

石墨炉原子吸收法测定草莓中铅的方法优化

陈利平^{1,2}, 张志勇^{2*}, 张宏雨¹, 刘 敏¹, 郝 羽¹, 王福乐¹, 田雨超¹

(1. 北京市昌平区农产品监测检测中心, 北京 102200; 2. 北京农学院, 北京 102200)

摘 要: **目的** 建立石墨炉原子吸收法检测草莓中铅含量的方法, 实现对草莓中铅含量准确检测。**方法** 分别对不加基体改进剂的方法和加入基体改进剂的 3 种方法的检出限和相关性进行初步筛选; 主要对石墨管升温程序进行优化, 并通过加标回收实验来确认最佳方法。**结果** 在最佳方法下检测草莓中铅含量, 在 0~100 ng/mL 浓度范围内线性关系良好, 相关系数为 0.99625, 检出限为 9.5 µg/kg; 平均加标回收率为 89.0%~94.4%, 变异系数为 4.42%~14.61%。**结论** 优化的方法相关性好, 检出限低, 精密度好, 可实现对草莓中铅的准确检测。

关键词: 石墨炉原子吸收法; 铅; 基体改进剂; 氘灯扣背景; 升温程序

Optimization of determination of lead in strawberry by graphite furnace atomic absorption spectrometry

CHEN Li-Ping^{1,2}, ZHANG Zhi-Yong^{2*}, ZHANG Hong-Yu¹, LIU Min¹, HAO Yu¹,
WANG Fu-Le¹, TIAN Yu-Chao¹

(1. Supervision and Inspection Center of Agricultural Products Quality of Changping Beijing, Beijing 102200, China;
2. Beijing University of Agriculture, Beijing 102200, China)

ABSTRACT: Objective To established a method for the determination of lead in strawberry by graphite furnace atomic absorption spectrometry, and achieve accurate detection of lead in strawberry. **Methods** The limits of detection and correlation of the method without matrix modifier and three methods with matrix modifier were screened, the graphite tube heating program was mainly optimized, and the best method was confirmed by standard addition recovery test. **Results** The lead content in strawberry was detected under the best method, and the linear relationship was good in the concentration range of 0-100 ng/mL. The correlation coefficient was 0.99625 and the limit of detection was 9.5 µg/kg. The average standard recoveries were 89.0%-94.4%, and the coefficients of variation were 4.42%-14.61%. **Conclusion** The optimized method has good correlation, low detection limit and high precision, which can be used for accurate detection of lead in strawberries.

KEY WORDS: graphite furnace atomic absorption spectrometry; lead; matrix modifier; deduction of background by deuterium-lamp; temperature program

基金项目: 北京市现代农业技术体系创新团队项目(BAIC09-2017)

Fund: Supported by the Innovation Team of Modern Agricultural Technology System in Beijing (BAIC09-2017)

*通讯作者: 张志勇, 博士, 教授, 主要研究方向为农产品安全, 昆虫资源保护利用。E-mail: zzy@bua.edu.cn

*Corresponding author: ZHANG Zhi-Yong, Ph.D, Professor, Beijing University of Agriculture, Beijing 102200, China. E-mail: zzy@bua.edu.cn

1 引 言

随着国家对食品安全的重视, 人民生活水平的提高, 人们的食品质量安全意识也在日益增强。草莓以其营养丰富、口味独特广受消费者的青睐, 草莓的质量安全也日益受到重视, 特别是 2015 年草莓的“乙草胺”事件对草莓整个行业的影响颇大^[1], 加强对草莓进行质量安全检测显得尤为重要。草莓中除了农药残留检测外重金属含量检测也不容忽视。原子吸收法检测含量具有检出限低、精密度高、准确性好^[2]的特点, 成为了重金属元素痕量检测的常用方法。草莓中对人体危害大的重金属 5 毒元素^[3-6]为汞、砷、铅、镉和铬。汞、砷、镉和铬 4 种重金属含量已经建立批量快速检测的方法^[7], 草莓中铅原子吸收法检测由于检出限高出国家标准 GB 5009.12-2010^[8]检出限而舍弃^[8], 随着国家标准 GB 5009.12-2017^[9]的实施, 提高了原子吸收法铅的检出限, 有望实现草莓中铅的精确检测。

目前草莓样品的前处理较为成熟^[10,11], 本研究尝试利用已建立的草莓的批量快速无机前处理方法^[7], 通过优化原子吸收仪器测量条件, 比如优化扣背景方式, 基体改进剂种类和加热升温程序等^[12-14], 实现对草莓中铅的精确检测, 在现有的草莓批量快速前处理的方法下, 实现对草莓中重金属 5 毒元素的全面检测, 为全面保障草莓质量安全提供有力的科学数据支持和技术支撑。

2 材料与方法

2.1 材料、试剂与仪器

草莓样品为昌平基地随机抽取。

硝酸(电子级, 美国 Duksan Pure Chemicals 公司); 磷酸二氢铵(优级纯, 国药集团化学试剂有限公司); 钡元素标准溶液(GSB04-1743-2004, 1000 μg/mL, 国家有色金属及电子材料分析测试中心); 铅元素标准溶液(GBW(E)080129, 100 μg/mL, 中国计量科学院); 氩气(99.9992%, 北京氩普北分气体工业); 所用玻璃器皿用 20%的硝酸浸泡过夜; 实验室水为纯水仪制得的超纯水。

A3AFG-12 原子吸收分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司); ED54 消解仪(北京莱伯泰科仪器股份有限公司); MS204S(电子天平梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司); 横向平台石墨管(北京普析通用仪器有限责任公司); 明澈-D24UV 超纯水仪(法国 Millipore 公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 试剂的配制

铅标准溶液, 以 2%的硝酸为溶剂, 将储备标准溶液逐步稀释配制成工作液浓度; 钡标准溶液, 以 2%的硝酸为溶剂, 将储备标准溶液逐步稀释配制成 200 μg/mL 硝酸钡; 20 mg/mL 的磷酸二氢铵和 20 mg/mL 的磷酸二氢铵

-200 μg/mL 的硝酸钡作为基体改进剂配制方法参考 GB 5009.12-2010^[8]和 GB 5009.12-2017^[9]中第一法中试剂配制。

2.2.2 样品前处理

草莓样品, 去蒂与叶, 匀浆, 称样 5 g(精确到 0.001)于消解管中预消解 0.5~1 h, 105 °C消解至消化液呈无色透明或略带黄色, 开盖, 赶酸至剩 1~2 mL, 纯水定容至 25 mL, 同时做试剂空白, 超声 20 min, 混匀获得待测液, 此待测液可直接用石墨炉-原子吸收法检测^[7]。

2.2.3 仪器条件

仪器参数条件: 波长 283.3 nm; 狭缝: 0.4 nm, 灯电流: 2.0 mA; 铅的标准溶液为上机浓度为 0~100 ng/mL, 这些为方法(1)~(4)的仪器条件; 不同的条件为方法(1)为不加基体改进剂, 空白扣背景, 其升温程序见表 1, 为仪器厂家推荐的方法; 方法(2)~(4)分别以 200 μg/mL 的硝酸钡, 20 mg/mL 的磷酸二氢铵和 20 mg/mL 的磷酸二氢铵-200 μg/mL 的硝酸钡作为基体改进剂, 氩灯扣背景, 加入基体改进剂的体积均为 5 μL, 其升温程序见表 2。

表 1 方法(1)的升温程序

Table 1 The temperature program of method (1)

阶段	温度/°C	升温时间/S	保持时间/S
干燥 1	90	5	10
干燥 2	120	5	10
灰化	450	5	5
原子化	1700	0	3
净化	1800	1	2

表 2 方法(2)~(4)的升温程序

Table2 The temperature program of method (2)~method (4)

阶段	温度/°C	升温时间/S	保持时间/S
干燥 1	90	5	10
干燥 2	120	5	10
灰化	750	10	10
原子化	2100	0	3
净化	2200	1	2

2.2.4 方法的初筛

比较方法(1)~(4)这 4 种方法下的标准曲线相关系数和检出限。

2.2.5 方法的优化

主要对升温程序的 4 个阶段即干燥、灰化、原子化和净化的温度和时间进行优化。主要依据吸光度的灵敏度来选择。

2.2.6 3 水平加标实验

将最后优化后的升温程序与上机方式通过在草莓样

品中对待测铅重金属元素进行 3 水平加标实验来确认,按样品前处理的方法进行消解,赶酸,定容,超声,上机检测,重复 6 次。去除差异后取均值体现结果。

2.2.7 数据处理方法

金属元素含量以 X 表示,按如下公式计算:

$$X=(C-C_0)\times V/W\times F$$

式中: X 为金属元素含量, $\mu\text{g/kg}$; C_0 为空白浓度, $\mu\text{g/L}$; C 为直读浓度, $\mu\text{g/L}$; V 为定容体积, mL ; F 为稀释倍数; W 为取样量, g 。

检出限(limit of detection, LOD)通过下面公式求得:
 $\text{LOD}=3\times\text{SD}/K$ 。 SD 为连续测量标准空白溶液荧光值 20 次的标准偏差, K 为标准工作曲线的斜率。

3 结果与分析

3.1 方法的初筛

4 种检测方式下标准曲线与检出限的比较,比较这 4 种方式情况下的标准曲线相关系数和检出限如表 3。由表 3 可知,采用 4 种不同的方式检测时,检出限在不使用氙灯扣背景和无基体改进剂的情况下即方法(1)检出限最低为 $3.0\ \mu\text{g/kg}$;使用氙灯扣背景,磷酸二氢铵-硝酸钡作为基体改进剂即方法(4)检出限为 $9.1\ \mu\text{g/kg}$ 。同时只有方法(1)和方法(4)这 2 种方法能达到国家标准 GB 5009.12-2017^[2]的第一法原子吸收法检出限的要求,因此这 2 种方法被初筛出进行进一步的优化。

表 3 标准曲线, 相关系数和检出限
Table 3 Standard curve, detection limit and the correlation coefficient

扣背景方式	基体改进剂	线性方程	相关性/ r	检出限/ $(\mu\text{g/Kg})$	标准曲线线性范围/ (ng/mL)	方法编号
空白	无	$Y=0.0049X+0.006$	0.99828	3.0		(1)
氙灯	磷酸二氢铵	$Y=0.0020X+0.0046$	0.99541	33.5		(2)
氙灯	钡标	$Y=0.0019X-0.0104$	0.99764	46.9	0、20、40、60、80、100	(3)
氙灯	磷酸二氢铵-硝酸钡	$Y=0.0031X+0.0046$	0.99766	9.1		(4)

表 4 优化后的升温程序
Table 4 Optimized temperature program

阶段	温度/ $^{\circ}\text{C}$	升温时间/ s	保持时间/ s
干燥 1	90	5	10
干燥 2	120	5	10
灰化	450	10	10
原子化	1800	0	3
净化	1900	1	2

①升温程序的温度优化

干燥主要是将样品溶液中溶剂赶走^[15,21]。为了使待测元素与基体完全分离,干燥阶段采用两步干燥法^[21],干燥

3.2 方法的优化

3.2.1 方法(1)的优化

采用表 1 条件下上机检测草莓样品时,灰化时有喷溅,原子化时出峰情况不好,因此需要对升温程序进行优化。

由于在干燥阶段时,采用的 2 步法,吸光度变化比较平缓,无需优化^[15,16];灰化阶段时发现喷溅,谱图上产生有尖峰,于是将加热的升温速率和保温时间延长至原来 2 倍,减缓反应剧烈度,减小喷溅可能带来的检测元素损失^[14,16];原子化阶段时出峰不尖,偏宽,提高原子化温度 $100\ ^{\circ}\text{C}$;即为 $1800\ ^{\circ}\text{C}$,同时采用氙灯扣背景方式,进一步防止草莓样品中样品基质带来的干扰^[14,17];净化温度一般比原子化温度高 $100\ ^{\circ}\text{C}$,因此设置为 $1900\ ^{\circ}\text{C}$ ^[18],优化最后的条件见表 4。

3.2.2 方法(4)的优化

$20\ \text{mg/mL}$ 的磷酸二氢铵- $200\ \mu\text{g/mL}$ 的硝酸钡作为基体改进剂^[19],加入基体改进剂后,基质环境更为复杂,需要对升温程序进行相应的优化。参考相关研究^[12]先进行温度的优化,后进行时间的优化。参考相关研究优化某一阶段温度时,其他阶段的温度不变^[20]。按着升温程序的 4 个阶段即干燥、灰化、原子化和净化,依次顺序逐步优化,已优化好的阶段采用已经优化的温度,待优化的阶段的温度主要通过比较不同温度下吸光度灵敏度进行优化,剩下的其他阶段的升温程序与表 2 中一致。

温度的优化见表 5。只有干燥起始温度为 $90\ ^{\circ}\text{C}$,干燥终止温度为 $120\ ^{\circ}\text{C}$ 时吸光度值最高,且设置的温度在优化过程中为最低的,很好地避免了猛烈沸腾、飞溅^[15,16,19]。干燥起始温度为 $90\ ^{\circ}\text{C}$,干燥终止温度为 $120\ ^{\circ}\text{C}$ 为最佳的干燥温度。本着灰化温度尽可能高,又不损失待测元素的原则^[22]进行灰化温度优化,灰化温度优化结果见表 5。灰化温度为 $900\ ^{\circ}\text{C}$,吸光度最高^[10,15]。为最佳灰化温度。原子化温度优化见表 5。原子化温度为 $2300\ ^{\circ}\text{C}$ 和 $2400\ ^{\circ}\text{C}$ 扣背景后吸光度值非常接近,鉴于石墨管的寿命考虑,在较低温度下使用的寿命相对更长些,因此选用原子化温度为 $2300\ ^{\circ}\text{C}$ 。净化主要是去除石墨管中的样品残留^[21],净化温度设置比原子化高 $100\sim 200\ ^{\circ}\text{C}$ 能起到净化作用,因此将净

化温度提高为 2500 ℃。

②升温程序的时间优化

鉴于检测情况分析, 观察发现在最佳温度干燥阶段图谱上几乎没出现喷溅, 因此, 原有设置的干燥升温时间和保持时间不用改变, 在灰化时中间出现明显的峰, 因此决定设置不同的灰化升温速率和保持时间; 原子化后净化时出现了残留峰, 鉴于石墨管寿命考虑, 净化温度已经 2500 ℃, 考虑将净化时间适当延长, 具体时间优化方案设置见表 6。

3.3 水平加标实验

3.3.1 优化的方法(1)

优化的方法(1)进行 3 水平的加标回收实验结果见表 7。在 0~100 ng/mL 线性范围内相关系数为 0.99625, 检出限为 9.5 μg/kg; 3 水平加标实验回收率范围为 63.90%~122.22%, 平均回收率范围为 89.0%~94.4%, 变异系数为 4.42%~14.61%, 相关线性、回收率和变异系数满足了 GB/T 27404-2008 的要求^[23]; 检出限满足了 GB 5009.12-2017^[9]的要求, 且低于国家标准。

表 5 不同升温程序的吸光度
Table 5 Absorbance value of different temperature program

干燥		灰化		原子化		序号
第一步温度/℃	第二步温度/℃	吸光度	温度/℃	吸光度	温度/℃	
90	120	0.078	600	0.072	1900	1
100	120	0.067	700	0.074	2000	2
100	130	0.071	800	0.076	2100	3
100	140	0.073	900	0.078	2200	4
110	140	0.07	1000	0.071	2300	5
120	140	0.069	1100	0.045	2400	6

表 6 升温程序的时间方案
Table 6 Scheme of time of the temperature program

升温阶段	温度/℃	方案 1		方案 2		方案 3	
		升温时间/s	保持时间/s	升温时间/s	保持时间/s	升温时间/s	保持时间/s
干燥起始	90	5	10	5	10	5	10
干燥终止	120	5	10	5	10	5	10
灰化	900	15	10	15	15	15	20
原子化	2300	0	5	0	5	0	5
净化	2500	1	2	1	3	1	4

表 7 加标回收率和精密度实验(n=6)
Table 7 Recoveries of standard addition recovery and the precision (n=6)

加标浓度/(μg/kg)	本底值/(μg/kg)	回收率%	平均回收率/%	变异系数/%	相关系数/r	检出限/(μg/kg)
20	10.56	113.90	94.4	14.61	0.99625	9.5
		63.90				
		88.90				
		80.55				
		122.22				
		97.22				

续表 7

加标浓度/($\mu\text{g/kg}$)	本底值/($\mu\text{g/kg}$)	回收率%	平均回收率/%	变异系数/%	相关系数/ r	检出限/($\mu\text{g/kg}$)
40	10.56	94.45	93.1	13.89	0.99625	9.5
		81.95				
		106.95				
		69.45				
		90.27				
115.27						
89.72						
95.55						
91.39						
83.89						
200	88.05	89.0	4.42			
	85.55					

3.3.2 优化的方法(4)

优化的方法(4)经过 3 水平加标实验, 3 水平加标回收率均达不到 GB/T 27404-2008^[23]的标准要求。优化的方法(4), 分别选择表 6 中的 3 种优化时间方案进行 3 水平实验, 结果表明无论采用哪种方案, 3 水平的加标回收率和精密度总有一水平不在标准要求范围内, 方案 1 和方案 2 低水平加标时回收率超出标准要求, 方案 3 加标回收率超出标准要求; 加标浓度为 40 $\mu\text{g/kg}$ 方案 1 和方案 2 变异系数超出标准要求。综上所述, 按着实验设计优化的方法(4)不能满足检测草莓中铅含量的标准要求, 需要进一步研究。

4 讨论与结论

4.1 基体改进剂的选择

基体改进剂的主要作用是增加待测溶液基体的挥发性或提高待测挥发元素的稳定性^[24,25]。本实验选取的基体改进剂参考 GB 5009.12^[8,9], 浓度和加入方式也是参考此标准。磷酸二氢铵主要原理是在灰化阶段磷酸二氢铵受热分解产生 H_2 与 Cl^- 形成 HCl 挥发, 同时形成还原性的氛围从而减少铅与 Cl^- 形成氯化物损失^[25]; 钯一般是与其他基体改进剂混用, 钯为高熔点金属元素, 可以提高待测挥发元素的灰化温度^[25]。基体改进剂的种类、试剂纯度、浓度、加入量、加入方式不同, 检测样品不同, 基体改进剂的作用效果就不一样, 同时随着基体改进剂的加入不可避免的引入新的杂质, 基质环境更为复杂。需要进一步对基体改进剂的种类、纯度、浓度、加入量、加入方式通过实验进行优化^[18,19], 实验涉及的基体改进剂的种类偏少这可能是优化的方法(4)不能用于草莓中铅检测的原因之一。

4.2 氙灯扣背景的选择

优化的方法(1)若不采用氙灯扣背景, 3 水平加标回收率达不到相关标准要求^[23]; 采用氙灯扣背景能实现对草莓中铅含量的精确检测, 3 水平加标实验回收率和精密度均满足了国家标准要求^[9,23]。方法(1)优化采取升温程序温度和时间同时进行优化。铅灯的特征波长为 283.31 nm, 铅灯的波长正好在氙灯的使用范围内, 一般而言, 对于基体不复杂的样品, 如果方法检测效果好, 可以不用采用氙灯扣背景^[26,27]。在检测草莓中铅含量时, 比较氙灯扣背景和空白样品扣背景的结果发现采用前者比后者效果更好。原子吸收仪仪器扣背景方式设置中没有塞曼扣背景因此没有进行进一步研究。

综上所述, 最佳方法为优化后的方法(1), 特征波长 283.3 nm, 狭缝 0.4 nm, 灯电流 2.0 mA; 无基体改进剂, 氙灯扣背景; 升温程序为两步法干燥法即 90 $^{\circ}\text{C}$ 升温时间 5 s, 保持时间 10 s; 120 $^{\circ}\text{C}$ 升温时间 5 s, 保持时间 10 s; 灰化 450 $^{\circ}\text{C}$ 升温时间 10 s, 保持时间 10 s; 原子化 1800 $^{\circ}\text{C}$ 升温时间 0 s, 保持时间 3 s; 净化 1900 $^{\circ}\text{C}$ 升温时间 1 s, 保持时间 2 s。

在此方法下进行检测草莓中铅含量, 在 0~100 ng/mL 线性范围内相关系数为 0.99625, 检出限为 9.5 $\mu\text{g/kg}$; 3 水平加标平均回收率范围为 89.0%~94.4%, 变异系数范围为 4.42%~14.61%, 标准曲线相关线性、3 水平加标实验回收率和变异系数均满足了 GB/T 27404-2008^[23]的要求; 且检出限满足了 GB5 009.12-2017^[9]的要求。这说明该方法检测草莓中铅含量相关性好, 检出限低, 回收率好, 精密度好, 操作简便, 无需添加基体改进剂; 可以能实现对草莓中铅含量的精确检测。

参考文献

- [1] 刘敏, 张宏雨, 薛丽, 等. 北京市昌平区农产品质量安全检测存在的问题及对策[J]. 现代农业科技, 2017, (4): 261–262.
Liu M, Zhang HY, Xue L, *et al.* Problems and suggestions on inspection of agricultural products quality and safety in Changping district of Beijing city [J]. Mod Agric Sci Technol, 2017, (4): 261–262.
- [2] 刘凤娇. 原子吸收光谱法在农产品重金属检测中的应用[J]. 现代农业科技, 2014, 17: 318–319, 322.
Liu FJ. Application of AAS in detection of heavy metals in agricultural products [J]. Mod Agric Sci Technol, 2014, 17: 318–319, 322.
- [3] 黄秋婵, 韦友欢, 吴颖珍. 砷污染对人体健康的危害效应研究[J]. 微量元素与健康研究, 2009, 26(4): 65–67.
Huang QC, Wei YH, Wu YZ. Study on the health of the human body of arsenic pollution [J]. Stud Trace Elem Health, 2009, 26(4): 65–67.
- [4] 贾广宁. 重金属污染的危害与防治[J]. 有色矿冶, 2004, 20(1): 39–41.
Jia GN. Harm and prevention on heavy metals pollution [J]. Non-ferrous Min Metall, 2004, 20(1): 39–41.
- [5] 常学秀, 文传浩, 王焕校, 等. 重金属污染与人体健康[J]. 云南环境科学, 2000, 19(1): 59–61.
Chang XX, Wen CH, Wang HX, *et al.* Heavy metals pollution and the health of the human body [J]. Yunnan Environ Sci, 2000, 19(1): 59–61.
- [6] 韦友欢, 黄秋婵. 铅对人体健康的危害效应及其防治途径[J]. 微量元素与健康研究, 2008, 25(4): 62–64.
Wei YH, Huang QC. Harm and prevention on the health of the human body of lead [J]. Stud Trace Elem Health, 2008, 25(4): 62–64.
- [7] 陈利平, 张宏雨, 王福乐, 等. 草莓中 4 种重金属元素的快速定量测定方法研究[J]. 农产品质量与安全, 2017, 3: 55–58.
Chen LP, Zhang HY, Wang FL, *et al.* Study on the quantitative and rapid detection method for four kinds of heavy metal element in strawberry [J]. Qual Saf Agro-prod, 2017, 3: 55–58.
- [8] GB 5009.12-2010. 食品安全国家标准 食品中铅的测定[S].
GB 5009.12-2010 National standard of food safety-Determination of Pb in foods [S].
- [9] GB 5009.12-2017. 食品安全国家标准 食品中铅的测定[S].
GB 5009.12-2017 National standard of food safety-Determination of Pb in foods [S].
- [10] 杨雪娇, 黄伟, 林涛, 等. 不同前处理方法检测食品中的重金属含量[J]. 现代食品科技, 2008, 24(10): 1011, 1051–1054.
Yang XJ, Huang W, Lin T, *et al.* Determination of heavy metal contents in foodstuffs by three kinds of pretreatment methods [J]. Mod Foods Sci Technol, 2008, 24(10): 1011, 1051–1054.
- [11] 杨敬坡, 罗建美, 逯飞, 等. 石墨消解火焰原子吸收法测定土壤中重金属[J]. 河北科技大学学报, 2014, 35(4): 392–396.
Yang JP, Luo JM, Lu F, *et al.* Determination of heavy metals in soil by flame atomic absorption spectrometry using graphite digestion device [J]. J Hebei Univ Sci Technol, 2014, 35(4): 392–396.
- [12] 董永胜, 李雪松, 麻天军. Z-650 石墨炉原子吸收法测定痕量金升温程序的优化[J]. 吉林地质, 2012, 31(2): 100–103.
Dong YS, Li XS, Ma TJ. Optimization of temperature program in determination of trace gold by atomic absorption spectrometry using Z-650 graphite furnace [J]. Jilin Geol, 2012, 31(2): 100–103.
- [13] 刘杰英, 胥艳, 杜鹏程, 等. 低温预消化-微波消解-石墨炉原子吸收光谱法测定坚果中的铅[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 26(14): 2027–2029.
Liu JY, Xu Y, Du PC, *et al.* Determination of lead in nuts by low temperature predigested-microwave digestion-graphite furnace atomic absorption spectrometry [J]. Chin J Health Lab Technol, 2016, 26(14): 2027–2029.
- [14] 宫航, 杨杰, 周非, 等. 石墨炉测定土壤中镉的升温程序优化研究[J]. 油气田环境保护, 2014, 24(6): 44–46.
Gong H, Yang J, Zhou F, *et al.* Optimization of temperature program in determination of cadmium in soil by graphite furnace atomic absorption spectrometry [J]. Environ Protect Oil Gas Fields, 2014, 24(6): 44–46.
- [15] 郭兴家, 张鹏, 徐素坤, 等. 等温平台石墨炉原子吸收光谱法测定高纯铜中痕量杂质镉和铋[J]. 光谱实验室, 2004, 21(5): 1018–1020.
Guo XJ, Zhang P, Xu SK, *et al.* GFAAS with STPF technique for the determination of trace cadmium and stibium in high purity indium [J]. Chin J Spectrosc Lab, 2004, 21(5): 1018–1020.
- [16] 刘绍川, 史淑娟. 原子吸收法测重金属加热程序调整的探讨[J]. 粮食加工, 2009, 34(3): 91–92.
Liu SC, Shi SJ. Study on adjusting temperature program in determination of heavy metal by atomic absorption spectrometry [J]. Grain Process, 2009, 34(3): 91–92.
- [17] 朱启思, 江华邦, 钟国才, 等. 稻谷中镉的石墨炉原子吸收测定方法优化及其分布[J]. 河南工业大学学报(自然科学版), 2011, 32(6): 76–79.
Zhu QS, Jiang HB, Zhong GC, *et al.* Optimizatio on determination of cadmium in paddy by graphite furnace atomic absorption spectrometry and distribution of cadmium in pappy [J]. J Henan Univ Technol (Nat Sci Ed), 2011, 32(6): 76–79.
- [18] 何健飞. 原子吸收光谱法测定饮用水中总铬升温参数的探讨[J]. 职业与健康, 2007, 23(23): 2161–2162.
HE JF. Study on temperature program in determination of the total chromiumtotal in drinking water by atomic absorption spectrometry [J]. Occup Health, 2007, 23(23): 2161–2162.
- [19] 孙林超. 微波消解-石墨炉原子吸收法在酱油铅测定中的应用[J]. 中国调味品, 2009, 5(34): 95–97.
Sun LC. Application of micro-wave digestion atomic absorption spectroscopy in the determination of plumbum concentrations in soy sauce [J]. China Cond, 2009, 5(34): 95–97.
- [20] 鲁丹, 钱燕儿. 石墨炉原子吸收光谱法快速测定塑料饮水管浸出液中的痕量铋[J]. 光谱学与光谱分析, 2004, 24(2): 242–244.
Lu D, Qian YE. Rapid determination of trace Sb in plastic pipes for eringing water by GFAAS [J]. Spectrosc Spect Anal, 2004, 24(2): 242–244.
- [21] 沈华. 石墨炉原子吸收光谱法测定含镍生铁中五害元素[J]. 山东化工, 2016, 45: 56–58.
Shen H. Determination of five harmful elements (As Sb Sn Bi Pb) in the nickel pig iron by GFAAS [J]. Shandong Chem Ind, 2016, 45: 56–58.
- [22] 张红艳, 帕尔哈提, 肖英, 等. 微波消解-石墨炉原子吸收法测定花椒中的镉[J]. 现代仪器, 2010, (6): 40–41.
Zhang HY, Paer HT, Xiao Y, *et al.* Applying microwave digestion with graphite furnace atomic absorption spectrometry for determination of cadmium in zanthoxylum [J]. Mod Instrum, 2010, (6): 40–41.
- [23] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S].

GB/T 27404-2008 Criterion on quality control of laboratories-Chemical testing of food [S].

- [24] 季爱芳, 赵莹, 朱秋兵, 等. 磷酸二氢铵化学改进剂在石墨炉原子吸收法测定蔬菜中铅含量的应用分析[J]. 农技服务, 2015, 32(4): 91-92.

Ji AF, Zhao Y, Zhu QB, *et al.* Analysis on application of the ammonium dihydrogen phosphate chemical modifier in the determination of plumbum concentrations in vegetable by AAS [J]. Agric Technol Serv, 2015, 32(4): 91-92.

- [25] 藏李纳, 湛社霞, 赵庆琦. 基体改进剂原子吸收光谱法直接测定酱油中铅[J]. 中国卫生检验杂志, 2004, 14 (1) : 113-114.

Zang LN, Zhan SX, Zhao QQ. Application of matrix modifier in direct determination of plumbum concentration in soy sauce [J]. Chin J Health Lab Technol, 2004, 14(1): 113-114.

- [26] 孙汉文. 原子吸收光谱分析技术[M]. 北京: 中国科学技术出版社, 1992.

Sun HW. Analysis technology. atomic absorption spectrometry [M]. Beijing: Science and Technology of China Press, 1992.

- [27] 杨啸涛, 何华焜. 原子吸收光谱分析中背景校正法误差源的研究[J]. 光谱学与光谱分析, 1986, 6(2): 40-44.

Yang XT, He HK. Research of the error's origin in background correction of atomic absorption spectrometry [J]. Spectrosc Spect Anal, 1986, 6(2): 40-44.

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介



陈利平, 硕士, 农艺师, 主要研究方向为农产品质量安全检测。

E-mail: chenliping6666@163.com



张志勇, 博士, 教授, 主要研究方向为农产品安全, 昆虫资源保护利用。

E-mail: zzy@bua.edu.cn