

好,因此我们选择 5 mL HNO₃-2mL H₂O₂ 食用油消解体系。

2.3 酸度的影响 由于消化过程中加入了硝酸,其浓度对仪器的使用寿命和分析的准确性都有较大影响,实验证明酸浓度在 0.5%~10%之间时,各待测元素的测定值稳定,对仪器使用无影响,本方法选择酸浓度为 1%。

2.4 仪器条件的优化 实验证明,当选择 RF 功率为 1 150 W;雾化气压力为 25 PSI 时,仪器发射光强,灵敏度高,且光强稳定。同时通过进样速度比较发现进样量小于 1.0 mL/min 时,灵敏度较低,进样量在 1.0~1.8 mL/min 之间,灵敏度高且稳定,因此我们选用进样速度 1.5 mL/min。本文选用上述条件为工作条件。

2.5 光谱干扰及校正 光谱干扰是 ICP-AES 中的主要干扰,有背景位移与谱线重叠两类。前者可由仪器设置的离峰法校正,谱线重叠可通过调阅仪器分析线数据库,按灵敏度适中,干扰元素少的原则来选择待测元素波长加以克服。

2.6 方法的检出限 取 10 次平行测定空白溶液的结果,按 IUPAC 规定计算的各元素检出限,见表 2。

表 2 各元素检出限 $\mu\text{g/L}$

元 素	Pb	As	Cu	Fe	Ni
检出限	7.3	6.2	4.0	2.4	3.4

2.7 方法精密度及回收率实验 取同一试样平行测定 4 次,计算出相对标准偏差,在试样中加入不同标准液测定并计算出 4 次加标测定的平均回收率,见表 3。

中图分类号:R15;O657.31;TS255 文献标识码:B

表 3 各元素精密度及回收率测定 mg/L

试样	元素	测定均值	RSD %	加标量	加标测定值	回收率 %
菜子油	Pb	0.0785	1.8	1.0	1.0528	97.6
	As	0.0432	2.4	1.0	1.0098	96.8
	Cu	0.1058	0.6	1.0	1.1120	100.6
	Fe	0.6581	1.1	1.0	1.6421	99.0
	Ni	0.0105	4.2	1.0	0.9218	91.2
食用调和油	Pb	0.0432	2.1	1.0	1.0101	96.8
	As	0.0158	3.2	1.0	0.9261	91.2
	Cu	0.0502	2.2	1.0	1.0404	99.1
	Fe	0.2185	1.2	1.0	1.2215	100.2
	Ni	0.0064	8.8	1.0	0.0091	90.0
小磨香油	Pb	0.0587	2.4	1.0	1.0318	97.5
	As	0.0321	3.2	1.0	1.0115	98.0
	Cu	0.0758	1.8	1.0	1.0828	100.6
	Fe	0.0445	2.2	1.0	1.0325	98.8
	Ni	0.0105	6.2	1.0	0.9482	93.8
人造奶油	Pb	0.1025	1.1	1.0	1.0652	96.6
	As	0.0672	2.1	1.0	1.0058	94.2
	Cu	0.2541	1.8	1.0	1.2504	99.7
	Fe	0.0116	3.4	1.0	0.9218	91.1
	Ni	0.0214	4.8	1.0	0.9124	89.3
花生油	Pb	0.0213	1.2	1.0	0.9697	94.9
	As	0.0185	2.4	1.0	0.9328	91.6
	Cu	0.1025	1.0	1.0	1.1140	101.0
	Fe	0.0456	1.1	1.0	1.0404	99.5
	Ni	0.0064	10.2	1.0	0.9085	90.2

参考文献:

- [1] 杨惠芬主编. 食品卫生理化检验标准手册[M]. 北京: 中国标准出版社, 1997.
- [2] 王丽珍. ICP-AES 法测定动物脏器中的多种元素[J]. 光谱实验室, 1997, 14(1): 61-64.
- [3] 莫定琪, 等. 微波消解—ICP-AES 法测定固体类化妆品中无机元素[J]. 预防医学情报杂志, 1999, 15(3-A): 24-25.

文章编号:1004-8456(2001)03-0016-02

自吸收石墨炉原子吸收法测定食盐中铅

黄 灵 韩东海 孙宏宾

(泰兴市卫生防疫站, 江苏 泰兴 225400)

GB 5009—96^[1] 中规定测定食品中铅的第一法是石墨炉原子吸收光谱法,背景校正为氘灯或塞曼效应,其中对食盐中铅的测定方法没有作详细的叙述。笔者在实验室中发现由于食盐中无机盐成分含量大,共存元素多,背景干扰较严重,用氘灯扣背景校正能力比较差,而用塞曼效应扣背景又必须具有

特有的原子化器或光源,一般基层实验室难以得到,而文献^[2]报道的络合萃取-盐酸反萃取火焰原子吸收法测定食盐中铅的方法试剂难寻,步骤繁多。本文提出了用自吸收谱线校正背景石墨炉原子吸收测定食盐中的铅的方法,实验结果令人满意,现介绍如下。

1 材料与方 法

1.1 仪器 岛津 AA-6800 原子吸收光谱仪, 岛津 GFA-6500 型石墨炉, 岛津 ASC-6100 型自动进样器, 联想奔月 4000-P /450 型微机, HP LaserJet 6L Gold 型打印机。岛津普通石墨管, 岛津铅空心阴极灯 (10 ~ 300 mA)。

工作条件 波长 283.3 nm, 灯电流 10 ~ 300 mA 狭缝 0.5 nm, 自吸收扣背景, 读出方式峰高, 进样体积 10 μ L, 石墨炉升温程序见表 1。

表 1 石墨炉升温程序

步骤	温度	时间 s	升温方式	气体流速 L/min
1	110	40	RAMP	0.30
2	110	10	STEP	0.30
3	200	10	RAMP	0.30
4	200	10	STEP	0.30
5	350	10	RAMP	0.30
6	350	20	STEP	0.30
7	350	3	STEP	0.00
8	1600	2	STEP	0.00
9	1900	2	STEP	1.00

1.2 试剂 所用试剂均为优级纯, 实验用水为去离子水, 所用器皿均用 20% 硝酸浸泡过夜。

铅标准储备溶液 购自江苏省卫生防疫站, 1 mg/mL。

铅标准使用液 将标准储备溶液用 0.15% 的硝酸逐级稀释成 5.0 ng/mL, 10.0 ng/mL, 15.0 ng/mL 的标准使用液。

1.3 实验方法 称取食盐 1.0 g 加水 5 mL, (1+1) 硝酸 2 mL, 煮沸 15 min, 冷却后移入 100 mL 的容量瓶中, 加水定容, 摇匀过滤, 滤液备用。

按上述仪器工作条件分别测定各标准溶液及试样溶液的吸光度。5.0 ng/mL, 10.0 ng/mL, 15.0 ng/mL 浓度的标准溶液的吸光度分别为 0.0358, 0.1464, 0.2518, 回归方程为 $Abs = 0.0216 Conc - 0.07133$, $r = 0.9999$ 。

由微机自动计算出稀释后试样铅含量 (M) 结果计算, 试样实际含铅量计算公式 $mg/kg = (M \times 100 \times 10^3) / (1.0 \times 10^6)$

2 结果与讨论

2.1 校正方法 空心阴极灯具备一个重要特性, 即当灯电流大于临界电流时, 从阴极溅射的大量原子云产生吸收, 灯的发光光谱变为凹形, 此时测得的信

号主要是背景吸收, 几乎没有原子吸收。自吸收法充分利用空心阴极灯的这一特性, 在空心阴极灯上交替通过小电流和大电流, 小电流通过时测得的信号是背景吸收和原子吸收之和, 大电流通过时测得的信号是背景吸收。求得两者之差, 就能够正确地校正背景吸收, 可以得到真正的原子吸收。^[3] 本次实验中铅空心阴极灯弱脉冲工作期间电流 10 mA, 强脉冲工作期间电流为 300 mA。

2.2 方法的相对灵敏度 用自吸收效应校正背景常碰到灵敏度降低的问题, 从图 1 可看出, 弱脉冲状态铅的吸收为 $A = 0.9$, 强脉冲状态铅的吸收为 $B = 0.1$, $A - B = 0.8$, $(A - B) / A = 88.9\%$, 测定灵敏度达到常规方法的 88.9%, 可满足测定要求。

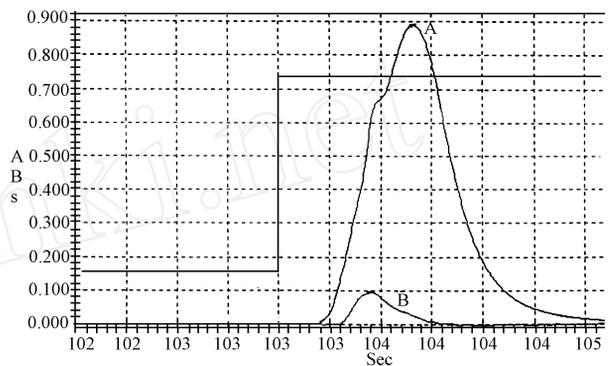


图 1 自吸收谱线效应下的吸光度
A: 弱脉冲时的吸光度, B: 强脉冲时的吸光度

2.3 准确度试验 在配好的食盐溶液中分别加入 1.0 μ g/mL 铅标准应用液 0.2 mL、1.0 mL、2.0 mL, 每种浓度做 6 个平行样, 相同条件下消化测定, 计算加标回收率, 结果见表 2。

编号	原含量	标准加入量	测得总量	回收率 %
1	3.2	2.0	5.3	101.9
2	3.2	10.0	13.1	99.2
3	3.2	20.0	22.9	98.7

表 2 结果表明高低两种浓度铅的加标回收率分别为 101.9%、98.7%, 令人满意。

2.4 精密度的试验 对含量为 5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、15.0 ng/mL 的铅标准溶液及 3 份食盐样进行精密度的试验, 按上述测定方法平行测定 6 次, 记录吸光度, 结果如表 3。

2.5 对照试验 为比较用自吸收效应扣背景与国标法 D_2 灯扣背景两种方法测定实样的差异, 特作对照试验结果如表 4。

表3 精密度试验结果

编号	\bar{x}	s	RSD %
1	0.0358	0.000898	2.51
2	0.1464	0.002821	1.93
3	0.2518	0.005400	2.14
4	0.2019	0.006602	3.27
5	0.2648	0.010620	4.01
6	0.1953	0.005214	2.67

表4 自吸收法与国标法对照试验 ng/mL

	1	2	3	4	5	6
自吸收法	1.01	2.10	3.45	2.87	3.12	2.09
国标法	1.08	2.13	3.50	2.91	3.14	2.08

注: $\bar{d}=0.0333$ $s=0.01115$ $t=2.987$ $P>0.05$

从表4可看出两法无显著性差异。

中图分类号: R15; O657.31; O614.43⁺3 文献标识码: B 文章编号: 1004-8456(2001)03-0017-03

示波极谱法测定食盐中的硫酸盐

王素霞 吕风荣

(赣榆县卫生防疫站, 江苏 赣榆 222100)

食盐中硫酸盐的测定方法,常用的有硫酸钡重量法,硫酸钡比色法等,这些方法由于操作繁琐,耗时较长,而且易引起误差。目前,利用极谱分析的方法尚未见报道,本文在文献^[1]的基础上,参考有关资料,把反应生成的铬酸离子用示波极谱法测定,获得满意结果。

1 材料与与方法

1.1 仪器 MP-1型溶出分析仪(山东电讯七厂),悬汞电极,铂电极,饱和甘汞电极。

1.2 试剂 硫酸盐标准溶液 1.00 mL含0.2 mg硫酸盐。

铬酸钡悬液 取研细的铬酸钡2.5 g,加入8 mL 2.5 mol/L盐酸溶液制成悬液,加入60 mL冰乙酸,纯水补足至200 mL,临用前配制。

钙—铍溶液 称取0.6 g无水氯化钙,加入171 mL氨水($P_{20}=0.888/\text{mL}$),纯水补足至200 mL,密闭保存。

氯化钠溶液 称取5 g氯化钠,加水溶解50 mL。

3 小结 自吸收法校正背景的精密度一般比氘灯法好,因原子吸收和背景吸收可以用同一灯测试,因此不会出现由于光轴不一致而引起的校正误差,对食盐这样的高基体物质中的微量铅的测定最适宜。须特别提醒的是自吸收法要求空心阴极灯能承受大电流的通过,为保证空心阴极灯的使用寿命,务必使用自吸收专用空心阴极灯。

参考文献:

- [1] GB/T 5009.12—96. 食品中铅的测定方法[S].
- [2] 杨智灵,贾军国. 络合萃取-盐酸反萃火焰原子吸收法测定食盐中铅[J]. 理化检验(化学分册), 1999, 35(4): 188—189.
- [3] 李述信,主编. 原子吸收光谱分析中的干扰及消除方法[M]. 北京:北京大学出版社, 1987, 370—373.

1.3 方法

1.3.1 试样制备 称取试样1.0 g,加少量水溶解,定容至100 mL,若样液混浊需过滤后定容至100 mL。

1.3.2 测定 取试样溶液5 mL于25 mL比色管中,加水至10 mL。另取硫酸盐标准0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL于25 mL比色管中,各加氯化钠溶液0.5 mL,纯水补足至10 mL,再加充分混匀的铬酸钡溶液1.0 mL,充分混匀后放置20 min,加入1.0 mL钙—铍溶液,振摇1 min,于起始电压-0.20 V,终止电压-6.60 V,2次微分,记录-0.38 V(VS, SCE)处峰高,并绘制标准曲线,采用标准曲线计算结果,本法 SO_4^{2-} 浓度与峰高呈良好线性关系,回归方程 $y=32.5499x-2.34999$,方法的相关系数 $r=0.9995$ 。

2 结果与讨论

2.1 铬酸钡悬液与钙—铍溶液用量 实验表明,铬酸钡悬液与钙—铍溶液用量均为1.0 mL为宜。

2.2 底液pH的影响 在pH 9.5~10.0范围内,峰电流最大且一致,当pH>10时,峰电位负移且峰高