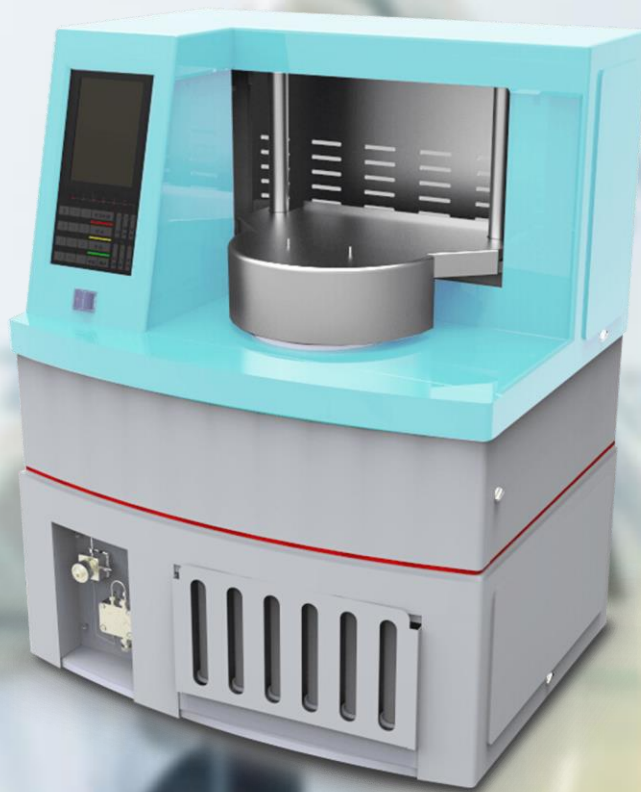


样品名称	测试结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	稀释倍数	总量 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率	精密度
质控样	47.68	2	95.37	95%	2.4%
石脑油	60.42	40	2416.99	/	3.5%

# Excellence in Measurement 有阳光的地方，就有.....



SP-100QSE/200QSE快速溶剂萃取仪  
单通道或双通道



SP-600QSE快速溶剂萃取仪  
六通道

## 应用范围

快速溶剂萃取仪是一种有机样品前处理设备，广泛应用于固体和类固体样品中有机物的萃取分离，涉及的应用领域有农业，石化，环境领域，食品等相关行业。该仪器与传统索氏提取、超声提取等方法相比，具有萃取效率高，溶剂用量少，操作简便等特点。

## 部分应用案例

1. 煤中有机物提取及灰分测定
2. 橡胶中的可萃取物
3. 表面活性剂中的有机氯

(详情欢迎咨询)

快速溶剂萃取仪-QSE系列



Spectrum  
SHANGHAI

全国24小时服务热线  
400-996-5855



官方微信公众号  
[www.spectrum-cn.cn](http://www.spectrum-cn.cn)

如有相关问题  
欢迎交流！



应用服务团队



Spectrum  
SHANGHAI



**Spectrum**  
SHANGHAI

**Thank you!**