

氢化物发生- 原子荧光法测定一次性餐具中砷

陈新焕, 胡宇东, 袁智能, 傅 明, 杨万彪
(湖南出入境检验检疫局, 湖南 长沙 410007)

摘 要: 建立了一次性餐具中砷的氢化物发生- 原子荧光测定方法, 在选定的试验条件下, 荧光强度与砷质量浓度在 $0 \mu\text{g/L} \sim 180 \mu\text{g/L}$ 范围内呈线性关系, 相关系数 0.999 3, 溶液检测限 $0.5 \mu\text{g/L}$, 回收率 96% ~ 101%。

关键词: 砷; 原子荧光法; 氢化物发生; 一次性餐具

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2002)02-0026-02

Determination of As in Single Used Table Wares by Hydride Generation Atomic Fluorescence Spectrometry

CHEN Xin huan, HU Yu dong, YUAN Zi neng, FU Ming, YANG Wan biao
(Hunan Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Changsha, Hunan 410007, China)

Abstract: Atomic fluorescence spectrometry for the determination of arsenic in single used table wares was established. Under the selected experiment conditions, there was a linear relationship between the fluorescence intensity and arsenic concentration in the range of $0 \sim 180 \mu\text{g/L}$ with correlation coefficient of 0.999 3, the detection limit was as low as $0.5 \mu\text{g/L}$, and the recovery was 96% ~ 101%.

Key words: As; Atomic fluorescence spectrometry; Hydride generation; Single used table wares

一次性餐具因使用方便、价格低廉在日常生活得到广泛应用, 国家标准^[1]已对其中的砷、铅、镉等重金属元素的限量作出了明确规定, 但该标准并未提出相应的测定方法。今采用氢化物发生- 原子荧光光谱法对其中的砷进行测定, 获得了满意结果。

1 试验

1.1 仪器与试剂

选用 AFS-2201 型双道原子荧光光度计。 $\varphi(\text{CH}_3\text{COOH}) = 4\%$ 乙酸, 用 60°C 去离子水配制; 15 g/L 硼氢化钠溶液: 称取硼氢化钠 1.5 g , 溶于 2 g/L 氢氧化钠溶液 100 mL 中; 50 g/L 硫脲- 抗坏血酸混合溶液; 砷标准使用液: 用盐酸将 1 g/L 砷标准储备液逐级稀释至所需质量浓度, 在测定用系列溶液中含 8 g/L 硫脲- 抗坏血酸。

1.2 样品处理

采用 GB/T 17409-1998 方法^[2], 即将样品清洗干净后晾干, 加入 $\varphi(\text{CH}_3\text{COOH}) = 4\%$ 乙酸浸泡 2 h 。如样品为空心制品, 加入乙酸的体积与空心制

品的体积相同; 如样品为扁平制品, 则按每平方米面积加乙酸 2 mL 的量浸泡。

移取浸泡液 5.00 mL 至 50 mL 容量瓶中, 加入盐酸 7.5 mL , 再加 50 g/L 硫脲- 抗坏血酸混合溶液 8 mL , 加水至刻度, 混匀。同时配制空白试验试液。

1.3 仪器工作参数

负高压 300 V , 灯电流 50 mA , 原子化器高度 7 mm , 氩: 载气 400 mL/min 、屏蔽气 900 mL/min , 读数时间 11 s , 延迟时间 1 s , 硼氢化钠溶液加入时间 9 s , 进样体积 1.0 mL 。

1.4 测试方法

开机后设定好仪器条件并预热 30 min 以上。首先作空白值测量, 连续用空白试液进样, 待读数稳定以后校零, 再依次测定 0.000 mg/L 、 0.010 mg/L 、 0.020 mg/L 、 0.040 mg/L 和 0.080 mg/L 标准系

收稿日期: 2001-09-13; 修订日期: 2001-12-08

作者简介: 陈新焕(1971-), 男, 江西宁都人, 工程师, 硕士, 从事进出口物品检验工作, 已发表论文 21 篇。

列, 绘制校准曲线。在测定样品前, 再以空白试液校零, 随后按设定顺序测定样品试液, 与校准曲线比较定量。

1.5 结果计算

1.5.1 空心制品

测定值乘以稀释倍数(在样品处理中为 10 倍)即为样品砷含量。

1.5.2 扁平制品

如浸泡液用量正好是每平方厘米制品为 2 mL, 结果计算同空心制品; 如果浸泡液用量多于或少于每平方厘米制品 2 mL, 则按 $X = C \cdot f \cdot V / 2S$ 计算。其中 X 为样品砷含量, mg/L; C 为样品试液测定值, mg/L; f 为稀释倍数; V 为加入浸泡液的体积, mL; S 为扁平制品的面积, cm^2 。

2 结果与讨论

2.1 仪器参数的选择

试验表明, 增大光电倍增管负高压可提高荧光强度, 但噪声也相应增大, 考虑两者间的关系, 以选择 300 V 为宜。荧光信号随灯电流的增大而增强, 兼顾灵敏度和灯的使用寿命, 选择 50 mA。载气氩在 300 mL/min~ 600 mL/min 之间荧光强度基本稳定, 再增大载气流量, 则荧光强度下降, 这可能是较大的载气流冲淡了火焰中原子蒸气的缘故; 屏蔽气氩在 600 mL/min~ 1 200 mL/min 之间, 对砷的测定基本无影响, 今选择载气为 400 mL/min, 屏蔽气为 900 mL/min。

2.2 酸度的选择

砷的荧光强度先是随着盐酸浓度的增大而急剧增强, 随后逐渐减弱, 盐酸质量分数在 5% ~ 20% 时荧光强度基本一致, 故选择 15%。

2.3 硼氢化钠质量浓度的选择

在加液时间为 9 s, 试验了硼氢化钠溶液质量浓度对荧光强度的影响。结果表明, 硼氢化钠溶液质量浓度在 7.5 g/L~ 25 g/L 范围内荧光强度最高且稳定。若质量浓度再高, 则因产生大量的氢气反而导致灵敏度下降, 精密度变差。故选择硼氢化钠溶液质量浓度为 15 g/L。

2.4 硫脲- 抗坏血酸用量的选择

加入硫脲、抗坏血酸是为了使浸泡液中的五价砷还原为三价砷, 同时可掩蔽部分可能存在的干扰离子的影响。试验中选择硫脲、抗坏血酸质量浓度为 8 g/L。

2.5 线性范围和检测限

试验表明, 荧光强度与砷质量浓度在 0 $\mu\text{g/L}$ ~ 180 $\mu\text{g/L}$ 范围内呈良好线性关系。以空白试验的 3 倍标准偏差计算, 溶液检测限为 0.5 $\mu\text{g/L}$; 若浸泡液的体积正好等于空心制品的体积或 2 倍扁平制品的面积, 则样品的检测限为 5 $\mu\text{g/L}$ 。

2.6 回收率与精密度

在拟作浸泡液 $\varphi(\text{CH}_3\text{COOH}) = 4\%$ 乙酸中加入适量的砷标准溶液, 按样品测定过程测定, 回收率为 96% ~ 101%, 相对标准差 ($n = 5$) 不大于 4%, 精密度较好。

测定样品试液含砷量低于 0.5 $\mu\text{g/L}$, 即样品砷含量低于 5 $\mu\text{g/L}$, 符合 GB 18006.1-1999 关于一次性可降解餐饮具砷含量不高于 1 mg/L 的规定。

[参考文献]

- [1] GB 18006.1-1999, 一次性可降解餐饮具通用技术条件[S].
- [2] GB/T 17409-1998, 食品用包装材料及其制品的浸泡试验方法通则[S].

• 简讯 •

南京市环境监测中心站再获江苏省文明单位称号

南京市环境监测中心站在近几年的工作中坚持“两个文明”一起抓, 党政领导班子团结协作, 全体职工同心同德, 加强思想作风建设, 以制度和考核推动管理和改革; 加强能力建设, 以监测现代化为目标, 拓展监测领域, 提高监测水平和质量, 为全市的环境管理、经济建设, 为发展环境监测事业做出了重要贡献。最近, 江苏省精神文明指导委员会授予南京市环境监测中心站省级“文明单位”称号, 这也是南京市环境监测中心站连续 4 年两次获此殊荣。

陈宝琳

南京市环境监测中心站积极投入无公害农产品生产基地监测

为配合农业部门对无公害农产品的认证, 南京市环境监测中心站先后与江苏省和南京市的农林环保部门签定协议, 对省内无公害农产品生产基地 5 项环境空气指标、7 项土壤指标和 10 项农灌水指标开展监测, 并积极开发无公害农产品和有机食品农残新项目的监测, 为提高农产品质量和竞争力, 保障人体健康, 应对入世挑战做出新贡献。

郭晓莹