

# 火焰原子吸收法测定珠光颜料中的有毒、有害元素

李 静 褚连青 王 奕 王金钢

(中国电子科技集团公司第46研究所 天津 300192)

**摘 要** 本文采用火焰原子吸收法对珠光颜料中的有毒、有害元素 Cd、Pb 的含量进行测定,该方法简便、快速,具有良好的精密度和准确度。Pb 和 Cd 的相对标准偏差分别为:6.98% 和 4.53%,回收率分别为 101.0% 和 99.64%。

**关键词** 火焰原子吸收法 珠光颜料 有毒有害元素

## 引言

珠光颜料具有金属颜料的闪光效果,又能产生天然珍珠的柔和色泽,可广泛用于日常生活的各个领域。例如,塑料、涂料、印刷、化妆品等,因此要求其无毒、无味符合绿色环保要求。

火焰原子吸收法测试样品中的微量元素应用十分广泛<sup>[1]</sup>,本文采用火焰原子吸收法对珠光颜料中的有毒、有害元素 Cd、Pb 的含量进行测定,为用户提供准确的数据。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器和试剂

PE 3110 原子吸收光谱仪,仪器工作条件(见表1)。

表1 测试条件

元素	波长 / nm	灯电流 / $\mu\text{A}$	光谱通带 宽度 / nm	燃烧器 高度 / mm	乙炔气流 量 / (L/min)	空气流量 / (L/min)	积分时间 / s
Pb	217.0	10	0.7	10	20	40	5
Cd	228.8	4	0.7	10	20	40	5

试剂:硝酸  $\text{HNO}_3$ (电子纯);氢氟酸 HF(电子纯);高氯酸  $\text{HClO}_4$ (优级纯)。

### 1.2 样品分析步骤

称取 0.5000g 样品于 100mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10mL 适当比例  $\text{HNO}_3$  和 HF 的混酸( $\text{HNO}_3:\text{HF} = 2:1$ ),0.1mL  $\text{HClO}_4$  于调温电炉上加热,蒸发至冒白烟,并淋两遍去离子水再次蒸干。取下加入 5mL 稀  $\text{HNO}_3$  ( $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O} = 1:1$ )微热后,过滤进入 25mL 容量瓶中,用去离子水定容,随同试样做试剂空白。

### 1.3 工作曲线

将  $1\text{mg}/\text{mL}$  的 Pb、Cd 标准存储溶液逐级稀释,分别配成  $100\mu\text{g}/\text{mL}$  的 Pb、Cd 标准稀释液和  $10\mu\text{g}/\text{mL}$  的 Pb 标准稀释液。

#### 1.3.1 Pb 标准工作液的配制

分别吸取  $100\mu\text{g}/\text{mL}$  的 Pb 标准稀释液 2mL、5mL,加入到事先加 10%  $\text{HNO}_3$  的 100mL 容量瓶中,用去离子水定容配成浓度为  $2\mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $5\mu\text{g}/\text{mL}$  的 Pb 标准溶液。

再吸取  $10\mu\text{g}/\text{mL}$  的 Pb 标准稀释液 5mL,加入到事先加 10%  $\text{HNO}_3$  的 100mL 容量瓶中,用去离子水定容配成浓度为  $0.5\mu\text{g}/\text{mL}$  的 Pb 标准溶液。

1.3.2 Cd 标准工作液的配制 分别吸取  $100\mu\text{g}/\text{mL}$  Cd 标准稀释液 1mL、3mL、5mL,加入到事先加 10%  $\text{HNO}_3$  的 100mL 容量瓶中,用去离子水定容配成浓度为  $1\mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $3\mu\text{g}/\text{mL}$ 、 $5\mu\text{g}/\text{mL}$  的 Cd 标准溶液。

按表1所列的实验条件进行测量,结果显示有很好的线性关系。

## 2 结果与讨论

### 2.1 测量结果

采用该方法测量珠光粉中的 Pb、Cd 元素(见表2)。

表2 测量结果

元素	Pb	Cd
测定结果 / ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	<9	<1

### 2.2 方法的精密度实验

对同一种样品分别进行 4 次重复测定(见表3)。

表3 精密度实验结果

元素	Pb				Cd			
测定结果 / ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	0.19	0.18	0.20	0.17	0.028	0.029	0.030	0.027
相对标准偏差 / %	6.98				4.53			

### 2.3 标准加入回收实验

吸取一定量的 Pb、Cd 标液加入到样品中,按样品分析步骤进行处理(见表4)。

表4 回收率

元素	含量 / ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	加入量 / ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	测量值 / ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	回收率 / %
Pb	0.185	0.180	0.367	101.0
Cd	0.0285	0.0280	0.0561	99.64

## 2.4 干扰实验

该样品珠光粉是在云母片表面覆盖一层氧化铁薄膜,云母片的组成中硅、铝、镁、钾较多,而硅对 Pb 的测定有干扰<sup>2</sup>,为此进行干扰实验。准备两组样品,第一组吸取 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$  Pb 标液 1mL,加入到事先加 10% 硝酸的 100mL 容量瓶中,用去离子水定容。第二组吸取 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$  Pb 标液 1mL 和 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$  Si 标液 1mL,加入到事先加 10% 硝酸的 100mL 容量瓶中,用去离子水定容。对同一样品进行 4 次重复测定,测试结果(见表 5),Si 的加入使 Pb 浓度降低 14.33%。

表 5 硅对 Pb 的干扰实验

元素	Pb		Pb+Si	
测定结果/ $(\mu\text{g}/\text{mL})$	1.00	0.999	1.00	0.992
平均值/ $(\mu\text{g}/\text{mL})$	0.998		0.855	
降低/%	14.33			

### Determination of venomous and insanitary element in pearlescent pigment by flame atomic absorption spectrophotometry

Li Jing Chu Lianqing Wang Yi Wang Jingang

(Tianjin Electronic Materials Research Institute, P. O. Box 55, Tianjin 300192)

**Abstract** This paper reports the content of Cd and Pb were measured by FAAS. The method is simple, rapid and has good precision and accuracy. The relative standard deviation of Pb and Cd are 6.98% and 4.53%. The recovery rate is 101.0% and 99.64%.

**Key words** FAAS pearlescent pigment Venomous and insanitary element

(上接第 32 页)

- 王忱,谢广如,史玉荣.甘草多糖的体内抑瘤作用及机制的研究,临床肿瘤学杂志,2003,8(2):85~87
- 刘彦平,毛辉青,李萍.枸杞多糖对小鼠 T 淋巴细胞亚群和淋巴细胞转化作用的研究,青海医学院学报,2000,4:314~316
- Raynal, P. H. B. Pollard. Annexin: The problem of assessing the biological role for a gene family of multifunctional calcium and phospholipid-binding proteins [J]. Biochimica et Biophysica ACTA, 1994, 1197:63~93

## 3 实验讨论

本文采用硝酸和氢氟酸混酸溶解珠光颜料,氢氟酸与珠光颜料中的硅反应生成四氟化硅,而四氟化硅的沸点为 $-80^{\circ}\text{C}$ ,加热很容易被蒸发出去,这样就减少硅对 Pb 的测定干扰;硝酸有氧化作用,有利于珠光颜料样品溶解完全,使结果准确可靠。

## 参考文献

- 褚连青,王奕,王金钢.火焰原子吸收法测定茜素中的钾、钠、钙,光谱学与光谱分析,1999,4:625~626
- 机械电子工业部电子工业理化检测培训教材编委会,原子吸收光谱分析,半导体杂志社,1992:127~128

- Chong HZ, Zhao HA, Aruna S, et al. A mitochondrial membrane protein defined by a novel monoclonal antibody is preferentially detected in apoptosis cells [J]. J Immunol, 1996, 157(9):3980~3987
- 吕怀盛,张红梅,张波.枸杞多糖对 PG 细胞增殖及凋亡的影响,宁夏医学院学报,2002,1:10~11
- Kear JFR, Harmon BV. Apoptosis: Its significance in cancer and cancer therapy [J]. Cancer, 1994, 73(8):2013~26
- 魏熙胤,牛瑞芳,扬毅,史玉荣.流式细胞术(FCM)在人乳腺癌耐药细胞系逆转研究中的应用,现代仪器,2002,8(4):36~39

### Detecting induced apoptosis effect of the glycyrrhizia ployaccharide with flow cytometer (FCM)

Shi Yurong Wei Xiyin Yang Yi Niu Ruifang

(Tianjin Medical University Cancer Hospital Oncology center library, Tianjin 300060)

Song Fei

(Tianjin pharmacy bio-pharmacy company, Tianjin 300060)

**Abstract** Along with development of monoclonal antibodies and labeled technique, the cell apoptosis was detected with flow cytometer (FCM) has been used by many scientists. To investigate the anti-tumor effect of the Glycyrrhizia ployaccharide and its mechanism, the cell apoptosis was detected with flow cytometer by us. The result found the tumor inhibition of Glycyrrhizia ployaccharide is related with it can induce the tumor cell apoptosis.

**Key words** Flow cytometer Glycyrrhizia ployaccharide S-180 sarcoma Apoptosis