

氢化物 - 电感耦合等离子体发射光谱法 测定食品中痕量铅的含量

ICP-143

摘要：本文参考 GB 2762-2017 《食品安全国家标准 食品中污染物限量》对重金属的限量要求，采用微波消解法对样品进行前处理，建立了一种测定食品中痕量铅的氢化物 - 电感耦合等离子体发射光谱法（HVG-ICP）。实验结果表明：该方法线性范围在 1-10 $\mu\text{g/L}$ ，铅的相关系数大于 0.9998，方法检出限为 0.05 mg/kg，样品加标回收率为 98.5%，该方法适合食品样品中痕量铅元素的定量分析。

关键词：食品 氢化物 - 电感耦合等离子体发射光谱法（HVG-ICP） 痕量铅

随着我国社会经济快速发展，人们的生活水平有了极大的提高，对食品及卫生安全问题也愈加重视。食品中的重金属铅在人体积蓄到一定程度后，会对人体造成很大伤害，造成神经系统、消化系统、免疫系统、生殖系统等多方面的损伤，特别是损害胎儿的神经系统，造成智力低下。因此，建立一种处理简单、快速、灵敏度高的方法来对食品中痕量铅元素的含量进行测定显得尤为必要。

本文参考 GB 2762-2017 《食品安全国家标准 食品中污染物限量》对重金属的限量要求，采用微波消解法对样品进行前处理，使用岛津氢化物 - 电感耦合等离子体发射光谱法测定了食品中痕量铅元素的含量。该方法操作简单，定量准确，可以满足国标对食品中铅元素限量值的测定要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪，岛津 HVG-100 氢化物发生器

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 、铁氰化钾、硼氢化钾和氢氧化钠为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 氢化物发生器原理

氢化物发生器是一种气体发生装置，在酸性氛围中，铁氰化钾首先将样品中的二价 Pb 离子氧化成四价，四价的 Pb 离子能与 KBH_4 反应生成铅的挥发性氢化物（ PbH_4 ）。与 ICP 联用时，铅的气态氢化物被氩气载气带入到雾室中，进行 ICP-OES 分析。氢化物发生器有以下几个优点：

- (1) 干扰少。样品中目标元素变成气体进入 ICP 中，基质干扰留在反应液中。
- (2) 高度自动化，操作简单，稳定性好。
- (3) 比 ICP 单主机灵敏度更高，检出限更低（ICP 单主机仪器检出限为 $2\mu\text{g/L}$ ，HVG-ICP 检出限为 $0.2\mu\text{g/L}$ ）。

氢化物反应机理：



1.4 样品前处理

称取 0.2 g 饼干样品于微波消解罐中，加入 4 mL HNO_3 ，置于微波消解仪中消解，升温程序见表 1。冷却后取出消解罐，在电热板上于 140°C 赶酸至 1 mL 左右。待消解罐放冷后，转移至 50 mL 容量瓶中，用 0.5% HNO_3 溶液定容至刻线，摇匀，待测。同法制备样品空白溶液和样品加标溶液。

表 1 微波消解程序

	步骤	控制温度 (°C)	升温时间 (min)
消解程序	1	150	5
	2	220	20
	3	220	20

HVG 装置所用还原剂: 称取 1.5g 硼氢化钾、1.0g 氢氧化钠和 1.0 铁氰化钾, 用超纯水定容至 100 mL。载流: 超纯水

1.5 仪器参数

高频功率: 1.20 kW

等离子体气流速: 10.0 L/min

辅助气流速: 0.6 L/min

载气流速: 0.7 L/min

炬管类型: 微型炬管

雾化器类型: 同心

雾化室: 旋流

高频频率: 27.12 MHz

观测方向: 轴向

结果讨论

2.1 标准曲线溶液配制

用 1.1% HNO₃ 配制 Pb 的标准溶液, 标准溶液浓度见表 2。

表 2 Pb 标准溶液浓度 (µg/L)

元素	波长 /nm	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Pb	220.353	0.0	1.0	2.0	5.0	10.0

2.2 铅元素标准曲线如下

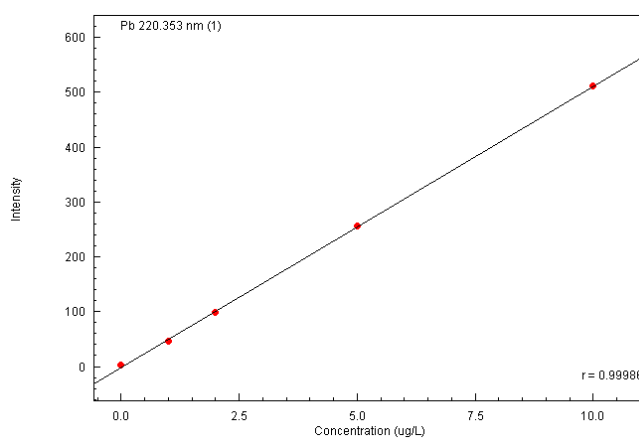


图 1 Pb 元素的标准曲线 $r=0.99986$

2.3 Pb 元素谱峰轮廓图

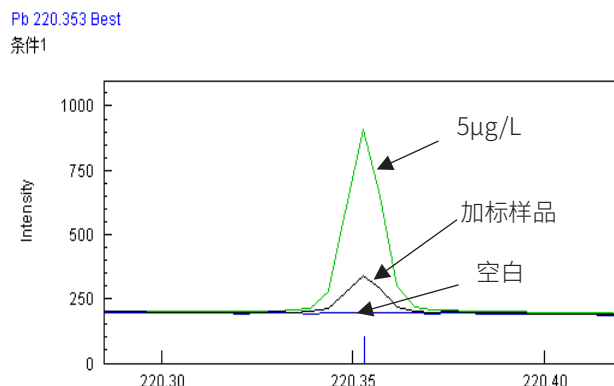


图 2 Pb 元素谱峰轮廓图

2.4 样品分析结果及加标回收率

按照实验方法，对空白溶液重复测定 10 次，取 3 倍强度的标准偏差除以曲线斜率求得铅元素在溶液中的检出限。为考察方法的准确性，对样品进行加标回收，实验结果见表 3。

表 3 样品分析结果及加标回收率

元素	分析结果 ($\mu\text{g/L}$)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标后测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(n=3) (%)	加标回收率 (%)	检出限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 (mg/kg)
Pb	ND	2.0	1.97	2.75	98.5	0.2	0.05

备注：ND 未检出；

2.5 方法精密度实验

为了验证本方法的重复性，取 6 份同样的样品，分别向样品中加入铅元素的标准溶液（最终溶液铅元素加标量为 $2\mu\text{g/L}$ ），求出 6 份样品加标测定结果的 RSD 值，确定方法的精密度，其结果见表 4。

表 4 样品加标样测定结果和精密度

元素	加标样测定结果 ($\mu\text{g/L}$)						RSD (%)
	1# 样品	2# 样品	3# 样品	4# 样品	5# 样品	6# 样品	
Pb	2.04	2.08	2.03	1.94	2.04	2.03	2.33

结论

本文参考 GB 2762-2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》，建立了一种测定食品中痕量铅的氢化物-电感耦合等离子体发射光谱法。实验结果表明：该方法线性范围在 $1-10\mu\text{g/L}$ 时，铅的相关系数大于 0.9998，方法检出限为 0.05 mg/kg ，样品加标回收率为 98.5%， $2\mu\text{g/L}$ 的加标样品 6 次测定 RSD 值 $< 3.0\%$ 。该方法适合食品样品中痕量铅元素的定量分析。