

Chelex-100螯合树脂分离ICP-AES测定高盐食品中微量铅镉

ICP-011

摘要：酱油经湿法消解成澄清溶液，通过Chelex-100螯合树脂分离后，直接用电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)测定其中有害元素铅和镉含量。本文对离子交换分离条件进行了研究，选择了Pb²⁺和Cd²⁺与大量钠的分离条件，即在pH值5~6时，Chelex-100选择性地吸附Pb²⁺和Cd²⁺，而Na⁺不被吸附。通过优化仪器的工作条件下，不使用基体匹配，得到0.031%的RSD值(n=6)，回收率在94.0~106%范围内。定量下限可达到20 µg/L。方法能很好满足食品质量检验要求，适合质检行业的应用。

关键词：ICP-AES 酱油 铅 镉 树脂分离

铅和镉是公认的致癌重金属元素，人们越来越关注食品中铅和镉的含量。对于诸如酱油、咸菜、等高盐食品中铅和镉的检测是近来分析工作者感兴趣的课题。国家食品卫生标准严格规定：酱油中铅的含量≤1.0 mg/kg。目前普遍使用的检测方法是石墨炉原子吸收测定法。通过加基体改进剂降低高盐背景。但是方法稳定性差，数据不理想。ICP-AES在此领域的应用还没有见报道。本文采用Chelex/100树脂成功地将铅和镉进行分离并富集，然后ICP-AES检测，避免了高盐对ICP的影响，同时降低了检出限，为高盐样品中铅和镉的检测提供了很好的方法。

实验部分

1.1 仪器及工作条件

装置：ICPE-9000

高频频率：27.12 MHz

高频输出功率：1.2 kW

冷却气：Ar, 10 L/min

等离子气：Ar, 0.6 L/min

载气：Ar, 0.7 L/min

样品吸入量：1.0 mL/min

观测方向：轴向

进样：同心雾化器

1.2 材料及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品；实验用水为超纯去离子水(18.25 MΩ)。实验所用酸均为BTV-Ⅲ级试剂；标准溶液来自国家标准物质中心；Chelex-100树脂来自BIO-RAD(美)公司，100~200目。

1.3 样品前处理

称取酱油样品20 g于250 mL烧杯中，于电炉盘上低温加热至近干，加入40 mL混酸(硝酸+高氯酸=9:1)静置过夜，确认溶液为浅色透明则消解完全。继续赶酸(控制盐不能析出)，加入10 mL水，用氢氧化钠调节pH值5~6，通过分离柱Pb²⁺和Cd²⁺吸附在树脂上，大部分基体氯化钠流出；用纯水10 mL淋洗残余在树脂缝隙间的氯化钠，最后用10 mL 1.6 N硝酸洗脱、收集，定容10 mL，待测。

1.4 工作曲线的配制

由于基体已分离掉，不用基体匹配配制如下标准系列，酸度为10%浓硝酸(如表1所示)。

表1 工作曲线(µg/mL)

元素	标准 1	标准 2	标准 3	标准 4
Pb	0	0.1	0.5	1.0
Cd	0	0.1	0.5	1.0

结果与讨论

2.1 基体分离条件的选择

参照F.W.E.Strelow方法测定溶液中Pb²⁺和Cd²⁺在Chelex螯合树脂上的分配系数：在8个100 mL烧杯中各加入Chelex-100干树脂0.50 g，47 mL高纯水，1.0 mg Pb²⁺，Cd²⁺和Na⁺，分别调节pH值到1，2，3，4，5，6，7，8，定容至50 mL。磁力搅拌2 min，以后每放置1 h搅拌2 min，共3次。静置过夜后过滤，测定溶液中的Pb²⁺和Cd²⁺。按Strelow方法计算Pb²⁺和Cd²⁺在不同酸度时的分配系数K_d。

在pH ≥ 5时，Pb²⁺和Cd²⁺的K_d值>104，即强吸附于

Chelex-100树脂。此时，氯化钠的K_d值是<10，不吸附于树脂，因此选择了pH在5~6时，确保Pb²⁺和Cd²⁺与基体的分离。

2.2 分析线的选择

由于进行了基体分离，不存在基体干扰，因此选择灵敏度高的谱线作为分析线。

表2 分析线

元素	波长(nm)
Pb	220.353
Cd	226.502

2.3 回收试验及精密度试验

在6个平行样品中加入等量待测元素标准溶液，按实验方法及测定条件测定，计算回收率。平均回收率在94.0%~106%，如表3。平行称取6个试样，按实验方法及测定条件进行检测，并计算6次检测结果的相对标准偏差，RSD<1%，如表3。

表3 分析结果的精密度和回收率(n=6)

Sample	Element	Determined (μg)	RSD (%)	Added (μg)	Total determined (μg)	Recovered (μg)	Recovery (%)
Baitang sauce 20100820	Pb	9	0.031	10	18.45	9.45	94.5
		8.8		10	18.5	9.7	97.0
		9.1		10	19.3	10.2	102
		8.5		10	18.6	10.1	101
		8.8		10	19.3	10.5	105
		9.3		10	18.8	9.5	95
	Cd	ND	ND-	5	4.70	4.70	94.0
		ND		5	5.03	5.03	106
		ND		5	4.88	4.88	97.6
		ND		5	4.96	4.96	99.2
		ND		5	5.01	5.01	100.2
		ND		5	5.0	5.0	100

2.4 检出限

检出限与仪器的性能、样品的基体、元素的灵敏度等都有密切关系。对空白标准溶液中的分析元素进行10次测定，计算出标准偏差(SD)，按 $DL=3 \times SD$ 公式计算，结果在检测溶液中铅检出限为10 $\mu\text{g/L}$ ，镉为1 $\mu\text{g/L}$ 。由于树脂的分离富集作用，方法检出限铅可达5 $\mu\text{g/L}$ ，镉可达0.5 $\mu\text{g/L}$ 。

结论

高盐样品经过Chelex-100螯合树脂，可以使样品中微量 Pb^{2+} 、 Cd^{2+} 与氯化钠基体选择性地分离并富集，简化了ICP-AES分析方法，并且得到了较低的检出限，各添加回收率在94.0%-106%之间，可以满足食品质量检验的要求。

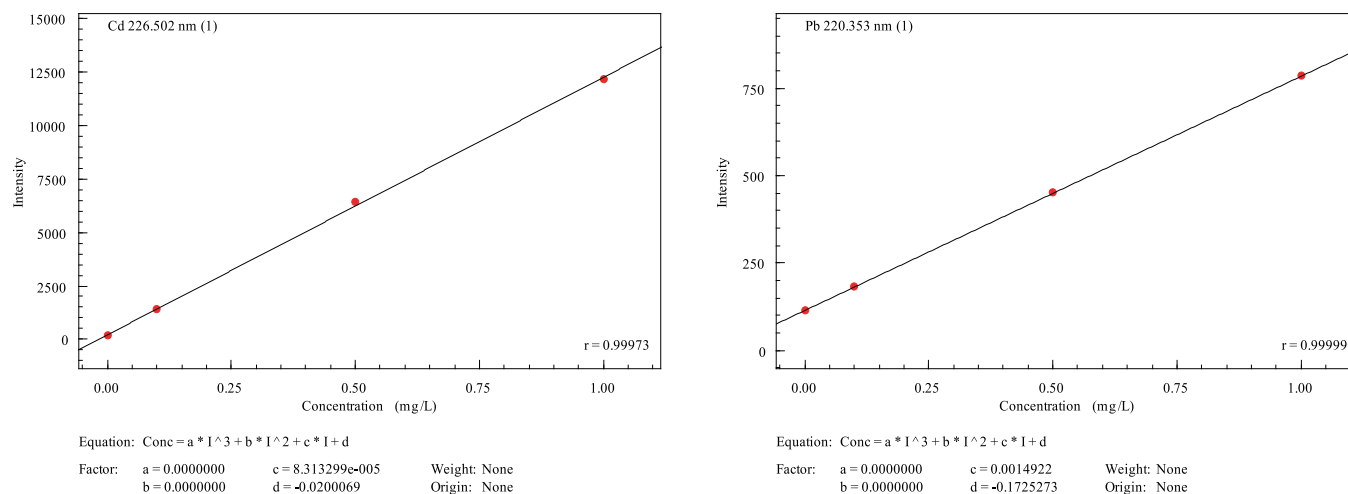


图1 工作曲线

Cd 226.502

SB:57.41 Cond 1

Pb 220.353

SB:5.85 Cond 1

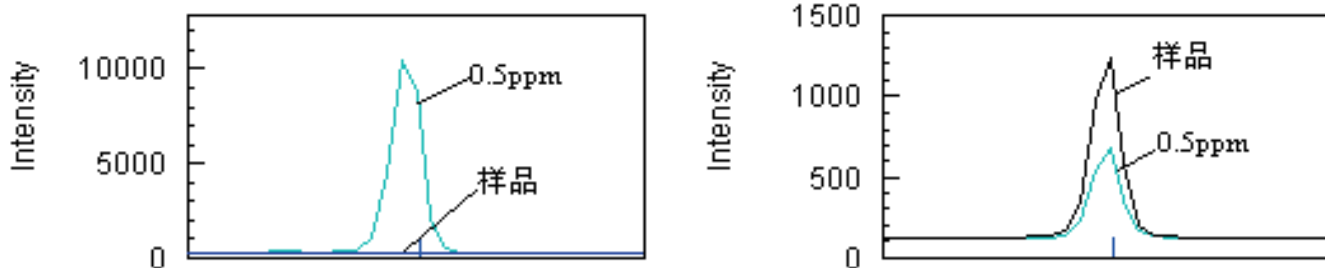


图2 谱线轮廓图