

石墨炉原子吸收法测定粉丝中铝

陈素军 朱力 刘裕婷

(北京丰台疾病预防控制中心 北京 100071)

摘要 本方法采用硝酸-过氧化氢对粉丝样品进行前处理,以乙酰丙酮(20%乙醇溶液)为基体改进剂,石墨炉原子吸收法测定粉丝中铝含量。本方法的线性范围在 0~140 $\mu\text{g}/\text{mL}$,相关系数为 0.9991。检出限为 9.70 $\mu\text{g}/\text{mL}$,加标回收率为 90.5%~95.0%,RSD 为 1.19%。本方法快速、准确、灵敏度高,精密度好,适用于粉丝中铝含量的测定。

关键词 铝 石墨炉原子吸收光谱法 基体改进剂 粉丝

铝在自然界分布广泛,是人类经常使用的金属元素之一。明矾(硫酸铝)作为凝固剂,在粉丝生产过程中大量加入,因此造成粉丝中铝含量较高。世界卫生组织于 1989 年正式把铝确定为食品污染物并要求加以控制,提出每人每日允许摄入的铝量为每千克体重 1mg^[1]。目前,文献报道铝测定方法主要有比色法、火焰原子吸收光谱法^[1],这些方法操作繁琐、灵敏度偏低。本文参考有关资料^[2],以乙酰丙酮(20%乙醇溶液)为基体改进剂,采用石墨炉原子吸收光谱法测定粉丝中铝,取得满意结果。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Z-5000 型原子吸收分光光度计(日本日立公司);热解涂层石墨管(航天部三院);铝空心阴极灯(北京曙光电子光源仪器有限公司);电热板(北京市永光明医疗仪器厂);硝酸(优级纯);过氧化氢(分析纯);乙酰丙酮(分析纯);无水乙醇(分析纯);纯水(18.2 ΩM)铝标准溶液(国家标准物质中心):铝标准溶液 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 逐级稀释至 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

1.2 测定方法

1.2.1 样品处理 称取剪碎的粉丝 1.0g,置于 100 mL 三角瓶中,加硝酸 5 mL,过氧化氢 1 mL,放置过夜。然后放在电热板上,用 3 档加热至样液无色透明,并加热至近干。取下放冷后用纯水稀释至 100mL。同时做试剂空白。

1.2.2 标准系列配制 分别取 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 铝标准溶液 0.0mL,1.0mL,3.0mL,5.0mL,7.0mL 于 50mL 容量瓶中,用(1+99)硝酸定容至刻度,分别配制成 0 $\mu\text{g}/\text{L}$,20 $\mu\text{g}/\text{L}$,60 $\mu\text{g}/\text{L}$,100 $\mu\text{g}/\text{L}$,140 $\mu\text{g}/\text{L}$ 铝标准系列。

1.2.3 仪器工作条件 仪器条件(见表 1),石墨炉工作条件(见表 2)。

表 1 分光光度计工作条件

| 波长 | 灯电流 | 狭缝 | 负高压 | 塞曼扣背景 |
|---------|------|-------|------|-------|
| 257.4nm | 12mA | 0.2nm | 749V | 开 |

表 2 石墨炉工作条件

| 步骤 | 炉温($^{\circ}\text{C}$) | 斜坡升温时间(s) | 保持时间(s) | 氩气流速(mL/min) |
|----|--------------------------|-----------|---------|--------------------------------|
| 1 | 80 | 2 | 10 | 200 |
| 2 | 100 | 2 | 30 | 200 |
| 3 | 800 | 5 | 10 | 200 |
| 4 | 1000 | 5 | 5 | 200 |
| 5 | 2500 | / | 5 | 30 |
| 6 | 2800 | / | 5 | 200 |

1.2.4 测定 将铝标准系列、样品、乙酰丙酮(20%乙醇溶液)分别放在自动进样盘上,按仪器工作条件测定。进样量 20 μL ,乙酰丙酮(20%乙醇溶液)5 μL ,峰面积积分计算。

2 结果与讨论

2.1 消化方法的选择

国家标准测定方法采用硝酸-高氯酸混合液进行消化,但使用高氯酸易爆炸较危险,因此本文采用硝酸和过氧化氢进行消化。此法消化简单方便,且空白值较低,回收率也达到实验要求。

2.2 波长的选择

本文选用 257.4 nm,若用铝灵敏线 309.4nm,空白的吸光度值较高,样品的吸光度值超出曲线范围,需要多次稀释,易产生误差。在 257.4nm 波长检测时,仪器信号较稳定,精密度也较好。

2.3 升温程序的选择

为保证样液完全干燥不会发生爆溅,本文采用斜坡升温模式,选择两步干燥。灰化和原子化温度是测定过程中的关键,适合的灰化温度可以消除基体干扰,而适合的原子化温度可以使元素的原子完全蒸出而不残留,且可延长石墨管使用寿命。图 1 是进行的最佳灰化温度的选择试验,图 2 是进行的最佳原子化温度的选择试验。

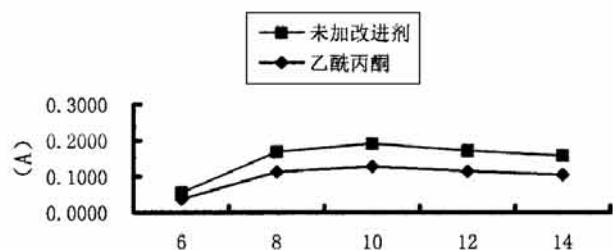


图1 灰化曲线

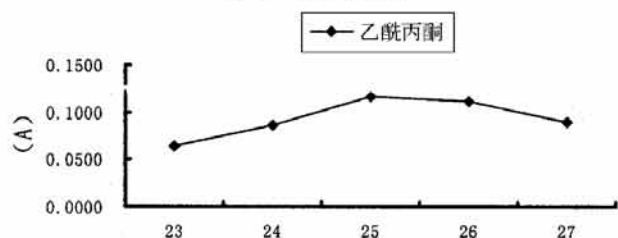


图2 原子化曲线

2.4 基体改进剂其用量的选择

石墨炉原子吸收光谱法广泛用于金属元素的痕量分析^[5],测定时为消除共存组分的干扰经常使用基体改进剂^[6]。本文选用乙酰丙酮(20%乙醇溶液)。试验结果表明,由于乙酰丙酮与铝液形成铝-乙酰丙酮螯合物,减少铝形成炭化物,因此提高灵敏度。铝标准液浓度为20 μg/L,分别设定取乙酰丙酮(20%乙醇溶液)3.0 μL,5.0 μL,7.0 μL,10.0 μL在仪器工作条件下测定,结果(见图3)。由图3可见,当用量为5 μL时,吸光度值最大且趋于平衡,故本法选用乙酰丙酮(20%乙醇溶液)5 μL。

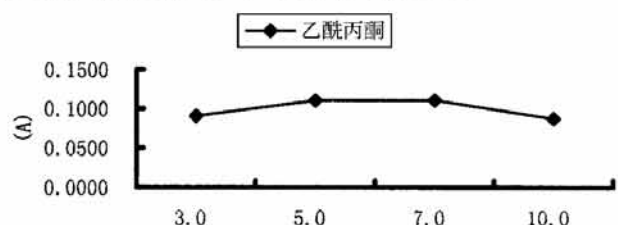


图3 乙酰丙酮用量

2.5 方法的精密度和准确度

取同一样品进行6次重复测定,样品平均含量为36.72 mg/kg, RSD为1.19%,结果(见表3)。

对3种不同厂家的粉丝样品进行加标回收率实验。铝的回收率在92.5%~95.0%之间,符合测定要求(见表4)。

表3 样品中铝的测定结果及精密度(n=6)

| 样品测定结果 (mg/kg) | 平均值 (μg) | 标准差 (s) | 精密度 (RSD%) |
|---------------------|-------------|------------|---------------|
| 36.70, 36.95, 35.92 | 36.72 | 4.39 | 1.19 |
| 37.23, 36.81, 37.10 | | | |

表4 样品加标回收率

| 样号 | 本底值 (μg/L) | 加标量 (μg/L) | 测定值 (μg/L) | 回收率 (%) |
|----|---------------|---------------|---------------|------------|
| 1 | 90.5 | 20 | 109 | 92.5 |
| 2 | 104 | 20 | 123 | 95.0 |
| 3 | 70.8 | 20 | 88.9 | 90.5 |

2.6 方法的检出限

据IUPAC对于检出限规定,对标准系列零管20次重复测定,标准偏差 $S_b=0.0097$,工作曲线斜率 $S=0.0030$,当 $K=3$ 时,最小检出浓度为 $L=KS_b/S=9.70 \mu\text{g/L}$ 。

2.7 共存离子的干扰

在最佳工作条件下,试验多种共存离子对铝浓度为20 μg/L的影响,当相对误差 $\leq 5\%$ 时,共存离子的允许量(μg/L计)为: Na^+ 、 Mg^+ 、 K^+ 、 As^+ 、 Ca^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Zn^{2+} (4000)。

3 小结

铝现在已被明确为食品污染物,但目前国标方法中还没有相应的测定粉丝中铝含量的标准方法。本文以乙酰丙酮作为基体改进剂,采用石墨炉原子吸收光谱法测定粉丝中铝,方法简便,灵敏度高,重现性好,适用于粉丝中铝含量分析。

参考文献

- 1 杨慧芬. 食品卫生理化检验标准手册(M). 北京:中国标准出版社,1996
- 2 白红梅,杨丽君. β-二酮类螯合物在石墨炉原子吸收光谱法测定铝中的应用(J),湘潭师范学院学报(自然科学版),2002,24(2):48~52
- 3 北京大学化学系仪器关系教学组. 仪器分析教程(M),北京:北京大学出版社,1997
- 4 李述信. 原子吸收光谱分析中的干扰及消除方法(M),北京:北京大学出版社,1987

Determination of vermicelli by GF-AAS

Chen Sujun Zhu Li Liu Yuting

(Fengtai centers for diseases control and prevention, Beijing 100071)

Abstract To develop a method for determination of aluminum in vermicelli by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry. To digest vermicelli sample with HNO_3 and H_2O_2 , making use of acetylacetone as fundic-improver to determine the sample by GAAS. Linear range of aluminum was 0~140 μg/mL. The relative coefficient was 0.9991, Detection limit of this method was 9.70 μg/mL, rate recoveries were 90.5%~95.0%, RDS was 1.19%. The method has been applied to the determination of aluminum in vermicelli, which is rapid, accuracy and better sensitivity and precision.

Key words Aluminum GFAAS Fundic-improve Vermicelli