

0.5~1+1的盐酸较好，由于酸的用量与氢化物的发生关系很密切，故通过试验选用加入酸的量为0.5~2.0 ml之间。

3.6. 共存离子的干扰，Fe、Ni、Sb对Pb的测定有严重的干扰，Sn属中等干扰，当加入基体改进剂之后，都无明显干扰。

3.7. 基体改进剂：选用1% H₂C₂O₄ + 10% (K₃[Fe(CN)₆])在1+1HCl酸中比较好。

3.8. 方法对照：本方法与石墨炉——原子吸收法相比较，其结果见表6。

4. 结束语

Pb在食品卫生监督检验中，被列为重点监

督检验的有害元素之一。目前测定Pb的方法很多，采用氢化物发生——原子荧光光谱法、无疑是一种灵敏度高、快速操作、有发展前途的新方法。同时采用微波炉消解样品、给快速的分析创造了良好的条件。

表6 两种方法结果对照表

样品名称	HG - AFS	G - AAS
红鱼片	0.0164	0.0150
白鱼片	0.0598	0.0539
什锦	0.0765	0.0763
鱼肉片	0.0181	0.0207
乳精粉	0.0556	0.0607

氢化物发生——火焰原子吸收法测定铋

李建强 关润玲

(北京科技大学化学分析中心，北京，100083)

1. 前言

铋是钢中有害元素之一，有必要寻找一快速准确的测定方法。测定钢铁中铋已有报导。[1.2] 本文以XQ-1型氢化物发生器发生氢化物，直接导入空气——乙炔火焰原子化，测定了钢铁中铋。结果满意，方法简便、快速。

2. 实验部分

2.1 仪器设备

GGX-2型原子吸收分光光度计(北京地质仪器厂)

台式自动平衡记录仪

XQ-1型氢化物发生器

铋空心阴极灯

2.2 试剂

铋标液：将含铋1mg/ml贮备液用5%盐酸

稀释成含铋2.0μg/ml即可。

硼氢化钾溶液：10% (含1% NaOH)，用时可稀释至2%

盐酸、硝酸、硫酸、磷酸、高氯酸。

干扰离子贮备液10mg/ml

2.3 分析条件

波长233.1nm，光谱通带：0.4nm，燃烧器高度：7，空气流量6.0l/min，乙炔(压力1atm)流量1.1l/min

2.4 试验步骤：

取2.0μg铋，加盐酸(1:1)1ml，以水稀释到10ml，吸入XQ-1型氢化物发生器中，再吸入预先用半自动量液管取好的硼氢化钾溶液，用记录仪记录吸光度。

3. 结果和讨论

3.1 酸及其浓度的影响

分别试验了盐酸、硝酸、硫酸、磷酸及高氯

酸对铋吸收的影响, 结果表明: 硝酸体系灵敏度最高, 其次为高氯酸、磷酸、硫酸; 而盐酸, 灵敏度最低; 酸度小于 3% 时吸光度呈上升趋势。当酸浓度大于 4% 时随酸度增加光吸度略有下降。而盐酸体系中在酸度为 4%~10% 时吸光度恒定。故实验中选用盐酸体系, 其浓度为 5%

3.2 还原剂浓度影响

试验硼氢化钾浓度为 0.5%~8% 时对铋吸光度的影响, 结果表明, 其浓度为 0.5~2%, 吸光度随还原剂浓度增加而增加, 大于 2% 时吸光度恒定, 大于 6% 时由于反应过于激烈使吸光度重现性变差。本文选用硼氢化钾浓度为 2%。

3.3 干扰及消除

3.3.1 铁干扰及消除

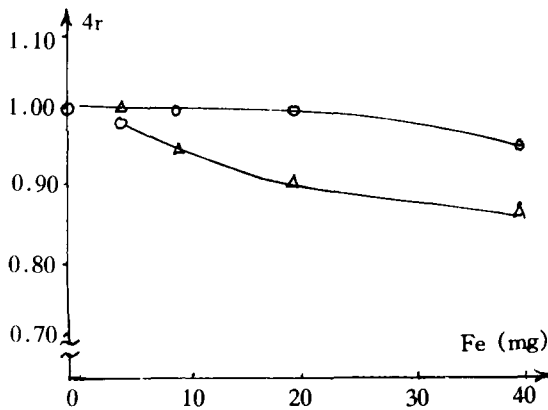


图 1 铁干扰曲线

△盐酸介质 (5%)

○硝酸介质 (5%)

铁对铋干扰较严重, 仅允许 5mg 存在 (对 2 μ g 铋), 试验了柠檬酸 (及其盐), EDTA、邻菲罗啉, 磺基水杨酸、酒石酸等有机试剂作用, 均无法有效抑制铁的干扰。

实验中发现反应液中加入硝酸后可以抑制铁的干扰。分别试验了铁贮备液为盐酸 (5%) 和硝酸 (5%) 时铁的干扰, 见图 1, 由图可见, 当铁贮备液为硝酸介质时, 20mg 铁不干扰测定, 40mg 时仅有少量干扰。(当铁为 20mg 时硝酸含量大于 1% 即可) 且铁沉淀产生较晚或不产生。故若以盐酸分解试样, 在分析液中应补加硝酸 (一般不超过 5%), 一般用硝酸分解试样, 既可以防止分析元素损失又可抑制铁干扰。

关于硝酸抑制铁干扰, 认为①加入硝酸后提

高了酸度, 并成为混酸介质, 增加了铁的溶解度。②硝酸有氧化性, 由下述电位: $E_{\text{NO}_3/\text{HNO}_2} = 0.94\text{V}$, $E_{\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}} = 0.77\text{V}$, $E_{\text{F}_2/\text{Fe}} = -0.44\text{V}$ 。可见当有硝酸存在时可以保持溶液中铁以 Fe (III) 存在, 使加入还原剂后还原成金属铁的反应不发生或滞后于氢化物发生。从而有效的抑制了铁的干扰。

3.3.2 合金元素干扰

对钢铁试样中常见合金元素进行试验表明, 小于下列量 (μ g) 干扰离子不干扰 2 μ g 铋的测定: Co 800, Ni 500, Ti 200, V 100, Cr 1000, Mn 1000, Mo 500, Zn 2000, W 40, Cu 3。大部分元素允许量为铋的 100~1000 倍, 可以满足一般分析要求。

对于铜的干扰, 试验了 EDTA、硫脲, 酒石酸, 柠檬酸及硫脲 + 酒石酸等有机试剂的抑制效果结果表明: 用 2ml 3% 的硫脲可以使铜的允许量提高到 1200 μ g, 而同时也使钴的允许量为 1000 μ g。若采用硫脲 + 酒石酸 (5%, 2ml) 联合抑制, 铜允许量可达 1600 μ g

3.3.3 形成氢化物元素干扰

下列量 (μ g) 形成氧化物元素不干扰 2 μ g 铋的测定: Ge 200, Sn 200; Pb 1000; As 500; Sb 1000; Se 2; Te 1。钢中常见形成氢化物元素不干扰铋的测定。这可能由于原子化采用火焰, 一般不存在气相干扰, 而只有液相干扰所致⁽⁴⁾

4. 灵敏度、检测限及工作曲线

实验测得该法灵敏度为 22ng/ml/1%, 检测限为 4.6ng/ml。

在 10ml 溶液中含铋 0~2 μ g 间呈线性关系, 且线性良好并工作曲线通过原点。

5. 回收分析结果

取不含铋的碳素钢 0.5g, 加 5 μ g 铋, 加入 1:1 硝酸 15ml, 加热溶解完全后, 冷却。以水稀释到 50ml, 摇匀。取 5ml 试液于试管中, 加 1:1 盐酸 1ml, 加水稀释到 10ml, 测定吸光度。(以含相近铁量溶液绘出工作曲线, 若铁小于 20mg 则可采用纯铋溶液绘制) 由工作曲线上查出铋含

量。分析结果见下表：

表1 铋回收试验结果

样 品	标准值 (%)	测得值 (%)	平均值 (%)	误差 (%)
0.5g 碳素钢 + 5 μ g 铋	0.0010	0.00100	0.00095	5
		0.00090		
		0.00095		

由以上结果可见，用此法可以测定钢铁中0.0005%以上的铋。本法设备简单，操作简便，快速。

参考文献：

1. 陈猛彪，冶金系统第三届原子吸收学术报告会论文集，编号308，1987，9，桂林

2. 宣维康，陈猛彪，冶金分析 1989，9 (2)；36

3. B. Welz, M. Melcher, Analyst 1984, 109 (5); 569

4. K. Dittrich; R. Mondry, Analyst 1986, 111 (3); 277

ICP - AES 测定蔬菜的微量元素

朱雨杰 武兴德

(北京蔬菜研究中心, 100081)

1. 前言

随着营养学和医学的不断发展，矿质元素与人体健康的关系得到了越来越深入的认识。任何一种人体必须微量元素的缺乏、过量或某些元素间的比例失调都会对人的健康造成一定影响，甚至导致严重的疾病。并且处在不同生长发育阶段的人对矿质营养的需求又有所不同，因此如何合理的配餐以保障肌体矿质营养代谢的平衡就成为十分重要的问题。蔬菜作为人们生活中的主要副食是矿质营养元素的重要来源之一，因此通过食用蔬菜来补充和调节人体矿质营养平衡无疑是一条安全而方便的途径。对各种蔬菜中的矿质营养含量，前人已进行了大量的研究，但过去的分析手段落后，数据来源混杂，因而可靠性和可比性差。本文采用先进的 ICP - AES 技术通过对地方相近的土地上栽培的四百多个品种的蔬菜中的7种人体必须矿质元素含量的测定，从中归纳出

一批有参考价值的数据，并结合营养学方面的一些文献，对各种蔬菜的营养价值进行了一些评价，此外还从四百种菜中筛选了部分高营养蔬菜，为营养配餐提供了科学依据。

2. 实验

①实验材料

取我“中心”试验田栽种的四百多个不同品种的蔬菜。

②样品前处理

从大田采集新鲜样品约 1kg，取其可食部 200g，用清水洗净，再用蒸馏水冲洗，将其置于冷冻干燥机中，冻干后称重，求得含水量，冻干的样品在 Tector CYCLOTEC1093 样品磨中粉碎备用。

③实验方法

准确称取样品粉末各 0.2g 于石英烧杯中，置于马福炉中，在 300°C 碳化 1 小时，550°C 灰