

原子吸收分光光度法测定铅的两种前处理方法比较研究

李跃彬*

(汤臣倍健股份有限公司, 珠海 519040)

摘要: **目的** 探讨干法灰化和湿法消解2种方式对测铅处理的影响。**方法** 用2个不同浓度的铅标准溶液作为样品, 采用干法灰化与湿法消解对其进行前处理, 并用原子吸收分光光度计进行检测, 通过计算回收率和采用统计技术中经典Z值来确定2种方式的优劣。**结果** 干法灰化平均回收率87.52%, 回收率在85.45%~88.75%之间; 湿法消解平均回收率99.03%, 回收率在96.12%~102.35%之间。通过对2种方法的回收率进行经典Z值计算, 干法灰化的Z值是10.14, 不可接受; 湿法消解的Z值是0.44, 结果良好。**结论** 证明湿法消解比干法灰化的效果更好。

关键词: 干法灰化; 湿式消解; 回收率; 原子吸收分光光度法

Comparative study of 2 kinds of different pretreatments in determination of lead by atomic absorption spectrophotometry

LI Yue-Bin*

(By-Health Co., Ltd., Zhuhai 519040, China)

ABSTRACT: Objective To discuss the influence of the 2 kinds of ways of dry ashing and wet digestion to measure lead processing. **Methods** Dry ashing and wet digestion were used as pretreatment with 2 kinds of different concentrations of lead standard solution as the sample, and tested by atomic absorption spectrophotometry; the calculation of recovery and statistical techniques in classic Z value were used to determine the merits of the 2 kinds of ways. **Results** Dry ashing average recovery was 87.52%, the recovery was between 85.45%~88.75%; Wet digestion average recovery was 99.03%, the recovery was between 96.12%~102.35%. Through the Z value calculation of recovery rate of the 2 kinds of methods, Z value was 10.14 by dry ashing, and it was not acceptable; Z value was 0.44 by wet digestion, and the result was good. **Conclusion** It was proved that the result of wet digestion was better than that of dry ashing.

KEY WORDS: dry ashing; wet digestion; recovery; atomic absorption spectrophotometry

1 引言

铅是一种危害人体健康的重金属污染物, 主要抑制细胞内含巯基的酶而使人体的生化和生理功能

发生障碍, 引起小动脉痉挛, 损伤毛细血管内皮细胞, 影响能量代谢, 导致卟啉代谢紊乱, 阻碍高铁血红蛋白的合成, 改变红细胞及其膜的正常性能, 抑制肌肉内磷酸肌酸的再合成等, 从而出现一系列病理变化,

*通讯作者: 李跃彬, 高级食品检验员, 主要研究方向为保健食品质量检测。E-mail: 1028747253@qq.com

*Corresponding author: LI Yue-Bin, By-Health Co., Ltd., Zhuhai 519040, China. E-mail: 1028747253@qq.com

其中以神经系统、肾脏、造血系统和血管等方面的改变更为显著。人们多通过食物摄取、自来水饮用等方式把铅带入人体, 进入人体的铅 90% 储存在骨骼, 10% 随血液循环流动而分布到全身各组织和器官, 影响血红细胞和脑、肾、神经系统功能^[1], 特别是婴幼儿吸收铅后, 将有超过 30% 保留在体内^[2], 影响婴幼儿的生长和智力发育, 并损伤其认知功能、神经行为和学习记忆等脑功能, 严重者造成痴呆^[3]。

在日常检测工作的过程中, 发现对于同一样品, 选用干法灰化^[4-6]和湿法消解^[7-10]两种不同的样品前处理方法, 采用石墨炉原子吸收光谱法^[11-13]对样品铅含量进行检测, 石墨炉原子吸收分光光度法是原子对特征光吸收的一种相对测量方法, 是以一束特定的入射光强 I_0 , 投射至待测元素的基态原子蒸汽, 则此原子蒸汽对入射光强产生吸收, 未吸收部分透射过去。待测元素浓度 C 越大, 吸收量越多, 其透射光强 I 越弱。既 C 、 I_0 和 I 三者之间存在一定的关系。根据这种关系, 将已知元素的浓度对光的吸收与试样对光的吸收进行比较, 即可求出待测元素的含量。为保证检测数据准确, 采取已知浓度的铅标准物质, 然后选用干法灰化与湿式消解法分别进行样品前处理, 最后用石墨炉原子吸收分光光度法检测铅的含量, 计算回收率, 采用 Z 值对 2 种方法回收率进行判断, 证实了 2 种前处理方法中以湿法消解的检测效果为好。

2 材料与方法

2.1 试剂

硝酸(分析纯, 广州化学试剂厂); 高氯酸(分析纯, 天津政诚化学制品有限公司); 30%过氧化氢(分析纯, 广州化学试剂厂); 铅元素标准溶液(国家有色金属及电子材料分析测试中心, 批号: 11428, 浓度: 1000 $\mu\text{g/mL}$)。

2.2 仪器

AA-240 型原子吸收分光光度仪(美国瓦里安(中国)有限公司); 电热板(湖南金蓉园仪器有限公司); 马弗炉和电炉(北京永光明医疗仪器厂)。

2.3 实验步骤

干法灰化法: 吸取铅标准使用液(50 ng/mL)于瓷坩埚中, 先小火在可调电热板上炭化至无烟, 移入马

弗炉 500 $^{\circ}\text{C}$ 灰化 6 h, 冷却, 用 0.5 mol/L 硝酸溶液将灰分溶解, 用滴管将样品消化液移入 10 mL 容量瓶中, 用水少量多次洗涤坩埚, 洗液合并于容量瓶中, 并定容至刻度混匀备用, 按同一操作方法做试剂空白试验。

湿法消解: 吸取铅标准使用液(50 ng/mL)于锥形瓶中, 加 10 mL 混合酸(硝酸+高氯酸=9+1), 摇匀后加盖小漏斗放置过夜, 次日置于电热板上加热消解, 直至冒白烟, 消化液呈无色透明或略带黄色, 移去小漏斗, 少量多次(每次 2 mL 左右)加入超纯水加热赶酸, 直至高氯酸的白烟散尽, 消解液近干, 放冷, 将消化液转入 10 mL 容量瓶, 用 0.5 mol/L 硝酸洗锥形瓶数次, 洗液合并于容量瓶定容至刻度, 混匀, 过滤备用。取与试样消化相同量的混合酸, 按同一操作方法做试剂空白试验。

2.4 铅标准系列溶液制备

精密量取铅标准溶液 5.0 mL , 置 250 mL 容量瓶, 用 0.5 mol/L 硝酸稀释至刻度, 摇匀, 即得 A 溶液(20 $\mu\text{g/mL}$); 精密量取 A 溶液(20 $\mu\text{g/mL}$)5.0 mL , 置 100 mL 容量瓶, 用 0.5 mol/L 硝酸稀释至刻度, 摇匀, 即得 B 溶液(1000 ng/mL); 精密量取 B 溶液(1000 ng/mL)5.0 mL , 置 100 mL 容量瓶, 用 0.5 mol/L 硝酸稀释至刻度, 摇匀, 即得铅标准使用液(50 ng/mL)。按原子吸收分光光度计操作方法, 仪器将标准使用液自动稀释成每 mL 含 5、10、20、40、50 ng 的标准系列溶液。

2.5 回收率实验

取铅标准溶液配制 2 组浓度, 每组 4 份, 一份浓度 20 ng/mL , 另一份浓度 40 ng/mL , 然后按 2.3 实验步骤进行处理, 计算 2 种方法的回收率。

3 结果与讨论

3.1 标准工作曲线确证结果

线性实验结果如表 1 所示, 相关系数 r^2 为 1.0000, 浓度在 5.150 ng/mL ~49.530 ng/mL 的范围内具有良好的线性。

3.2 回收率实验

3.2.1 湿法消解的回收率实验结果

从表 2 中可以看出湿法消解平均回收率 99.03%, 回收率在 96.12%~102.35%之间。

表 1 线性实验结果
Table 1 Linear experiment

序号	浓度 C(ng/mL)	吸光度(A)
STD1	5.15	0.0247
STD2	10.83	0.0421
STD3	20.32	0.0711
STD4	40.21	0.1319
STD5	49.53	0.1604
线性方程	$A=0.0031C + 0.0090$	
相关系数(r^2)	1.0000	

3.2.2 干法灰化的回收率实验结果

从表 3 中可以看出干法灰化平均回收率 87.52%, 回收率在 85.45%~88.75% 之间。

3.3 干法灰化与湿法消解的比较

从表 2 和表 3 可以看出, 两种方法的回收率都大于 80%, 按照 GB/T 27404 标准都是达标的, 但本文只要是从这两种方法里寻找一种更优的方法, 所以针对回收率采用统计技术中经典的 Z 值进行判断, 从表 4 可以看出干法灰化的 Z 值是 10.14, 不可接受; 湿法消解的 Z 值是 0.44, 结果良好。从而证明湿法消解比干法灰化的效果更好。

表 2 湿法消解回收率
Table 2 The recovery rate of wet digestion

序号	所测浓度(ng/mL)	空白浓度(ng/mL)	实际浓度(ng/mL)	回收率(%)	平均回收率(%)	相对平均偏差(%)
1	21.85	1.45	20.40	102.00	99.03	2.22
2	21.25		19.80	99.00		
3	21.92		20.47	102.35		
4	21.22		19.77	98.85		
5	39.90		38.45	96.12		
6	40.60		39.15	97.87		
7	40.19		38.74	96.85		
8	41.14		39.69	99.22		

表 3 干法灰化回收率
Table 3 The recovery rate of dry ashing

序号	浓度(ng/mL)	空白浓度(ng/mL)	实际浓度(ng/mL)	回收率(%)	平均回收率(%)	相对平均偏差(%)
1	16.25	-1.04	17.29	86.45	87.52	1.41
2	16.05		17.09	85.45		
3	16.76		17.80	89.00		
4	16.61		17.65	88.25		
5	34.46		35.50	88.75		
6	33.86		34.90	87.25		
7	33.69		34.73	86.82		
8	34.23		35.27	88.17		

表 4 Z 值统计表
Table 4 Z value statistics

样品	回收率(%)	
	湿法消解	干法灰化
1	102.00	86.45
2	99.00	85.45
3	102.35	89.00
4	98.85	88.25
5	96.12	88.75
6	97.87	87.25
7	96.85	86.82
8	99.22	88.17
标准值	100.00	
平均值	99.03	87.52
标准差	2.22	1.23
单一 Z 值	0.44	10.14
$Z \leq 1$, 好		
$Z \leq 2$, 满意		
$2 < Z < 3$, 有问题, 尚可接受		
$Z \geq 3$, 有问题, 不可接受		

4 结 论

本文通过采用 2 种不同方法对铅的处理, 采用原子吸收分光光度法进行检测, 通过对回收率进行经典 Z 值的判断, 证明湿法消解用于样品前处理得到的结果会接近样品本身的真值, 表明湿法消解比干法灰化更具有可操作性, 可以广泛应用。

参考文献

[1] 杨汝荣. 西藏自治区草地生态环境安全与可持续发展问题研究[J]. 草业学报, 2003, 12(6): 24–29.
Yang RR. Tibet grassland ecological environment security and the sustainable development question research [J]. J Grass Ind, 2003, 12(6): 24–29.

[2] 陈凡. 西藏生态环境保护面面观[J]. 中国西藏, 2003, (2): 4–7.
Chen F. Aspects of ecological environment protection in Tibet [J]. China Tibet, 2003, (2): 4–7.

[3] 李宏卫, 曹建劲, 苏志华. 铅检测方法研究进展[J]. 安徽农业

科学, 2008, 36(19): 8255–8256.
Li HW, Cao JJ, Su ZH. Lead detection method research [J]. J Anhui Agric Sci, 2008, 4(19): 8255–8256.

[4] 蒋炜, 唐洪, 刘中春, 等. 干法灰化石墨炉原子吸收光谱法测定全血铅[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(3): 464–465.
Jiang W, Tang H, Liu ZC, et al. Dry ash fossil graphite furnace atomic absorption spectrometry determination of whole blood lead [J]. Chin J Health Inspect, 2008, 19(3): 464–465.

[5] 王栋, 孙欣, 任明兴, 等. 干法灰化-全谱直读 ICP—AES 法测定黄酒中的铅[J]. 中国酿造, 2008, 180(2): 74–75.
Wang D, Sun X, Ren MX, et al. Dry ashing - full spectrum direct reading ICP - AES method of determination of lead in rice wine [J]. China Brewing, 2008, 180(2): 74–75.

[6] 王娟. 干法灰化和微波消解石墨炉原子吸收法对茶叶中铅含量测定的比较[J]. 湖南农业科学, 2014, 5: 55–57.
Wang J. Dry ashing and microwave digestion graphite furnace atomic absorption method for the determination of lead content in tea comparison [J]. J Hunan Agric Sci, 2014, 5: 55–57.

[7] 冷波, 郭桦, 谭诗珂, 等. 湿法消解-火焰原子吸收光谱法测定餐具洗涤剂中铅的含量[J]. 山东化工, 2015, (6): 79–80.
Leng B, Guo H, Tan SK, et al. Wet digestion-flame atomic absorption spectrometry determination of the content of lead in tableware detergent [J]. J Chem Ind Shandong, 2015, (6): 79–80.

[8] 熊开生, 谢朝新, 沈小东, 等. 湿法消解石墨炉原子吸收光谱法测定茶叶中铅[J]. 现代仪器与医疗, 2014, 20(2): 58–60.
Xiong KS, Xie CN, Shen XD, et al. Wet digestion graphite furnace atomic absorption spectrometry determination of lead in tea [J]. Mod Instrum Med Care, 2014, 20(2): 58–60.

[9] 王莉坤, 王晓刚, 孟朝慧. 湿法消解-原子荧光光谱法测定化妆品中的铅[J]. 化学分析计量, 2007, 16(3): 34–36.
Wang LK, Wang XG, Meng CH. Wet digestion - atomic fluorescence spectrometry for determination of lead in cosmetics [J]. Chem Anal Meas, 2007, (3): 34–36.

[10] 初晓娜, 赵飞燕, 穆阿丽, 等. 湿法消解-石墨炉原子吸收光谱法测定牛奶中铅含量[J]. 理化检验: 化学分册, 2012, (10): 1238–1239.
Chu XN, Zhao FY, Mu AL, et al. Wet digestion - graphite furnace atomic absorption spectrometry determination of lead content in milk [J]. J Phy Chem Inspect: Chem Pathol, 2012, (10): 1238–1239.

[11] 郭金英, 李丽, 刘开永, 等. 石墨炉原子吸收光谱直接进样法测定红葡萄酒中铅[J]. 食品科学, 2009, 30(18): 333–336.
Guo JY, Li L, Liu KY, et al. Direct sampling graphite furnace atomic absorption spectrum method to determination of lead in

- red wine [J]. J Food Sci, 2009, 30(18): 333–336.
- [12] 范华均, 李攻科, 黎蔚波. 石墨炉原子吸收光谱法测定中药口服液中的铬铅镉[J]. 分析实验室, 2005, 24(3): 36–39.
- Fan HJ, Li GK, Li WB. Graphite furnace atomic absorption spectrometry determination of chromium, lead and cadmium in Chinese medicine oral liquid [J]. J Anal Lab, 2005, 24(3): 36–39.
- [13] 王志华, 王书俊, 黄毓礼. 石墨炉原子吸收光谱法测定中成药中砷、铅[J]. 光谱学与光谱分析, 2001, 21(6): 854–858.
- Wang ZH, Wang SJ, Huang YL. Graphite furnace atomic absorption spectrometry determination of arsenic in proprietary

Chinese medicine, lead [J]. Spectrosc Spectral Anal, 2001, 21(6): 854–858.

(责任编辑: 白洪健)

作者简介



李跃彬, 高级食品检验员, 主要研究方向为保健食品的质量检测。
E-mail: 1028747253@qq.com

“食药菌”专题征稿函

我国发现和利用食用菌已有数千年的历史, 其中大型真菌作为药物使用也至少有 2500 年的历史。食用菌营养丰富, 优质蛋白质含量较高, 含有人体所需的 8 种必需氨基酸, 其中赖氨酸和亮氨酸的含量尤为丰富。另外, 食用菌还含有多种活性多糖、微量元素等功能性物质, 具有特殊的保健功能。药用菌也具有良好的药理活性, 具有调节免疫力, 增强记忆力, 延缓衰老, 减少心脑血管疾病发生等功效, 应用十分广泛。随着人们对食药菌营养价值的认可, 对食药菌产品的消费需求也不断增加, 因此食药菌食品具有很高的开发价值。

我国食药菌年产量占世界总产量的 75% 以上, 其总产值在我国种植业中排名第六位, 主要栽培种类有 70~80 种, 形成商品的有 50 种, 具有一定生产规模的有 20 种以上。总产量年均复合增长率约为 12.40%, 总产值年复合增长率约为 17.01%。鉴于此, 本刊特别策划了“食药菌”专题, 由中国工程院院士、中国吉林农业大学食药菌专家李玉教授担任专题主编, 李教授为原中国菌物学会理事长, 中国食用菌协会副会长, 国际药用菌学会理事长, 食药菌教育部工程研究中心首席科学家, 国家食用菌产业技术体系岗位科学家兼资源收集与繁殖利用功能实验室主任。围绕“食药菌的化学组成、理化性质、保鲜贮藏、食药菌中有害物质检测、食药菌的深加工、食药菌营养特性的研究、食药菌功能特性的研究、食药菌标准与体系等或您认为本领域有意义的问题展开讨论, 计划在 2015 年 11 月出版。

鉴于您在该领域的成就, 本刊编辑部及李玉教授特邀请您为本专题撰写稿件, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。综述、实验报告、研究论文均可, 请在 2015 年 10 月 30 日前通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并优先发表。

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com

E-mail: jfoodsqq@126.com

《食品安全质量检测学报》编辑部