

文章编号 :1009-038X(2000)01-0080-03

## 石墨炉原子吸收法测定食品中痕量铅<sup>\*</sup> ——用硝酸镍兼作助灰剂和基体改良剂

王利平, 贡小清

(无锡轻工大学测试中心,江苏无锡 214036)

**摘 要:**采用硝酸镍作为石墨炉原子吸收法测定食品中痕量铅时的助灰剂和基体改良剂,并以食品标准物质为样品对该方法进行了考察.实验表明,硝酸镍能很好地增加铅的热稳定性,使样品干法灰化预处理的过程简单、快速,测定的线性范围在 0~100 ng/mL 之间,方法的准确度和精密度均较理想.

**关键词:**石墨炉;原子吸收分析;食品;铅;硝酸镍

**中图分类号:**O614.433 **文献标识码:**A

## Determination of Trace Lead in Foods by GFAAS

WANG Li-ping, GONG Xiao-qing

(Analysis Centre, Wuxi University of Light Industry, Wuxi 214036)

**Abstract:** The determination of trace lead in foods by GFAAS with  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  as ash and matrix modifier was described. To study the reliability of the method, we have also taken the food standard reference material as the samples. The results showed that the  $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$  can improve the heat stability of lead. It makes the pretreatment of samples rapidly and easily. The linear range of lead is 0~100 ng/mL. The accuracy and precision of the method were satisfactory. This method was applied in the determination of trace lead in foods.

**Key words:** graphite furnace; atomic absorption analysis; food; lead; nickelous nitrate

食品中痕量铅的测定主要采用石墨炉原子吸收分光光度法<sup>[1]</sup>.由于铅元素的易挥发性和样品基体的复杂性,应用基体改良技术对其进行测定很有必要<sup>[2]</sup>.其中磷酸铵、硝酸铵以及铂、钨、金等贵金属类的应用均较成功<sup>[3]</sup>.近年来采用硝酸镍作改良剂的文章始见发表<sup>[4]</sup>,而在以往报道中,镍作为

易挥发元素的改良剂多用于砷、硒的测定<sup>[3]</sup>.

作者对硝酸镍既作为助灰剂又作为基体改良剂在测定铅的方法上进行研究.首先硝酸镍作为助灰剂预先加入样品内,经历样品干法消化全过程,此步骤增加了铅的热稳定性,大大简化、缩短了样品处理时间;其次在仪器分析这方面,一次性进样

\* 收稿日期:1999-03-11;修订日期:1999-11-16.

作者简介:王利平(1965年2月生),男,江苏无锡人,工学硕士,工程师.  
万方数据

又提高了测试的精密密度. 为确保分析数据的可靠性, 还采用食品标准物质甘蓝、猪肝进一步考察. 实验表明, 用硝酸镍兼作助灰剂和基体改良剂测定食品中的痕量铅, 方法的线性范围、检测限、准确度和精密密度等均较满意.

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器与试剂

PE/3030 原子吸收分光光度计, HGA 600 石墨炉, PE-铅无极放电灯, 热解涂层石墨.

铅标准溶液: 吸收  $1\ 000\ \mu\text{g/mL}$  铅储备液, 用  $0.5\%$   $\text{HNO}_3$  稀释成质量浓度为  $10.0\ \mu\text{g/mL}$  的铅标准溶液, 备用.

$3\%$  硝酸镍溶液: 用光谱纯镍粉和  $4\%$  硝酸配制成  $3\%$  硝酸镍溶液.

标准甘蓝样品(GBW08504), 标准猪肝样品(GBW08551): 国家一级标准物质, 商业部食品检测科研所提供.

### 1.2 实验方法

**1.2.1 样品制备** 称取  $0.5\sim 1\ \text{g}$  样品(称准到  $0.1\ \text{mg}$ )于坩锅中, 加  $1.0\ \text{mL}$   $3\%$  硝酸镍溶液充分浸润样品, 若溶液不够, 可另加  $1:1$  硝酸  $1\ \text{mL}$ , 电炉上小火蒸干后, 即可加大火力, 炭化彻底后移入马弗炉  $600\ ^\circ\text{C}$  灰化  $2\sim 4\ \text{h}$  (残渣因含镍呈青灰色). 取出冷却后加  $1:1$  硝酸  $1\sim 2\ \text{mL}$ , 稍加热, 残渣溶解并转为绿色, 用超纯水逐次洗入  $10\ \text{mL}$  的容量瓶, 混匀备用. 同时作试剂空白对照.

**1.2.2 标准系列制备** 吸取  $10.0\ \mu\text{g/mL}$  铅标准溶液, 用  $0.5\%$  硝酸稀释成含铅  $0.40, 80, 100\ \text{ng/mL}$  的标准溶液各  $10\ \text{mL}$ , 其中均含  $3\%$  硝酸镍  $1.0\ \text{mL}$ .

**1.2.3 测定条件** 测定波长  $283.3\ \text{nm}$ , 狭缝  $0.7\ \text{nm}$ , 铅无极放电灯  $10\ \text{W}$ , 峰面积积分, 氙灯扣背景. 温度程序: 干燥  $120\ ^\circ\text{C}$  ( $10\ \text{s}, 60\ \text{s}$ ); 灰化  $900\ ^\circ\text{C}$  ( $20\ \text{s}, 30\ \text{s}$ ); 原子化  $2\ 100\ ^\circ\text{C}$  ( $0\ \text{s}, 3\ \text{s}$ ); 清洗  $2\ 600\ ^\circ\text{C}$  ( $1\ \text{s}, 1\ \text{s}$ ).

**1.2.4 测定** 按照上述条件分别测定标准系列、试剂空白和样品溶液, 进样体积均为  $20\ \mu\text{L}$ . 根据样品的峰面积于回归方程上求得样品溶液中铅的浓度.

## 2 结果与讨论

### 2.1 采用硝酸镍的优点

文献指出, 测定铅时,  $500\ ^\circ\text{C}$  灰化  $12\ \text{h}$ , 不加助灰剂干法处理样品, 铅的回收率仅为  $69\%$ <sup>[5]</sup>. 实际

工作中, 作者发现, 即使在该条件下, 有些样品仍难以灰化完全, 若提高灰化温度到本文采用的  $600\ ^\circ\text{C}$   $2\sim 4\ \text{h}$ , 以标准甘蓝样品为例, 其回收率不足  $50\%$ . 而采用硝酸镍为助灰剂处理样品, 不但步骤简单, 样品易于蒸干炭化, 而且高温  $600\ ^\circ\text{C}$  灰化可避免铅的损失, 回收率达  $93\%$  以上. 测定时, 硝酸镍又兼作了改良剂, 标准和样品都只要直接进样  $20\ \mu\text{L}$ , 这样的体积较适合石墨炉的分析, 既提高了测定精密密度又缩短了分析周期. 由于采用纯镍配制, 不会带进铅的污染, 试剂空白几乎为零, 加上标准曲线的线性可达  $100\ \text{ng/mL}$ , 十分有利于不同铅含量样品的测定, 减少了由于稀释带来的测定误差.

### 2.2 石墨炉条件的选择

采用铅质量浓度为  $40\ \text{ng/mL}$  的标准溶液进行灰化、原子化温度的选择. 当灰化温度在  $850\sim 950\ ^\circ\text{C}$  之间时均未见铅元素的挥发损失, 原子化温度在  $2\ 000\sim 2\ 200\ ^\circ\text{C}$  时, 铅峰轮廓光滑平整. 故选择灰化温度  $900\ ^\circ\text{C}$ , 原子化温度  $2\ 100\ ^\circ\text{C}$  作为石墨炉分析主要条件.

在实际测定中,  $900\ ^\circ\text{C}$  的灰化温度对降低不同样品的背景吸收有较大的差异. 如标准猪肝样品, 在此温度下灰化, 背景吸收较小, 而标准甘蓝样品的背景吸收则较大; 其他样品如茶多酚、虫草王粉, 背景吸收均较小, 而螺旋藻粉的背景吸收却较大. 对背景吸收较大的样品, 我们采取提高灰化温度至  $950\ ^\circ\text{C}$  并延长时间可得到改善. 此间我们也曾以钼、磷酸二氢铵为基体改良剂作过比较, 前者的灰化温度可达  $1\ 200\ ^\circ\text{C}$ , 背景吸收略好一些, 但线性范围较差 ( $0\sim 60\ \text{ng/mL}$ ); 后者的灰化温度与硝酸镍相当, 但空白值较高, 且原子化峰形尖锐不规整, 常导致分析信号超出仪器电子测量范围无法定量. 制备好的样品必须稀释数倍后再测定, 同时还必须稀释空白溶液, 带来诸多不便, 并对测试结果有一定影响.

### 2.3 线性范围、特征质量与检测限

**2.3.1 线性范围** 在选定条件下, 测定含硝酸镍的铅标准系列, 铅在  $0\sim 100\ \text{ng/mL}$  范围内, 呈现良好的线性关系. 在使用过程中, 虽然石墨管的灵敏度会逐渐下降, 导致标准曲线的斜率下降, 但是其线性响应仍然良好, 相关系数保持在  $0.994\sim 0.999$  之间. 因此只要注意对每批样品测定时都重作标准曲线, 并在测定过程中经常用标准进行校正, 就能保证分析结果的可靠性.

**2.3.2 特征质量与检测限** 本方法测定铅的特征质量为  $4.04\times 10^{-11}\ \text{g}$ , 检测限为  $4.14\ \text{ng/mL}$ .

2.4 准确度与精密度

采用本方法的实验步骤进行了加标回收率试验,又对标准物质甘蓝和猪肝各分成平行样 4 份(  $n=4$  )进行了考察,结果见表 1 和表 2.

表 1 加标回收率试验

Tab.1 Recovery test of standard addition				
样品来源	加标前 测得值/ ( $\mu\text{g/g}$ )	加标量/ ( $\mu\text{g/g}$ )	加标后 测得值/ ( $\mu\text{g/g}$ )	回收率/%
标准甘蓝	0.281	0.15	0.424	93
标准甘蓝	0.281	0.30	0.567	102
送检螺旋藻	0.415	0.80	1.16	93
送检茶多酚	0.530	0.70	1.26	104

表 2 标准参考物质分析结果

Tab.2 Analytic results of SRM( Standard Reference Material )

标准参考特质 铅标示值/( $\mu\text{g/g}$ )	测得值/ ( $\mu\text{g/g}$ )	平均值/ ( $\mu\text{g/g}$ )	RSD/ %( $n=4$ )
甘蓝 $0.28\pm0.09$	0.28 0.27 0.25 0.29	$0.27\pm0.02$	7.4
猪肝 $0.54\pm0.04$	0.55 0.61, 0.51 0.61	$0.57\pm0.05$	8.6

3 结 语

综上所述,采用硝酸镍作为助灰剂和基体改良剂测定食品中痕量铅的方法,不仅操作步骤简单快速,而且分析结果可靠.硝酸镍不失为测定挥发性铅元素的一种有效的助灰剂和基体改良剂.

参考文献

[ 1 ] 中华人民共和国国家标准 GB/T 5009.12-1996 ,食品中铅的测定方法.  
[ 2 ] B. 威尔茨.原子吸收光谱法[ M ].北京 :地质出版社 ,1998.  
[ 3 ] 孙汉文.原子吸收光谱法分析技术[ M ].北京 :中国科学技术出版社 ,1992.  
[ 4 ] 刘玉群 ,赵建幸.分析化学[ J ],1988 ,16( 1 ) :94~95  
[ 5 ] 游联勤 ,潘定华.卫生分析化学[ M ].长沙 :湖南科学出版社 ,1986.

( 责任编辑 :朱明 )