

# 石墨炉原子吸收法直接测定奶粉中的金属元素——铅

## 引言

奶粉中含有丰富的蛋白质、脂肪、无机盐等，样品分析一般须要前处理，常用的前处理方法主要是湿法消化和微波消化。如直接用石墨炉原子吸收光谱法分析又受到积碳等干扰的影响。

本方法采用水或酸将奶粉稀释，PE AA600/800 原子吸收光谱仪直接测定，钼和硝酸镁作为基体改进剂，同时在石墨炉干燥和灰化阶段，加入一步辅助气技术，消除积碳干扰，标准加入法直接测定奶粉中的铅等金属元素。

实验结果表明：该方法无论在灵敏度、分析速度、准确度和操作等方面，都可以获得非常满意的结果。

使用 PerkinElmer AAnalyst600/800 原子吸收光谱仪，配以 AS800 自动进样器和 PerkinElmer 专用石墨管，WinLab32 for AA 软件，通辅助气程序，消除有机物的干扰等。铅为空心阴极灯。



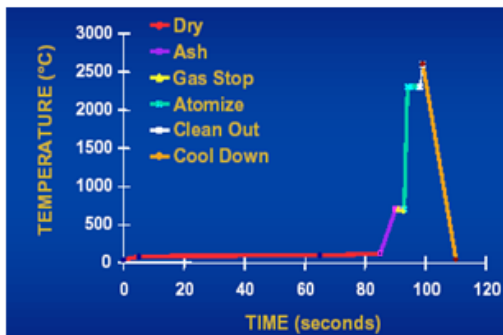
作者

PerkinElmer, Inc.

## 原理

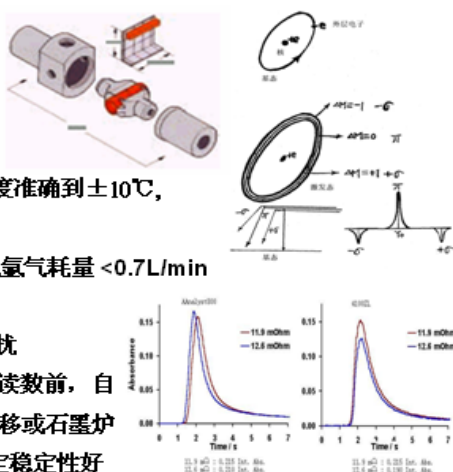
样品经预稀释自动进样器进样后，在石墨管中通过干燥、碳化、灰化、原子化等步骤，使样品蒸发离解形成原子蒸气，对来自光源的特征电磁辐射产生吸收，通过测得的样品吸光度与标准吸光度比较，得到样品中被测元素的含量。

优点：无需消化，可以直接分析奶粉中的重金属元素等。检出限低ppb级。



## 特点

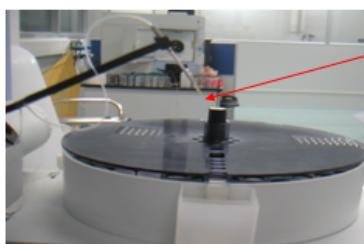
1. THGA(横向加热)石墨炉
2. 专利的纵向交流zeeman效应背景校正
3. 新型内置直流ASCOM石墨炉电源
4. 气动式锁紧石墨管, 石墨管损坏自动报警
5. 专利的TTC(真实温度控制)技术, 石墨炉温度准确到 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ , 重现性好
6. 管内外气流分开, 原子化阶段内管自动停气, 氩气耗量  $< 0.7\text{L/min}$
7. 自动节气停水技术
8. 独特的通辅助气技术, 消除有机物等的干扰
9. 专利的BOC(自动基线调零)技术, 每次测定读数前, 自动进行零点漂移校正, 克服由于灯、电路漂移或石墨炉两边石英窗变脏引起的零点变化, 长时间测定稳定性好



## 准备

石墨炉分析

- a) 特征质量
- b) 灵敏度检查
- c) 基体改进剂配制
- d) 进样针调节
- e) 仪器推荐条件
- f) STPF



约 $45^{\circ}$ , 斜口朝外,  
长约0.8cm



斜口尽量与石墨管内口相切

进样针在直径方向上约进入(6~7)/10



## 样品制备

称取 0.5000g 奶粉样品用去离子水或酸稀释，定容至 25mL，超声振荡，混匀待测。

## 分析条件和结果

### 1、奶粉中铅的分析条件和结果

#### 1.1、铅分析条件

WinLab32 AA Furnace - 推荐条件

元素: Pb (Lead)

设置数据

- 波长 (nm): 283.3
- 小狭缝 (nm): 0.7
- 再吸收 (abs): 1.50
- 温度 (°C): 高温分解: 850 原子化: 1600
- 原子化位置: Pyro/Platform
- 化学改进剂: 0.050 mg NH4H2PO4 + 0.003 mg MgND3I2

性能检查

- 特征质量: 典型的 ... 30 pg/0.0044 A·s
- 灵敏度检查: 50 µg/L for 0.15 A·s

% Modifier = ( ? mg )(100) / (5 µL)

For the analysis of As with Pd:

% Modifier = (0.005 mg)(100)/(5 µL) = 0.1% Pd

推荐条件

- 稀释剂: 0.2% 硝酸
- 由于这一元素重大的污染问题可能发生
- 无电极放电管灯用来获得这些数据
- 使用217.0 nm线, 在大约0.5 A之上, 添加溶剂可能发生
- 推荐原子化时间: 3秒
- 用 50 µg 的砷标准液 (30.005 µg P4 + 0.003 µg Mg (ND3)2A 的砷试剂) 允许1000 °C 的热解温度, 用这一砷试剂, 砷的1000 °C 的氧化量是必需的。
- 在上述的条件之下, 可能会导致特征质量有 +/- 20% 的变化。
- 当使用带堵头的管子时, 特征质量是 21 pg/0.0044 A·s。

方法编辑器: Pb

石墨炉程序

步骤 #	温度 (°C)	提升时间	保持时间	内气流	气体类型
1	110	5	30	250	标准
2	130	15	30	250	标准
3	450	15	15	250	标准
4	1000	10	20	250	标准
5	1800	0	5	0	标准
6	2450	1	3	250	标准
7					
8					

石墨炉程序

- 自动进样器
- 顺序

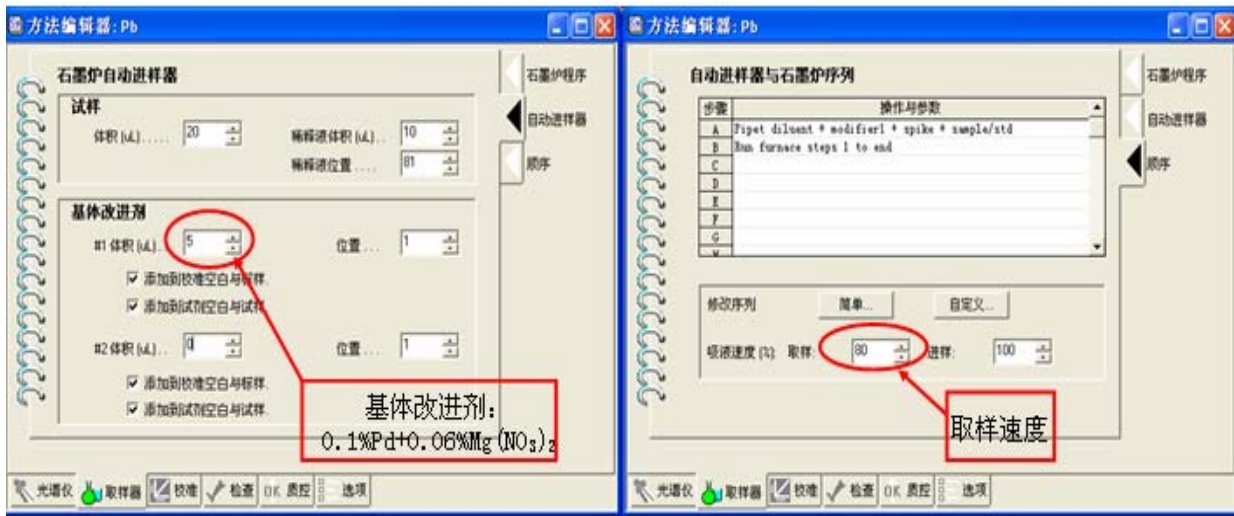
通辅助气

读数步骤: 5

进样温度 (°C): 20

额外的石墨炉清洗:  否  是

光谱仪 取样器 校准 检查 OK 质控 选项

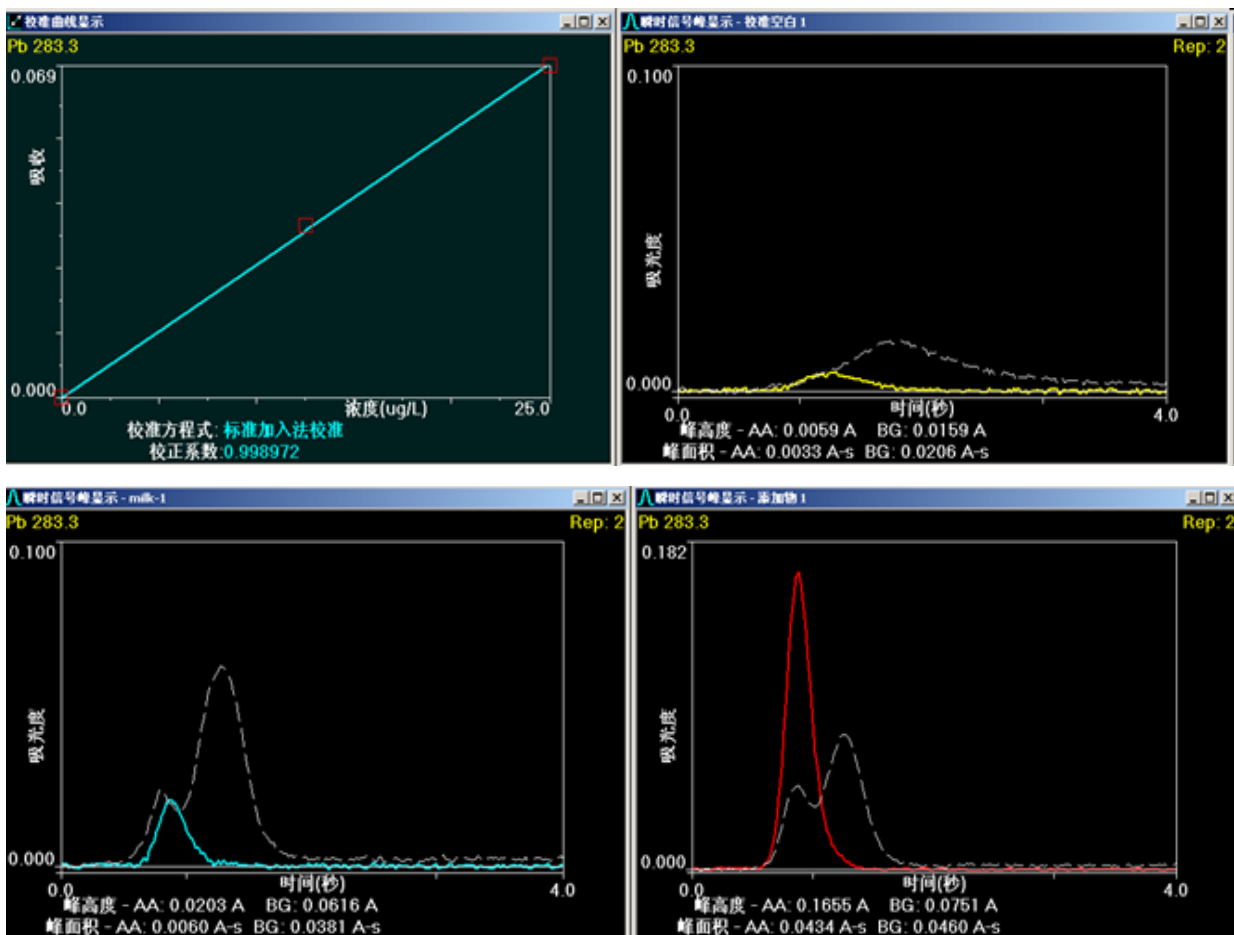


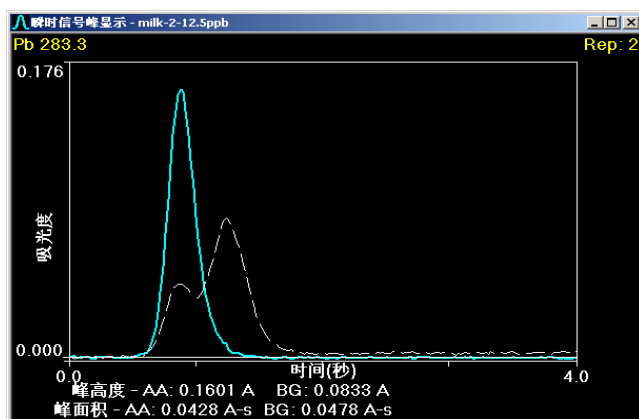
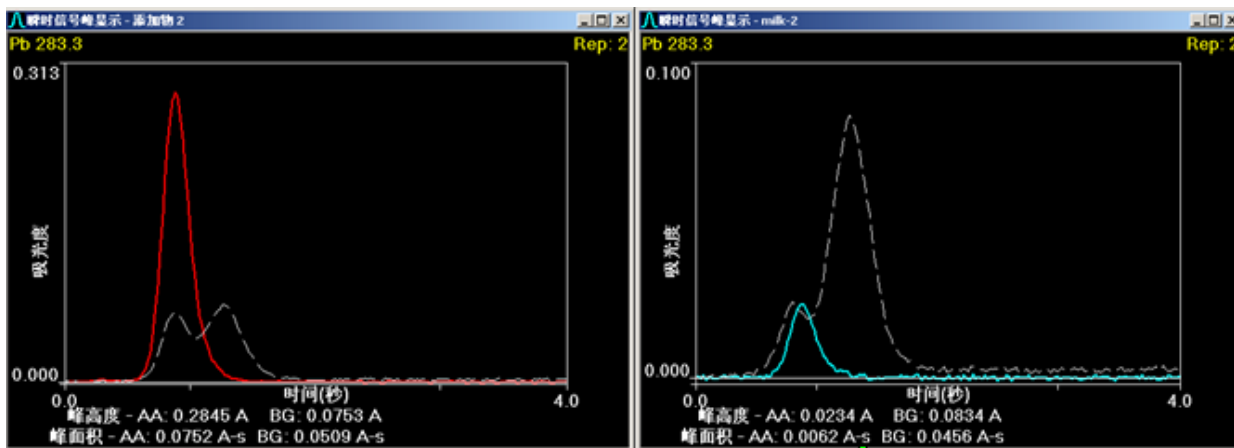


## 1.2 铅结果

### 1.2.1 奶粉铅图谱和结果

#### 1.2.1.1 奶粉铅图谱





### 1.2.1.2 奶粉铅结果

结果										
重复测定数据: 校准空白 1										
重复测定 #	试样浓度 ug/L	标样浓度 ug/L	空白校正 信号	峰 面积	峰 高度	背景 面积	背景 高度	时间	峰 存储	
1	[0.00]	0.0033	0.0033	0.0033	0.0063	0.0222	0.0182	13:04:36	No	
2	[0.00]	0.0033	0.0033	0.0033	0.0059	0.0206	0.0159	13:07:31	No	
均值:	[0.00]	0.0033								
SD:	0.00	0.0000								
%RSD:	0.00	0.83								
已执行自动校零。										
序列号: 2					自动取样器位置: 11					
试样名称: milk-1					数据收集日期: 2006-7-23 13:09:27					
分析物:					数据类型: 再处理 2006-7-24 21:50:50					
试样初始重量:					试样初始体积:					
稀释:					制备试样体积:					
重复测定数据: milk-1										
重复测定 #	试样浓度 ug/L	标样浓度 ug/L	空白校正 信号	峰 面积	峰 高度	背景 面积	背景 高度	时间	峰 存储	
1		0.0028	0.0028	0.0061	0.0219	0.0423	0.0700	13:10:20	No	
2		0.0027	0.0060	0.0203	0.0381	0.0616	0.0616	13:13:10	No	
均值:		0.0027								
SD:		0.0001								
%RSD:		2.55								
序列号: 3					自动取样器位置: 11					
试样名称: 添加物 1					数据收集日期: 2006-7-23 13:15:06					
分析物:					数据类型: 再处理 2006-7-24 21:50:50					
试样初始重量:					试样初始体积:					
稀释:					制备试样体积:					
重复测定数据: 添加物 1										
重复测定 #	试样浓度 ug/L	标样浓度 ug/L	空白校正 信号	峰 面积	峰 高度	背景 面积	背景 高度	时间	峰 存储	
1	[12.5]	0.0374	0.0407	0.1398	0.0459	0.0624	0.0624	13:16:28	No	
2	[12.5]	0.0401	0.0434	0.1655	0.0460	0.0751	0.0751	13:19:25	No	
均值:	[12.5]	0.0387								
SD:	0.0	0.0019								
%RSD:	0.0	4.92								
标样号: 1 适用。 [12.5]...										

