

实用技术

# 氢化物-火焰原子吸收法 测定食品中的铅

尹哲俊 杨晓瑛 王 颖

(吉林工学院)

## 0 前 言

火焰原子吸收法测定铅,灵敏度较低,不能满足食品中微量铅的测定要求。无火焰原子吸收光谱法测定灵敏度高,但需要较昂贵的仪器。采用铁氰化钾为氧化剂,以电加热石英管作为原子化器的氢化物-原子吸收法测定食品中铅已有报道<sup>[1]</sup>,该测定体系提高了测定的灵敏度,但共存元素允许量很小,难于用于复杂样品的分析,且石英管原子化器装置在一般实验室条件下不好解决。本文采用喷流型氢化物发生器<sup>[2]</sup>,火焰原子吸收法对多种食品中微量铅的测定条件进行了研究。选定了铅的最佳测定条件,拟定了切实可行的测定方法。方法的灵敏度( $0.012\mu\text{g/ml}/1\%$ 吸收)比火焰法灵敏度( $0.23\mu\text{g/ml}/1\%$ 吸收)提高近20倍,检测能力较常规火焰法提高近100倍,满足食品中铅的测定要求。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器及主要试剂

WFX-1A型原子吸收分光光度计。铅空心阴极灯。按文献[2]制造喷流型氢化物发生器用于食品中微量锡的测定<sup>[3]</sup>。该发生器结构简单,操作方便,具有进样量大,氢化反应充分,气、液、雾分离较完全,分析灵敏度较高,分析速度较快等优点。

铅标准溶液:用高纯铅配制 $1\text{mg/ml}$ 贮备液。用时再稀释至 $10.0\mu\text{g/ml}$ 铅的工作溶液。

10%铁氰化钾溶液(贮于棕色瓶中)。

10%草酸溶液。2%硼氢化钾( $0.1\%\text{NaOH}$ 溶液,用时现配制)。

### 1.2 试验方法

卸去仪器的喷雾器和撞击球,用管子将氢化物发生器的气体出口与雾化室连接,接通压

收稿日期:1993-09-06

缩空气及下水管道。点燃空气-乙炔火焰,分别用氢化物发生器的两管吸入样品溶液和 2% 的硼氢化钾溶液,产生的氢化物由空气载入 100mm 单缝燃烧器,测定铅的吸光度。

### 1.3 工作条件

经试验选定的工作条件如表 1。

表 1 测定铅的工作条件

|                            |       |                               |     |
|----------------------------|-------|-------------------------------|-----|
| 波 长 (nm)                   | 217.0 | 乙炔压力 (kg/cm <sup>2</sup> )    | 0.5 |
| 狭 缝 (nm)                   | 0.1   | 乙炔流量 (L/min)                  | 1.6 |
| 灯电流 (mA)                   | 8     | 火焰状态                          | 贫 燃 |
| 空气压力 (kg/cm <sup>2</sup> ) | 1.6   | 试液提升量 (ml/min)                | 16  |
| 空气流量 (L/min)               | 8     | KBH <sub>4</sub> 提升量 (ml/min) | 12  |

## 2 结果与讨论

### 2.1 氧化剂及其浓度的选择

氧化剂的存在能提高氢化物法测定铅的灵敏度。铅的各种氧化剂体系中 HCl—K<sub>3</sub>[Fe(CN)<sub>6</sub>] 的测定体系对铅的灵敏度最高<sup>[4]</sup>。结果表明(图 1),测定条件下随着铁氰化钾浓度的增加铅的吸收值增加,当其浓度大于 0.5% 以上时铅的吸光度趋于恒定。考虑到铁氰化钾的消干扰作用,选用 1% 铁氰化钾。

### 2.2 无机酸的影响

分别对含有不同浓度的 HCl、HNO<sub>3</sub>、H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>、H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> 等介质对铅的吸光度影响进行了试验。结果(图 2)表明,上述各种酸的适宜浓度下,铅的吸光度相差不大,但以 HCl 的酸度范围最宽。在 0.2~0.6mol/L 的范围内铅的吸光度恒定。采用 0.5mol/L 的 HCl。

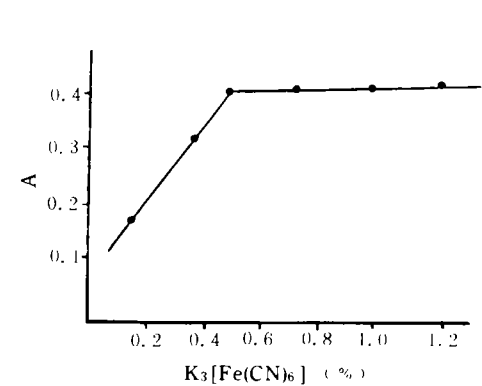


图 1 铁氰化钾浓度的影响

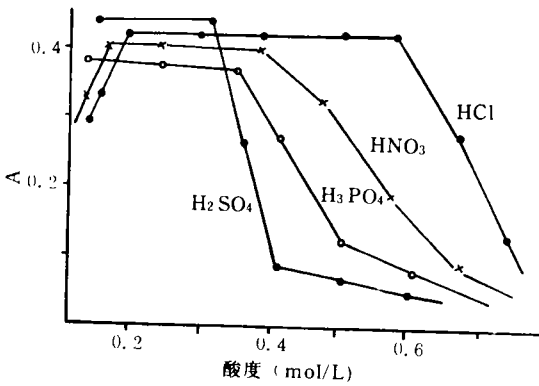


图 2 各种无机酸的影响

### 2.3 共存元素的干扰及消除

在选定的工作条件下,大部分的碱金属、碱土金属、稀有元素不干扰铅的测定。但食品中常见的限制允许量的微量元素  $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{As}^{3+}$ 、 $\text{Sn}^{4+}$ 、 $\text{Cd}^{2+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Sb}^{3+}$ 、 $\text{Cr}^{3+}$ 、 $\text{Hg}^{2+}$ 、 $\text{Bi}^{3+}$  及  $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ 、 $\text{Mo}^{6+}$ 、 $\text{Te}^{4+}$ 、 $\text{Se}^{4+}$  等均有不同程度的干扰。其中  $\text{Cu}$ 、 $\text{Fe}$ 、 $\text{Ni}$ 、 $\text{Mo}$  等干扰严重。为了消除  $\text{Cu}$ 、 $\text{Fe}$  等元素的干扰,采用 0.4% 草酸-1% 铁氰化钾作为干扰抑制剂进行试验。结果表明,每  $\text{ml}$   $10\mu\text{g}\text{Cu}^{2+}$ 、 $100\mu\text{g}\text{Fe}^{3+}$ 、 $50\mu\text{g}\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Mo}^{6+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ 、 $\text{Se}^{4+}$ 、 $10\mu\text{g}\text{As}^{3+}$ 、 $\text{Sb}^{3+}$ 、 $\text{Bi}^{3+}$ 、 $\text{Se}^{4+}$  等均不干扰  $0.010\mu\text{g}/\text{ml}$  铅的测定(见表 2)。

表 2 部分共存元素的影响及消除  
( $\text{Pb}0.01\mu\text{g}/\text{ml}$ )

| 共存元素 | 共存量<br>( $\mu\text{g}/\text{ml}$ ) | 回收率 (%) |       |
|------|------------------------------------|---------|-------|
|      |                                    | 无抑制剂    | 有抑制剂  |
| Fe   | 10                                 | 82.5    |       |
|      | 100                                | 2.5     | 101.5 |
| Cu   | 0.2                                | 67.2    |       |
|      | 10                                 |         | 98.5  |
| Ni   | 10                                 | 65.5    |       |
|      | 50                                 |         | 102.0 |
| Mo   | 10                                 | 50.0    |       |
|      | 50                                 |         | 101.0 |

### 3 样品分析

#### 3.1 标准曲线的绘制

用铅标准溶液( $10\mu\text{g}/\text{ml}$ )于一系列 50ml 容量瓶中配制浓度为 0.00、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50 $\mu\text{g}/\text{ml}$  的铅标准系列,内含 0.5mol/L  $\text{HCl}$  及 0.4% 草酸、1% 铁氰化钾。在选定的条件下进行测定并绘制工作曲线。

#### 3.2 样品处理

**3.2.1 干灰化法** 准确称取适量样品(视含铅量决定)于坩埚内,加 10ml 10% 硝酸镁乙醇溶液,置于水浴上蒸干,然后在 250~300℃ 电热板上炭化后放入马福炉徐徐升温至 500℃ 灰化。残渣用少量水润湿,加 4ml 6mol/L 盐酸溶解,移入 50ml 容量瓶内,加 2ml 10% 草酸及 5ml 10% 铁氰化钾溶液,稀释至刻度。

**3.2.2 湿消化法** 准确称取适量烘烤后干燥的样品于高形烧杯中,加 20ml 浓硝酸及 5ml 浓硫酸,盖表皿置于电热板(130~150℃)上加热,煮沸消化,至到分解液成为无色透明或淡黄色且不变黑色为止,继续加热至近干。冷却后加入 4ml 6mol/L 盐酸溶解,移入 50ml 容量瓶内,加 2ml 10% 草酸及 5ml 10% 铁氰化钾溶液,稀释至刻度。

#### 3.3 样品分析结果、灵敏度、准确度和精密度

制备好的试液,按选定的工作条件及试验方法,与标准溶液同批测定吸光度。随批同时带空白以校正分析结果。

用拟定的方法对多种食品中铅量进行测定,结果列于表 3。本法选定的最佳条件下,于 217.0nm 波长测得铅的灵敏度为  $0.012\mu\text{g}/\text{ml}/1\%$  吸收。线性范围 0.0~0.6 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。11 次测定的平均值与原含量基本一致(相对标准偏差小于 5%),加标回收试验所得回收率为 96.3%~102.6%(见表 4)。

表 3 食品样品分析结果对照

| 样 品  | 原含量<br>( $\mu\text{g}/\text{g}$ ) | 11 次测定<br>平均值 ( $\mu\text{g}/\text{g}$ ) | 相对标准偏差 |
|------|-----------------------------------|------------------------------------------|--------|
| 大米 ① | 0.78                              | 0.74                                     | 5.0    |

续表 3

| 样 品   | 原含量 *<br>( $\mu\text{g/g}$ ) | 11 次测定<br>平均值 ( $\mu\text{g/g}$ ) | 相对标准偏差 |
|-------|------------------------------|-----------------------------------|--------|
| 豆粉 ①  | 0.32                         | 0.30                              | 4.6    |
| 饼干 ①  | 0.15                         | 0.14                              | 4.9    |
| 黄豆 ①  | 0.24                         | 0.21                              | 3.7    |
| 食盐 ①  | 0.26                         | 0.23                              | 4.2    |
| 白酒 ①  | 0.048                        | 0.045                             | 2.8    |
| 奶粉 ②  | 0.067                        | 0.065                             | 1.7    |
| 猪肉 ②  | 0.46                         | 0.43                              | 4.7    |
| 酱油 ②  | 0.100                        | 0.105                             | 4.4    |
| 红烧猪肉② | 0.150                        | 0.152                             | 1.8    |

注:① 干灰化法处理 ② 湿消化法处理  
\* 用双硫脲光度法或石墨炉原子吸收法测定值

表 4 铅的回收率试验结果

| 原铅量 ( $\mu\text{g}$ ) | 加入铅量 ( $\mu\text{g}$ ) | 测得量 ( $\mu\text{g}$ ) | 回收率 (%) |
|-----------------------|------------------------|-----------------------|---------|
| 0.320                 | 0.500                  | 0.810                 | 98.7    |
| 0.067                 | 0.200                  | 0.265                 | 99.0    |
|                       | 0.100                  | 0.095                 | 95.0    |
|                       | 0.300                  | 0.289                 | 96.3    |
|                       | 0.500                  | 0.513                 | 102.6   |

参 考 文 献

1 陶悦,周宏刚. 分析化学. 1985,13(4):283  
2 徐纪宏,张佩瑜. 冶金分析与测试:冶金分册. 1983,(4):230  
3 尹哲俊,杨晓瑛. 食品与发酵工业, 1990,(3):58  
4 张佩瑜,胡志勇. 分析化学. 1987,15(5):404