

# 石墨炉原子吸收法测定雪莲果中的铅、镉

彭靖茹, 甘志勇, 梁立娟 (农业部亚热带果品蔬菜质量监督检验测试中心, 广西南宁530001)

**摘要** [目的] 测定雪莲果中重金属的含量, 为其进一步开发提供科学依据。[方法] 采用微波消解样品, 石墨炉原子吸收法测定雪莲果中的铅、镉。其中以磷酸二氢铵为基体改进剂, 可提高灰化温度, 消除基体干扰。[结果] 新鲜的雪莲果中铅、镉的含量低于国家关于食品污染的限量。[结论] 该方法快速简便、结果准确, 符合分析要求。

**关键词** 雪莲果; 石墨炉原子吸收法; 铅; 镉

中图分类号 TS201.2 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2007)28-08789-02

## Lead (Pb) and Cadmium (Cd) Determination of Yacon by Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry (GFAAS)

PENG Jing-ru et al (Quality Supervision and Testing Center of Subtropical Fruit and Vegetable, Ministry of Agriculture, Nanning, Guangxi 530001)

**Abstract** [Objective] The study aimed to determine the contents of heavy metals in Yacon, so as to provide scientific basis for its further development. [Method] The samples were digested with microwave and the Pb and Cd contents in Yacon were determined by GFAAS. Using the ammoniumbiphosphate as matrix modifier could increase ashing temperature and eliminate matrix interference. [Result] Pb and Cd contents in the fresh Yacon were lower than the national limit about food pollution. [Conclusion] The method was fast, simple, convenient and its result was accurate, which accorded to analysis requirement.

**Key words** Yacon; GFAAS; Lead; Cadmium

雪莲果(*Smallanthus sonchifolius*, 俗名 Yacon) 原产于南美洲安第斯山, 在种植过程中, 不施用任何农药和化肥, 因此是一种天然的有机食品。雪莲果是一种新型生态根茎水果, 香甜脆爽, 含大量的水溶性纤维, 属低热量食品, 特别适合糖尿病患者及减肥者食用; 它还可以清肝解毒、降血压、通便、养颜美容, 能有效地控制胆固醇和糖尿病。在20世纪80年代中期, 雪莲果因其特殊的保健功能及药用价值, 日本以及一些欧洲国家陆续开始栽种, 近年在昆明地区引种成功<sup>[1]</sup>。随着对雪莲果研究的深入, 发现其是一种在食品行业和医药行业都有很大市场潜力的植物, 有着广阔的前景。近年来, 由于环境的恶化, 重金属污染日益为人们所关注, 对食品中的铅、镉等有害重金属的含量越来越重视。对于一个新的植物是否对重金属具有富集作用, 是否能安全食用应慎重考虑, 因此有必要对其进行有害重金属含量的研究以消除疑虑, 为进一步开发提供科学依据。目前国内还未见有雪莲果中重金属的相关研究报导, 为此笔者采用石墨炉原子吸收法对雪莲果中铅和镉进行了分析测定。

采用微波消解样品, 使用较安全的  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$  体系<sup>[2]</sup>, 样品消化完全, 快捷方便。进行了消解条件、仪器工作参数、分析条件的优化试验。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

**1.1.1 仪器。**美国CEM公司MARS 5微波消解仪。美国瓦里安SpectrAA 220FS原子吸收分光光度计, GTA110型石墨炉(附有自动进样器)。使用涂层平台石墨管。

**1.1.2 试剂。**标准物质:Pb为GBW08619, Cd为GBW08612, 浓度均为1 000 ng/L, 逐级稀释至所需的工作标准溶液。铅稀释至50  $\mu\text{g/L}$ , 镉稀释至5  $\mu\text{g/L}$ 。稀释液为0.5 ml/L  $\text{HNO}_3$ 。  $\text{H}_2\text{O}_2$  为分析纯, 其他试剂均为优级纯, 水为二级去离子水。磷酸二氢铵经过提纯。

所使用的玻璃容器、玻璃仪器均用洗涤剂于超声波清洗

洗净, 水冲洗干净晾干, 再浸泡于1.5%  $\text{HNO}_3$  洗液中48 h以上, 水冲洗数遍, 晾干, 备用。

### 1.2 样品处理

**1.2.1 样品制备。**样品购于广西市场, 产地: 云南。新鲜雪莲果去除外皮, 取可食部分, 使用打浆机将其打为匀浆, 备用。

**1.2.2 样品消解。**称取2.50 g样品, 置于变性特氟隆消解罐内, 加5 ml  $\text{HNO}_3$ (因较难消解, 宜放置过夜), 加3 ml  $\text{H}_2\text{O}_2$ , 密闭。程序升温: 10 min 升温至120 并保持5 min, 之后5 min 升温至180 并保持5 min。待消解罐温度降至室温后, 转移溶液至25 ml容量瓶中, 用水定容, 消解溶液澄清、透明, 备用。样品取5个平行, 同时进行空白试验。

### 1.3 方法

**1.3.1 实验步骤。**采用标准曲线法进行测定。使用的自动进样器, 具有自动稀释、添加试样和稀释液自动混合功能, 可从一个标准溶液稀释成所需标准系列, 自动形成工作标准曲线, 试样和稀释液/基体改进剂等注入石墨管, 在滴落石墨管时混合后再进样测定。测定结果超出工作曲线时, 自动计算稀释倍数, 自动计算并直接给出试测液实际浓度。先以标准溶液自动绘制出标准曲线(线性范围Pb: 0~60  $\mu\text{g/L}$ , Cd: 0~6  $\mu\text{g/L}$ ), 再进行样品测定。

**1.3.2 仪器工作条件。**D2氘灯扣除背景, 氩气为保护气。进样体积10  $\mu\text{l}$ , 稀释液5  $\mu\text{l}$ , 进样量较小有利于快速蒸干试液, 提高分析速度, 以及减少背景值。仪器工作条件见表1。石墨炉升温程序见表2。

表1 仪器主要工作条件

| 元素 | 灯电流 I/ mA | 光谱通带宽 / nm | 分析线 / nm |
|----|-----------|------------|----------|
| Pb | 6.0       | 0.5        | 283.3    |
| Cd | 4.0       | 0.5        | 228.8    |

## 2 结果与讨论

**2.1 方法的检出限** 用20个样品空白溶液进行测试, 取响应值标准偏差的3倍所对应的浓度为各元素的方法检出限。Pb检测限4  $\mu\text{g/L}$ , Cd检测限0.1  $\mu\text{g/L}$ 。

**2.2 基体改进剂** 样品的基体成分一般无法准确知道, 难

表2 石墨炉升温程序

| 步骤 | Pb    |      |    |       | Cd    |      |    |       |
|----|-------|------|----|-------|-------|------|----|-------|
|    | 温度    | 时间   | 升温 | 气体流量  | 温度    | 时间   | 升温 | 气体流量  |
|    |       | s    | 方式 | L/min |       | s    | 方式 | L/min |
| 1  | 85    | 5.0  | 斜坡 | 3.0   | 85    | 5.0  | 斜坡 | 3.0   |
| 2  | 95    | 40.0 | 斜坡 | 3.0   | 95    | 40.0 | 斜坡 | 3.0   |
| 3  | 120   | 10.0 | 斜坡 | 3.0   | 120   | 10.0 | 斜坡 | 3.0   |
| 4  | 800   | 5.0  | 斜坡 | 3.0   | 800   | 5.0  | 斜坡 | 3.0   |
| 5  | 800   | 3.6  | 台阶 | 3.0   | 800   | 6.0  | 台阶 | 3.0   |
| 6  | 800   | 3.6  | 台阶 | 0.0   | 800   | 6.0  | 台阶 | 0.0   |
| 7  | 2 100 | 1.0  | 斜坡 | 0.0   | 1 800 | 0.8  | 斜坡 | 0.0   |
| 8  | 2 100 | 2.0  | 台阶 | 0.0   | 1 800 | 2.0  | 台阶 | 0.0   |
| 9  | 2 100 | 2.0  | 台阶 | 3.0   | 1 800 | 2.0  | 台阶 | 3.0   |

以使用基体匹配的方法,加入基体改进剂可以消除基体的干扰。笔者加磷酸二氢铵作为基体改进剂,升温时磷酸根可固定待测元素,从而提高灰化温度,使大部分干扰成分在灰化时挥发。磷酸二氢铵分别加入标准溶液、试液、稀释液中并且浓度相同(使每次进样时磷酸二氢铵的总量都一致,以提高精密度),结果表明以1 g/L 磷酸二氢铵为佳,吸收峰变尖且无分裂现象,回收率良好。

**2.3 灰化温度和原子化温度** 试验结果表明,铅的灰化温度在700~800℃,原子化温度在2 000~2 300℃时,测定的数据稳定,故选定灰化温度800℃,原子化温度为2 100℃。镉的灰化温度在700~800℃,原子化温度在1 700~2 000℃时,测定的数据稳定,故选定灰化温度800℃,原子化温度为1 800℃。选最高的灰化温度有利于干扰成分在灰化时挥发,选较低的原子化温度有利于延长石墨管的使用寿命。

**2.4 样品分析及精密度** 按选定的仪器工作参数,对试样溶液进行测定,铅、镉含量的测定结果、相对标准偏差(RSD)见表3。

表3 样品的分析结果

| 元素 | 测定值 ng/kg |       |       |       |       | 平均值<br>ng/kg | RSD<br>% |
|----|-----------|-------|-------|-------|-------|--------------|----------|
|    | 1         | 2     | 3     | 4     | 5     |              |          |
|    | Pb        | 0.066 | 0.072 | 0.062 | 0.064 | 0.068        | 0.066    |
| Cd | 0.011     | 0.011 | 0.012 | 0.010 | 0.011 | 0.011        | 6.4      |

**2.5 加标回收试验** 按试样测试方法对雪莲果进行加标回收试验,结果表明,加标回收率为102%~108%,相对标准偏差为3.6%~3.9%,说明方法具有较好的准确性(表4)。

表4 加标回收试验结果

| 元素 | 本底值  | 加入量 μg/L | 测量值   | 回收率 % | RSD % |
|----|------|----------|-------|-------|-------|
| Pb | 8.67 | 15.00    | 24.80 | 108   | 3.6   |
| Cd | 1.18 | 1.50     | 2.71  | 102   | 3.9   |

### 3 结语

(1) 试验结果表明雪莲果中的铅和镉含量均低于国家有关于污染物限量(规定水果中:铅含量小于0.1 mg/kg,镉含量小于0.05 mg/kg)<sup>[3]</sup>,雪莲果对铅、镉的富集不严重,食用是安全的。

(2) 采用的分析方法中,微波消解样品,消解快速,污染和损失少,酸用量少。平行试验测定铅和镉的精密度 RSD 分别为5.8%、6.4%,同时进行了加标回收试验,回收率分别为108%、102%,回收率的精密度 RSD 分别为3.6%、3.9%;铅、镉工作曲线的相关系数分别为0.999 3、0.999 5。方法较为简便、结果准确,可用于类似的植物性食品中重金属的快速测定。

### 参考文献

- [1] 朱龙璋,张学明.雪莲果栽培技术[J].农村实用技术,2006(3):31.
- [2] 邓勃.应用原子吸收与原子荧光光谱分析[M].北京:化学工业出版社,化学与应用化学出版中心,2003:200-201.
- [3] 国家卫生部.GB 2762—2005 食品中污染物限量[S].北京:中国标准出版社,2005.