

石墨炉原子吸收法测定食用菌中镉和铅

陆 梅

(淮安市环境监测中心站, 江苏 淮安 223001)

摘 要: 采用塞曼效应背景校正、最大功率升温 and 峰面积积分, 以钼和抗坏血酸为基体改进剂, 用恒温平台石墨炉原子吸收法测定食用菌中镉和铅, 检出限镉为 5.0×10^{-13} g, 铅为 4.0×10^{-12} g, 相对标准偏差在 2.8% ~ 7.1% 之间, 加标回收率镉为 92.0% ~ 104%, 铅为 89.3% ~ 95.0%。

关键词: 石墨炉原子吸收法; 镉; 铅; 食用菌

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2005)05-0029-02

To Detect Cd and Pb in Edible Mushrooms with Furnace Atomic Absorption Spectrometry

LU Mei

(Huai'an Environmental Monitoring Center, Huai'an, Jiangsu 223001, China)

Abstract To use Zeeman effect background correction, maximum power heating and peak area integration, to use Pd and ascorbic acid as matrix modified to detect Cd and Pb in edible mushrooms with stabilized temperature platform furnace (STPF) atomic absorption spectrometry (AAS). The detection limit of Cd was 5.0×10^{-13} g, Pb was 4.0×10^{-12} g, the relative standard deviation was between 2.8% and 7.1%, the sample recovery Cd was 92.0% ~ 104%, Pb was 89.3% ~ 95.0%.

Key words Furnace atomic absorption spectrometry; Cd; Pb; Edible mushrooms

食品中的镉和铅是蓄积性、亲和性的毒物, 对人体极为有害, 是食品中必测的毒性元素。痕量镉和铅的测定, 通常采用有机萃取、在线富集流动注射火焰^[1]或石墨炉^[1-3]原子吸收光谱法、分光光度法^[2,3]和原子荧光光谱法^[2,4]。现采用集可校正高背景干扰的塞曼效应、克服气相干扰的最大功率升温、精确测定的峰面积积分和提高灰化温度的钼基体改进剂为一体的恒温平台石墨炉原子吸收法 (STPF-AAS) 测定食用菌中的镉和铅, 取得了满意的结果。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

PE 600 型石墨炉原子吸收光谱仪; AS 800 型自动进样器; 镉、铅空心阴极灯 (美国 PE 公司)。

将 1 000 mg/L 镉和铅标准储备液分别用 $\rho(\text{HNO}_3) = 1\%$ 硝酸溶液逐级稀释成混合标准使用液, 其中镉 2.50 $\mu\text{g/L}$, 铅 50.0 $\mu\text{g/L}$; 2 g/L 钼溶液^[5]; 5 g/L 抗坏血酸溶液; 硝酸, 优级纯; 水为去离子水。

1.2 仪器工作条件及石墨炉升温程序

仪器工作条件及石墨炉升温程序见表 1。

表 1 仪器工作条件及石墨炉升温程序^①

| 元素 | 波长 λ/nm | 灯电流 I/mA | 光谱带宽 $\Delta\lambda/\text{nm}$ | 干燥温度 $\theta/^\circ\text{C}$ | 干燥时间 t/s | 灰化温度 $\theta/^\circ\text{C}$ | 灰化时间 t/s | 原子化温度 $\theta/^\circ\text{C}$ | 原子化时间 t/s | 清除温度 $\theta/^\circ\text{C}$ | 清除时间 t/s |
|----|---------------------------|----------------------|-----------------------------------|---------------------------------|----------------------|---------------------------------|----------------------|----------------------------------|-----------------------|---------------------------------|----------------------|
| Cd | 228.8 | 4.0 | 0.7 | 130 | 60 | 700 | 30 | 1 500 | 5 | 2 400 | 3 |
| Pb | 283.3 | 10 | 0.7 | 130 | 60 | 850 | 30 | 1 700 | 5 | 2 400 | 3 |

^① 氩气流量为 250 mL/min, 原子化阶段停气。

收稿日期: 2005-03-31; 修订日期: 2005-07-07

作者简介: 陆梅 (1975-), 女, 江苏淮安人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。

1.3 试验方法

将用去离子水洗净并于烘箱 105 °C 烘干的蘑菇、木耳等菌类样品研成粉末, 称取 0.500 0 g 于 50 mL 高型烧杯中, 加浓硝酸 5.0 mL, 盖上表面皿, 低温加热至消解完全, 再蒸至近干 (约 1 mL), 冷却至室温, 移入 50 mL 容量瓶中定容, 同时做空白试验。自动进样器依次自动吸取空白或样品溶液 20.0 μ L、2 g/L 钼溶液和 5 g/L 抗坏血酸溶液各 10 μ L, 按表 1 中条件测定。

2 结果与讨论

2.1 酸与酸度

硝酸与盐酸均适用于石墨炉原子吸收法的测定。考虑到溶样, 该试验选用硝酸, 又考虑到酸对石墨管使用寿命有直接影响, 选择所有测定溶液酸度为 1.0%。

2.2 干扰及消除

菌类样品基体复杂, 对镉和铅的测定均有不同程度的干扰。该试验采用了可校正高背景干扰的塞曼效应, 消除原子化气相干扰的最大功率升温, 以及能使镉和铅的灰化温度分别从 300 °C 和 500 °C 提高到 700 °C 和 850 °C 的钼基体改进剂, 有利于尽可能多地排除基体干扰。加入抗坏血酸溶液可改善镉的灵敏度, 而对铅无影响^[6]。该试验选择 2 g/L 钼溶液和 5 g/L 抗坏血酸溶液各加入 10 μ L, 取得了消除干扰同时提高测定灵敏度的效果。

2.3 校准曲线

由自动进样器将镉和铅混合标准使用液自动配制成标准系列, 镉为 0.50 μ g/L、1.00 μ g/L、

1.50 μ g/L、2.00 μ g/L、2.50 μ g/L, 铅为 10.0 μ g/L、20.0 μ g/L、30.0 μ g/L、40.0 μ g/L、50.0 μ g/L, 在此浓度范围工作曲线呈良好线性关系。

2.4 检出限

连续测定试剂空白溶液 11 次, 以 3 倍标准差测得的检出限镉为 5.0×10^{-13} g 铅为 4.0×10^{-12} g

2.5 精密度与加标回收率

应用该方法测得蘑菇样品中镉为 0.036 mg/kg 铅为 0.15 mg/kg 木耳样品中镉为 0.078 mg/kg 铅为 0.64 mg/kg。连续测定样品溶液 6 次, 相对标准偏差在 2.8% ~ 7.1% 之间。加入样品溶液中的标准量镉为 0.050 mg/kg 铅为 0.50 mg/kg 测得的回收率镉为 92.0% ~ 104%, 铅为 89.3% ~ 95.0%, 结果令人满意。

[参考文献]

- [1] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 第四版, 北京: 中国环境科学出版社, 2002 326-333.
- [2] GB/T 5009.12 食品中铅的分析方法 [S].
- [3] GB/T 5009.15 食品中镉的分析方法 [S].
- [4] 袁爱萍. 原子荧光光谱法测定食品中的镉 [J]. 分析化学, 1997, 25(10): 1199-1201.
- [5] 吴 华, 吴福全, 李绍南. 纵向塞曼恒温平台石墨炉原子吸收法测定土壤、底质中镉和砷 [J]. 环境监测管理与技术, 1999, 11(4): 20-22.
- [6] 渠荣遵, 何 菲. 石墨炉原子吸收光谱分析中钼基体改进剂对微量镉测定的影响 [J]. 分析化学, 1999, 27(10): 1193-1196.

(上接第 7 页)

手段来督促排污单位如实申报, 确保排污申报的真实性。

企业对排污申报的真实性负责, 现有的法律已作出了规范, 故在排污费征收程序中, 不应增加排污量核定这一环节, 而应以企业排污申报作为依据直接征收排污费, 同时, 政府部门应加强对排污申报真实性的管理和执法力度。建立对企业排污申报的稽查制度, 有计划地对排污单位的排污申报开展稽查工作, 对没有如实申报的排污单位根据不同情况作出处理, 以严格的执法来保证全面、足额征

收排污费。另外也可以考虑建立第三方代理制度, 由类似会计事务所的方式, 受排污单位的委托, 对实际排污量进行核算。

政府部门如何以简单的但行之有效的行政手段来达到管理的目的, 是一门学问, 也是一门科学。以繁杂、不切实际的方法来实现行政管理的目的, 越俎代庖, 看似全面周到, 实则事倍功半, 甚至适得其反。

本栏目责任编辑 李文峻