

上海洪纪仪器设备有限公司

食品中铅的测定方法

石墨炉原子吸收光谱法

1.原理

样品经灰化或酸消解后，样液注入原子吸收分光光度计石墨炉中原子化，铅原子吸收 283.3nm 共振线，在一定浓度范围，其吸收值与铅含量成正比，可与标准系列比较定量。

2.试剂

实验用水为亚沸蒸馏水或电阻率 80 万欧姆以上的去离子水。所有试剂要求使用优级纯或处理后不含铅的试剂。

- (1) 过硫酸铵。
- (2) 过氧化氢(30%)。
- (3) 高氯酸、硝酸。
- (4) 硝酸溶液 (1+1)。
- (5) 硝酸溶液 (0.5mol/L): 取 3.2ml 硝酸，加入水中稀释至 100ml。
- (6) 硝酸溶液 (1.0mol/L): 取 6.4ml 硝酸，加入水中稀释至 100ml。
- (7) 磷酸氢二铵溶液 (20g/L)。取 2.0g 特纯磷酸氢二铵溶于双蒸水中定容至 100ml。
- (8) 混合酸: 硝酸 + 高氯酸 (4+1)。
- (9) 铅标准溶液 (自己配制或由国家标准局标准物质研究中心购买铅标准溶液)

A. 铅标准贮备液: 精密称取 1.000g 金属铅 (99.99%) 分次加少量硝酸 (1+1) 加热溶解，总量不超过 37ml，移入 1000ml 容量瓶，加水至刻度。此溶液每毫升含 1.0mg 铅。

B. 铅标准贮备液: 精密称取 0.1598g 硝酸铅(优级纯)，加 10ml 1.0mol/L 硝酸，全部溶解后，移入 100ml 容量瓶中，加水稀释至刻度，此溶液每毫升相当于 1.0mg 铅。

C. 铅标准使用液: 火焰法铅标准使用液浓度为 10mg / ml (用亚沸蒸馏水逐级稀释); 石墨炉法铅标准使用液浓度为 100ng / ml，用 0.5mol/L 硝酸逐级稀释。

3.仪器

- (1) 原子吸收分光光度计 (附石墨炉及铅空心阴极灯)。
- (2) 所用玻璃仪器均需以硝酸 (1+5) 浸泡过夜，用水反复冲洗，最后用去离子水冲洗干净。
- (3) 马弗炉或恒温干燥箱
- (4) 瓷坩埚或压力消化器
- (5) 微波消解装置

4.操作方法

4.1 样品预处理: 采样和制备过程中，应注意不使样品污染。粮食、豆类去壳去杂物后，磨碎过 20 目筛，储于塑料瓶中。保存备用; 蔬菜、水果洗净，晾干，取可食部分捣碎备用; 鱼、肉等用水洗净，取可食部分捣碎，备用。

4.2 样品消解 (根据实验条件可任选一方法)

(1) 干灰化法: 称取 1.00~5.00g 样品(根据铅含量而定)于瓷坩埚中。先小火炭化至无烟，移入马弗炉 500±25℃ 灰化 6~8 小时，放冷。若个别样品不彻底。则加 1ml 混合酸在小火上加热，反复多次直到消化完全，放冷，用硝酸 (0.5mol/L) 将灰分溶解，少量多次地过滤于 10ml~25ml 容量瓶中。并定容至刻度、摇匀备用，同时作试剂空内。

(2) 过硫酸铵法: 称取样品 1.00~5.00g 于瓷坩埚中，加 2~4ml 硝酸浸泡 1 小时以上，炭化，取下加 2~3g 过硫酸铵盖于上面，继续炭化至不冒烟，转入马弗炉，500℃ 恒温 2 小时，再升至 800℃，保持 20min，冷却，加 1.0mol/L 硝酸溶液，少量多次溶解灰分，并定量移入 10ml 容量瓶中，定容至刻度，混匀备用。同时作试剂空白。

(3) 压力消解罐法: 称取 0.200~2.000g 样品 (粮食、豆类干样不得超过 1g，蔬菜、水果、动物性样品控制在 2g 以内，水分大的样品称样后先蒸水分至近干) 于聚四氟乙烯罐内，加硝酸

上海洪纪仪器设备有限公司

2~4ml 过夜。再加过氧化氢 2~3ml (总量不能超过内罐容积的 1/3)。盖好内盖，旋紧外盖，放入恒温箱，120℃保温 3~4 小时，自然冷却。将消化液定量转移至 10ml(或 25ml)容量瓶中。用少量水洗涤内罐，洗液合并于容量瓶中并定容至刻度，混匀。同时做试剂空白。

(4) 湿法消解：称取样品 1.000~5.000g 于三角烧瓶中，放数粒玻璃珠，加 10ml 混合酸 (或再加 1~2ml 硝酸)，加盖过夜，加一小漏斗在电炉上消解，若变棕黑色，再加混合酸。直至冒白烟，消化液无色透明、放冷移入 10~25ml 容量瓶，用水定容至刻度，摇匀。同时做试剂空白。

(5) 微波消解法：精密称取 0.3000~0.5000g 于微波消化罐中，加 1.0mol/L 硝酸 4ml，盖好内盖，旋紧外盖，放入微波消解装置，按照预先设定的程序 (见表 4) 进行升温消化，待消化完毕后，取出消化罐，将消化液定量移入 10.0ml 或 25.0ml 比色管中，用双蒸水少量多次洗罐，稀释至刻度，混匀，即供试样液。同样做试剂空白液。

表 1 微波消化升温程序

步骤	1	2	3	4	5
功率, %	100	100	100	100	100
压力, Psi	20	40	85	135	175
升压时间, min	10	10	10	10	10
保压时间, min	5	5	5	5	5
排风量, %	100	100	100	100	100

注：1Psi=6.89kPa (Psi: 磅力每平方英寸，是进口仪器常用非法定压力单位，为便于使用，本方法不再换算成法定压力单位)。

4.3 测定

(1) 仪器参考条件：波长 283.3nm; 狭缝 0.2~1.0nm; 灯电流 5~7mA; 干燥温度 85℃, 5s; 120℃, 30s; 灰化温度 450℃, 15~20s; 原子化温度 1700~2300℃, 4~5s, 背景校正为氘灯或塞曼效应扣背景。

(2) 标准曲线绘制：将仪器参考仪器条件调至最佳状态。待稳定后分别吸取上面配制的铅标准使用 0.010, 0.020, 0.030, 0.040, 0.050mg / ml 各 0~20mL, 或由仪器自动配制后注入石墨炉，同时吸取 20g/L 磷酸氢二铵溶液 5.0mL, 进样总体积 20~30.0mL, 注入石墨炉，在调整好的仪器条件下测定。测得其吸光值，并求得吸光值与浓度关系的一元线性回归方程，或由仪器自动计算出标准曲线测定结果。

(3) 样品测定：将试剂空白液和样液分别吸 10~20mL, 或由仪器自动配制后注入石墨炉，同时吸取 20g/L 磷酸氢二铵溶液 5.0mL, 进样总体积 20~30.0mL, 注入石墨炉，在调整好的仪器条件下测定。测得其吸光值，代入标准系列的一元线性回归方程中求得样液中铅含量，或由仪器自动计算出样品含量结果。

5 计算

$$X = \frac{(A1-A2) \times V \times 1000}{M1 \times 1000}$$

式中

X — 样品中铅含量, mg / kg (或 mg / L);

A1— 测定样液中铅含量, mg / L;

A2 — 空白液中铅含量, mg / L;

M1— 样品质量或体积, g (ml);

V — 样品定容总体积, ml。

注：石墨炉原子吸收测定结果以浓度单位表示，如 A1 和 A2 的单位，样品浓度与进样量无关。

地址：上海市普陀区桐柏路芙蓉园 18 号 403

邮编：200062

电话：(021) 61028032 传真：(021) 52710535

网址：<http://www.foodtechs.com>

6. 注意事项

(1) 相对相差 $\leq 20\%$ 。

(2) 微波消解或高压消解-石墨炉原子吸收法测定食品中的铅，经多个实验室验证，方法简便、快速，经标准参考物质核对，测得结果与保证值无显著性差异。

(3) 微波消解或高压消解样品具有用酸量少、防污染及损失的优点。操作时应按规定使用，注意样品取样量不可超过规定，严格控制加热温度。

(4) 石墨炉原子吸收光度法测定食品中的微量元素具有高灵敏度的特点，但原子吸收光谱的背景干扰是个复杂问题，除使用仪器本身的特殊装置，例如连续光源背景校正器、氘灯扣背景及塞曼效应背景校正技术外，选用合适的基体改进剂十分重要，我们经过多年实验经验认为磷酸氢二铵作为基体改进剂对于改善样品基体，增加灵敏度具有不可替代的作用。对复杂的样品应注意使用标准参考物质核对结果，避免产生背景干扰。