

石墨炉原子吸收法直接测定牛奶中硒

李付江¹, 刘 萍², 刘 岩³

(1. 鹤壁市技术监督测试中心, 河南 鹤壁 458000; 2. 鹤壁市环境保护监测站, 河南 鹤壁 458000;
3. 鹤壁市卫生防疫站, 河南 鹤壁 458000)

摘 要:用石墨炉原子吸收法测定牛奶中的硒,以钼和镁为基体改进剂,加入 Triton X - 100 改善样液的表面张力,使硒的灰化温度提高到 1 400 ,从而提高了测定的可靠性。对多个牛奶样品测定,相对标准差 < 10%,加标回收率在 94% ~ 104% 之间,精密度和准确度均较好,测定方法简便、快捷。

关键词:原子吸收法;石墨炉;硒;牛奶

中图分类号: O657.31 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2005)03-0034-02

硒是人体必需元素,但过量又有害^[1]。对微量硒的测定,目前常用的方法有气相色谱法^[1]、荧光法、氢化物原子吸收法、石墨炉原子吸收法^[2]。石墨炉原子吸收法通过加入不同的基体改进剂,可大幅度提高硒的灰化温度,消除基体干扰,从而实现不经消化直接对牛奶样品中的硒进行测定。基体改进剂通常有镍、铜,今采用钼和镁改进基体,以 Triton X - 100 (0.1%) 改善样液的表面张力,使硒的灰化温度提高到 1 400 ,可采用标准曲线法直接测定牛奶中的硒,取得了较好的结果^[2]。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

日立 180 - 70 型原子吸收分光光度计, GA - 3 型石墨炉; 硒空心阴极灯; 热解石墨管。

100 mg/L 硒标准储备液; 硒标准使用液临用时以 0.35 mol/L HNO₃ 溶液稀释而成; 1 g/L 钼溶液; 1 g/L 镁溶液; 硝酸, 优级纯。

1.2 仪器工作条件

波长 196 nm; 灯电流 15 mA; 狭缝 1.3 nm; 载气 200 mL/min, 原子化阶段停气; 进样量 10 μL。石墨炉升温程序见表 1。

表 1 石墨炉升温程序

程序	温度 /	时间 t/s
干燥	70 ~ 100	30
	100 ~ 120	20
灰化	400	20
	1 200	20
原子化	2 500	7
清洗	2 800	3

1.3 试验方法

1.3.1 校准曲线绘制

在 5 个 25 mL 比色管中, 分别加入硒标准溶液 0.0 ng, 25.0 ng, 50.0 ng, 100 ng, 200 ng, 加入钼溶液和镁溶液各 2.0 mL, Triton X - 100 (0.1%) 2.5 mL, 用重蒸蒸馏水稀释至刻度, 上机测试。

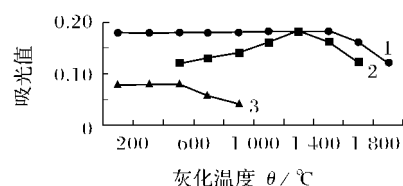
1.3.2 样品测定

取牛奶 5 mL 于 25 mL 比色管中, 加入基体改进剂, 以下步骤同校准曲线绘制。

2 结果与讨论

2.1 基体改进剂对硒灰化温度的影响

选用钼和镁作为基体改进剂, 对硒的灰化温度试验见图 1。



1——2.5 μg/L 硒 + 80 μg/L 钼 + 80 μg/L 镁;
2——2.5 μg/L 硒 + 80 μg/L 钼;
3——2.5 μg/L 硒。

图 1 灰化温度曲线

收稿日期: 2004-05-09; 修订日期: 2005-04-06

作者简介: 李付江 (1965—), 男, 河南方城人, 工程师, 学士, 从事技术监督测试工作。

由图 1 中曲线 2 可见,加钡可明显提高硒的灰化温度,但其原子吸收曲线呈抛物线趋势;当同时加入钡和镁,灰化温度曲线在 400 ~ 1 400 保持相对稳定,从而提高了测定的可靠性。通过试验,选择钡和镁的质量浓度均为 80 $\mu\text{g/L}$,灰化温度 1 200 。

2.2 原子化温度的确定和共存元素的影响

加钡和镁基体改进剂后,在原子化温度 2 400 ~ 2 700 之间硒的原子吸光值基本恒定。今选择原子化温度 2 500,积分时间 7 s,在此条件下,牛奶中 10 种常见元素均不干扰测定。

2.3 精密度与加标回收率

测定了多个品牌纯鲜牛奶中的硒 ($n = 8$),并作加标回收试验,相对标准差 $< 10\%$,加标回收率在 94% ~ 104% 之间,精密度和准确度均较好。测定结果见表 2。

表 2 样品测定精密度与加标回收率

样品号	测定均值 / $(\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$	相对标准差 /%	加标量 m/ng	回收量 m/ng	回收率 /%
1	7.2	5.2	50	48.2	96.4
2	4.8	8.3	50	47.3	94.6
3	6.4	6.5	40	39.4	98.5
4	12.3	4.7	40	40.2	100
5	7.8	4.1	30	30.3	101
6	5.6	4.1	30	28.8	96.0
7	6.7	8.9	20	20.2	101
8	5.8	5.3	20	20.7	104

[参考文献]

- [1] 谭力红,祝凤荣. 火焰原子吸收法间接测定水中硒 [J]. 华南师范大学学报, 2000, (1): 77 - 84.
- [2] 田笠卿,黄振钟,王晓蓉,等. 等温平台无火焰塞曼原子吸收直接测定血清中硒的研究 [J]. 环境化学, 1989, 8 (4): 41 - 45.

本栏目责任编辑 姚朝英

(上接第 31 页)

30 min,静置分层。吸取上清液 5 mL 于 5 mL 离心管中,用氮吹仪吹至 3 mL 左右,过 Fibrish 小柱,滤液再用氮吹仪吹至近干,用石油醚定容至 0.5 mL 测定,同时称 1 份空白样,加入一定量的标准物质,进行加标回收率测试。

2 结果与讨论

2.1 色谱图

在选定的色谱条件下,这 3 种菊酯农药均得到很好的分离,其色谱峰见图 1。其中氰戊菊酯标准溶液在该试验条件下,始终出现两个峰,是此化合物的同分异构体,定量时应该把这两个峰同时纳入计算。

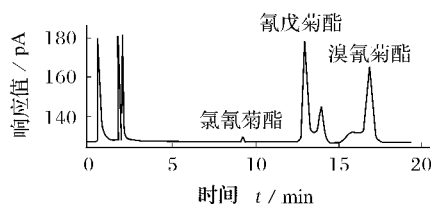


图 1 3 种菊酯农药的色谱峰

2.2 检测限

检测限以色谱仪的 2 倍噪声换算而得。氰氟菊酯 0.013 mg/kg,氰戊菊酯 0.010 mg/kg,溴氟菊酯 0.035 mg/kg,均能满足蔬菜食用安全性的鉴别要求。

2.3 精密度和加标回收率

在已称重的空白粉末蔬菜样品中,加入一定量的 3 种菊酯标准物质,使空白样品中各农药的质量比达 0.4 mg/kg,与蔬菜样品作相同处理,进行 6 次平行测定。结果表明,相对标准差均 $< 7\%$,加标回收率在 75% ~ 87% 之间,平行测定精密度和加标回收率均较好。用该法对江苏省技术监督局的考核样测定,结果全部合格,证明该法准确、可靠。

[参考文献]

- [1] 中国预防医学科学院标准处. 食品卫生国家标准汇编 (3) [M]. 北京:中国标准出版社, 2000.
- [2] 农业部农药检定所. 农药残留量实用检测方法手册 (第 1 卷) [M]. 北京:中国农业出版社, 1995.
- [3] 全国农药残留试验研究协作组. 农药残留量实用检测方法手册 (第 2 卷) [M]. 北京:化学工业出版社, 2001.