

# 食盐中痕量铅含量测定的研究

乌尼尔\*, 其其格, 高 娃, 满都呼, 常建军, 宋晓东

(内蒙古蒙牛乳业集团股份有限公司, 呼和浩特 011517)

**摘 要:** **目的** 采用标准加入法-抗坏血酸基体改进剂消除食盐的基体干扰, 建立了标准加入法-抗坏血酸基体改进剂测定食盐中痕量铅的方法。**方法** 采用抗坏血酸为基体改进剂降低铅的原子化温度, 分析元素在大量样品基体挥发前完成原子化, 使原子吸收信号与背景信号相互分离, 结合标准加入法, 测量值在相同干扰情况下获得, 使测定结果更为准确可靠。**结果** 该方法能有效消除大量样品基体的干扰, 方法检出限为 0.1 mg/kg, 精密密度为 1.9%~3.3%, 回收率为 88%~105%。**结论** 采用标准加入法-抗坏血酸基体改进剂, 可准确分析食盐中痕量铅, 该方法简单、快速, 检出限符合分析要求。

**关键词:** 铅; 食盐; 抗坏血酸

## Study on detection of trace content of lead in salt

WU Ni-Er\*, QI Qi-Ge, GAO Wa, MAN Do-Hu, CHANG Jan-Jun, SONG Xiao-Dong

(Inner Mongolia Mengniu Dairy Industrial Co. Ltd., Hohhot 011500, China)

**ABSTRACT: Objective** Standard addition with ascorbic acid matrix modifier method was used to eliminate the salt matrix interference, and the method of standard addition method with ascorbic acid matrix modifier was established to detect the trace lead in salt. **Methods** Ascorbic acid was used as matrix modifiers to reduce the atomization temperature of lead, and the analyzed elements were atomized before the evaporation of a large number of sample-based body, which made the atomic absorption signal separate from the background signal. Combined with the standard addition method, the measured values in the case of the same interference were obtained, so that the measurement results were more accurate and reliable. **Results** This method could effectively eliminate a large number of sample matrix interference, the detection limit was 0.1 mg/kg, the precision was from 1.9% to 3.3%, and the recovery was from 88% to 105%. **Conclusion** The standard addition with ascorbic acid matrix modifier method could accurately analyze the trace content of lead in salt. It was simple and fast, and the detection limit could fit the requirements of analysis.

**KEY WORDS:** lead; salt; ascorbic acid

## 1 引 言

铅是一种具有蓄积性的有害元素, 在食品卫生监督领域列为重要的监督项目。食用盐卫生标准规定铅(Pb)≤2 mg/kg<sup>[1]</sup>。国标 GB/T 5009.12-2010《食品

中铅的测定》<sup>[2]</sup>, 其中第一法石墨炉原子吸收法由于食盐中高达 95% 以上的 NaCl 对铅信号产生严重干扰, 使测定的准确度降低。为此学术界对食盐中铅的测定方法进行了广泛的研究<sup>[4-10]</sup>。目前采用的有机基体改进剂<sup>[4]</sup>和氯化钼基体改进剂<sup>[5,6]</sup>是测定食盐中铅含量

\*通讯作者: 乌尼尔, 高级工程师, 主要研究方向为食品分析检测。E-mail: aonier502@126.com

\*Corresponding author: WU Ni-Er, Senior Engineer, Inner Mongolia Mengniu Dairy Group, Helingeer Shengle Economic Park, Hohhot 011500, China. E-mail: aonier502@126.com

比较常用的方法。本文应用标准加入法-抗坏血酸基体改进剂消除食盐中大量氯化钠的基体干扰,建立了标准加入法-抗坏血酸基体改进剂测定食盐中痕量铅的分析方法,以期寻找简单、快速、准确且检出限符合法规要求的检测方法<sup>[1]</sup>。

## 2 实验方法

### 2.1 仪器与试剂

日立 Z-2000 原子吸收分光光度计石墨炉部分;热解石墨管(阻值 0.03);高性能铅空心阴极灯;硝酸(优级纯,北京化工厂);抗坏血酸溶液(50 g/L,优级纯,天津市福晨化学试剂厂);铅标准储备溶液(1000 μg/mL,中国计量科学研究院);铅标准使用液(1 μg/L);载气(99.999%,高纯氩气)。

实验中所有器皿均经硝酸溶液(1:1, v/v)浸泡过夜,再用蒸馏水、超纯水冲净后晾干备用。实验中所用水为超纯水(电阻值大于 18.2 MΩ)。

### 2.2 仪器工作条件

波长 193.7 nm,狭缝 1.3 nm,灯电流 6 mA,干燥温度 80~140 °C(40 s),灰化温度 350 °C(20 s),原子化温度 1000 °C(5 s),净化温度 2000 °C(4 s),冷却时间 10 s,进样体积 20 μL,基体改进剂量 10 μL。

### 2.3 样品处理

试样消解:准确称量 1 g 食盐样品于烧杯中,加入 1%硝酸慢慢溶解,于 50 mL 容量瓶内定容至刻度,用石墨炉原子吸收光谱仪测定。同时作试剂空白。加标回收实验前处理与实际样品相同。

### 2.4 标准溶液的配制

分别准确吸取 5.0、4.0、3.0、2.0、1.0、0 mL 铅标准使用液(1 μg/L)于 100 mL 容量瓶中,用 0.5

mol/L 的硝酸溶液定容,混匀,备用。

## 2.5 测定

取上述溶液,进样 20 μL,在表 1 所列的加热程序的参数下,进样测定,由标准曲线得出样液中铅的浓度。标样按同样方法测定。

## 3 结果与分析

### 3.1 石墨炉升温程序的优化

#### 3.1.1 干燥

为了防止试样的溅射,在干燥阶段,选用斜坡分段升温方式,即分两个阶段:第一阶段起始温度为 80 °C,终止温度为 105 °C,保持 5 s;第二阶段起始温度为 105 °C,终止温度为 140 °C,保持 30 s。

#### 3.1.2 灰化

选用抗坏血酸作为基体改进剂,在其他条件不变的情况下,改变灰化温度 200、250、300、350、400、500、600、800 °C 进行实验,向原子吸收石墨炉分光光度计加入 10 μg/L 的标准铅溶液测定吸光度值,结果如图 1 所示。由图 1 可以看出,灰化温度在 350 °C 时吸光度值最大,重现性好。在 350 °C 下选择不同的灰化时间进行检测,当灰化时间达到 10 s 以上时吸光度值保持稳定,根据实际情况灰化时间选择为 20 s。

#### 3.1.3 原子化

适当的原子化温度使待测元素原子化完全,但又不能太高以免加速石墨管的老化而导致吸光度下降<sup>[7]</sup>。选用抗坏血酸为基体改进剂,其他条件不变的情况下,用 10 μg/L 的标准铅溶液测定 900~2100 °C 不同原子化温度下的吸光值,1000 °C 时吸光值最大,重现性和回收率较好,本法选择灰化温度为 1000 °C。

表1 石墨炉升温程序  
Table 1 Graphite furnace temperature program

阶段	起始温度(°C)	终止温度(°C)	斜坡时间(s)	保持时间(s)	载气流量(mL/min)
干燥	80	105	20	5	200
干燥	105	140	20	30	200
灰化	350	350	20	0	200
灰化	350	350	20	0	200
原子化	1000	1000	0	5	10
清除	2000	2000	0	4	200
冷却	0	0	0	10	200

### 3.1.4 净化

样品经过硝化处理, 上机检测后进行升华, 因此试样在原子化之后不会在石墨管中产生强的记忆效应。为了延长石墨管的寿命<sup>[8]</sup>, 本法选择净化温度为 2000 °C, 净化时间为 4 s。

### 3.2 基体改进的选择

AAS 测定 Pb 采用的基体改进剂有磷酸二氢铵<sup>[3]</sup>、氯化钼<sup>[5,6]</sup>、酒石酸<sup>[4]</sup>、抗坏血酸<sup>[11,13]</sup>、钨+钼+酒石酸<sup>[12]</sup>。基体改进剂引入石墨炉或提高原子化温度, 使基体成分形成易挥发化合物, 在灰化时除去大部分基体, 避免分析元素共挥发损失<sup>[3,5,6]</sup>; 或降低原子化温度<sup>[4,11,13]</sup>, 分析元素在大量样品基体挥发之前完成原子化, 使原子吸收信号与背景信号相互分离, 达到减少和消除基体化学干扰和背景吸收影响的目的。本文选用抗坏血酸为基体改进剂, Pb 的原子化温度从 2100 °C 降到 1000 °C, 原子吸收曲线与背景吸收曲线分离很好, 降低测定原子化温度可以延长石墨管使用寿命。

### 3.3 线性范围

铅在 0~60 μg/L 范围内呈线性, 回归方程  $Y=0.0054X+0.0016$ , 相关系数为 0.9995, 标准曲线如图 1 所示。

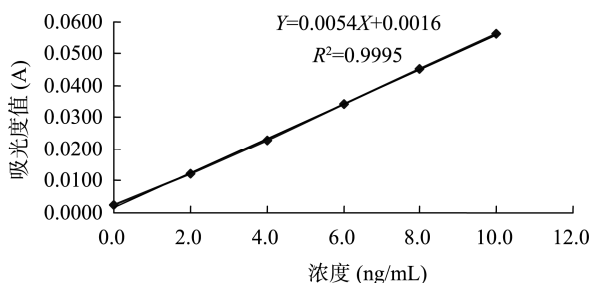


图 1 标准曲线

Fig. 1 Standard curve of Pb

### 3.4 方法检出限

用空白标准进行 20 次铅吸光值的连续测定, 其标准偏差为 0.0004 ng/L, 根据 3 倍标准偏差与对应的砷工作曲线斜率求出该方法铅的检出限为 0.22 μg/L。

### 3.5 精密度实验

分别配制低、中、高 3 个质量浓度铅标准溶液, 每个质量浓度测定 6 次, 计算相对标准偏差, 结果如表 2 所示。

表 2 精密度实验  
Table 2 Precision test

质量浓度 (ng/L)	吸光度 A						RSD /%
	1	2	3	4	5	6	
10.0	0.0121	0.0124	0.0122	0.0125	0.0126	0.0127	1.87
30.0	0.0342	0.0349	0.0345	0.0347	0.0341	0.0340	1.04
50.0	0.0562	0.0564	0.0557	0.0563	0.0536	0.0594	3.30

### 3.6 回收率实验

应用本方法对 4 个样品进行高、中、低不同水平加标回收检测, 结果如表 3 所示。

表 3 回收率实验  
Table 3 Recoveries experiment

样品名称	标准液加入量 (mg/kg)	实测值 (mg/kg)	本底值 (mg/kg)	回收率 (%)
样品1	0.2	0.210	0	105
样品2	0.1	0.096	0	96
样品3	0.1	0.094	0	94
样品4	0.05	0.044	0	88

## 4 结论与讨论

(1) 采用硝酸直接溶解法处理样品, 比国标方法更简单快速, 损失少, 且不容易被污染。

(2) 关于基体改进剂, 国标中使用磷酸二氢铵为基体改进剂, 本文使用了抗坏血酸为基体改进剂, 比国标方法更准确、灵敏、快速。

(3) 本文通过实验分析和测试条件优化, 建立了石墨炉原子吸收光谱法分析食盐中痕量铅的方法, 具有灵敏可靠、简单快捷的优点。

### 参考文献

- [1] GB 2721-2003. 食盐卫生标准[S].  
GB 2721-2003. Salt hygiene standards [S].
- [2] GB 5009-2010. 食品中铅的测定[S].  
GB 5009-2010. Determination of lead in food [S].
- [3] 蔡志斌. 石墨炉原子吸收光谱法测定食品中的砷[J]. 中华实用医学, 2003, 5(24): 124-125.  
Cai ZB. Graphite furnace atomic absorption spectrometry determination of arsenic in food [J]. J Prac Med, 2003, 5 (24): 124-125.
- [4] 彭荣飞, 黄聪, 黎淑端, 等. 有机基体改进剂用于 GFAAS 测定食盐中铅的研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2005, 15(4): 402.

- Peng RF, Huang C, Li SD, *et al.* Organic matrix modifier for GFAAS determination of lead in salt [J]. *Chin J Health Lab*, 2005, 15 (4): 402.
- [5] 胡小玲, 张瑰, 刘志峰. 石墨炉原子吸收法直接测定食盐中铅的方法研究[J]. *中国卫生检验杂志*, 2004, 14(4): 428.  
Hu XL, Zhang G, Liu ZF. Graphite furnace atomic absorption spectrometry determination of lead in salt method [J]. *Chin J Health Lab*, 2004, 14 (4): 428.
- [6] 邵爱梅, 姜友富. 塞曼原子吸收光谱法测定含盐调味品中微量铅[J]. *理化检验—化学分册*, 2004, 40(11): 650.  
Shao AM, Jiang YF. Zeeman atomic absorption spectrometry determination of trace lead salty condiment [J]. *Phys Chem Test Chem Vol*, 2004, 40 (11): 650.
- [7] 黄灵, 韩东海, 孙宏宾. 自吸收石墨炉原子吸收法测定食盐中铅[J]. *中国公共卫生*, 2001, 17(10): 902.  
Huang L, Han DH, Sun HB. Self-absorption graphite furnace atomic absorption method for the determination of lead in salt [J]. *Pub Health Chi*, 2001, 17 (10): 902.
- [8] 区红, 何华馄. 氢化物发生/原子吸收分光光度法测定食盐中铅[J]. *分析实验室*, 2002, 21(4): 96.  
Qu H, He HH. Hydride generation / atomic absorption spectrophotometric determination of lead in salt [J]. *Anal lab*, 2002, 21 (4): 96.
- [9] 高舸, 陶锐, 李潇舟. ICP-OES 法测定食盐中钡镁铅锌[J]. *理化检验—化学分册*, 2003, 39(10): 593.  
Gao G, Tao R, Li XZ. ICP-OES method for the determination of barium, magnesium, lead and zinc in the salt [J]. *Phys Test Chem Anal*, 2003, 39 (10): 593.
- [10] 李爱阳, 贺惠, 李立波, 等. ICP-MS 法测定食盐中痕量铅镉砷铬的研究[J]. *中国矿盐*, 2003, 34(6): 43.  
Li AY, He H, Li LB, *et al.* ICP-MS method for the determination of arsenic, chromium, lead and cadmium in the salt [J]. *Chin Mineral Salt*, 2003, 34 (6): 43.
- [11] Acar O, Kılıç Z, Rehber Türker A. Determination of lead in cookies by electrothermal atomic absorption spectrometry with various chemical modifiers [J]. *Food Chem*, 2000, 71: 117–122 .

(责任编辑: 佟丽)

### 作者简介



乌尼尔, 高级工程师, 主要研究方向为食品分析检测。  
E-mail: aonier502@126.com