

左银虎,曹明. 浊点萃取-火焰原子吸收光谱法测定大米中的铅[J]. 江苏农业科学,2014,42(4):262-263.

# 浊点萃取-火焰原子吸收光谱法测定大米中的铅

左银虎,曹明

(常州工程职业技术学院制药系,江苏常州 213164)

**摘要:**以 Triton X-100 为表面活性剂,二乙基二硫代氨基甲酸钠(DDTC)为螯合剂,研究 pH 值、DDTC 用量、Triton X-100 用量、浊点温度和萃取时间等因素对浊点萃取-火焰原子吸收光谱法测定大米中铅的影响,建立了浊点萃取-火焰原子吸收光谱法测定大米中铅的新方法,该方法应用于大米样品中铅的测定,其回收率为 107%。

**关键词:**浊点萃取;火焰原子吸收光谱;大米;铅

**中图分类号:** O657.31 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2014)04-0262-02

大米是我国居民餐桌上的主食,我国也是世界上水稻总产量最高的国家。但是近几年随着开矿、冶金、化工等发展,带来了严重的环境问题,导致我国部分省区水稻种植区土壤及水体重金属污染,水稻中的重金属又以直接或间接方式进入动物和人体内,从而对人体健康构成严重威胁。国家标准规定,大米中铅的限量为  $0.2 \text{ mg/kg}^{[1-2]}$ ,由于含量低,测定大米中的铅通常采用石墨炉原子吸收光谱法、氢化物发生原子荧光光谱法等,火焰原子吸收法由于灵敏度低,无法直接测定,通常采用溶剂萃取后测定<sup>[3]</sup>。传统的液-液萃取法存在有机溶剂使用量大、富集倍数低、操作繁琐等缺点。浊点萃取(cloud point extraction, CPE)作为一种新型的环保液-液萃取技术,具有富集倍数高、有机溶剂用量小、操作简便等优点,目前已广泛应用于基质复杂样品的前处理<sup>[4]</sup>。本研究以二乙基二硫代氨基甲酸钠(DDTC)为螯合剂, TritonX-100 表面活性剂浊点萃取,火焰原子吸收法测定大米中铅含量。

## 1 材料与方法

### 1.1 主要仪器及试剂

仪器:TAS-990 型原子吸收分光光度计,台式离心机,水浴锅,温度计。试剂:1 mg/mL 铅储备液,准确称取称取 1 g

的铅,加入 1+1 硝酸加热溶解,转入 1 000 mL 容量瓶中用蒸馏水定容;二乙基二硫代氨基甲酸钠(DDTC)溶液(50 g/L),称取 5 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠,用水溶解并加水至 100 mL; TritonX-100 溶液(5%),量取 12.50 mL 的 TritonX-100 溶液到小烧杯中,加水溶解转移到 250 mL 的容量瓶中定容待用;1%的硝酸-甲醇溶液,移取 99 mL 的甲醇于烧杯中,再加入 1.00 mL 的硝酸,摇匀待用。

### 1.2 仪器参数

测定波长:283.3 nm;光谱宽带:0.7 nm;空心阴极灯电流:2 mA;燃烧器高度:5 mm;乙炔流量:1 500 mL/min。

### 1.3 试验设计

研究不同 pH 值(2、4、6、8、10),不同 DDTC 用量(0.1、0.3、0.5、0.7、1.0 mL),不同 TritonX-100 用量(0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL)以及水浴温度和加热时间对浊点萃取-火焰原子吸收光谱法测定大米中铅的影响。

### 1.4 测定步骤

称取粉碎的大米样品 5~10 g,置于 50 mL 瓷坩埚中,小火炭化,然后移入马福炉中,500 ℃以下灰化 16 h 后,取出坩埚,放冷后加 2 mL 1+1 盐酸溶解残渣并定量转移至 10 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀备用。

吸取一定量的上述样品溶液于 10.0 mL 的刻度离心管中,加入 DDTC 溶液、调节溶液的 pH 值,加入 TritonX-100 溶液,用蒸馏水定容至刻度,摇匀后置于恒温水浴中加热后趁热离心分离(3 000 r/min, 5 min),将离心管置冰水浴中冷却 5 min。弃去水相,在胶束相中加入 0.5 mL 0.1 mol/L 的硝

收稿日期:2013-08-20

作者简介:左银虎(1962—),男,河北石家庄人,高级实验师,主要从事食品、化工、药物分析。Tel:(0519)86332095;email:zuoyinhu@126.com。

[5]刘辉,汪霞,何艺梅,等. 水果、蔬菜中 11 种有机磷农药残留的快速测定[J]. 中国卫生检验杂志,2009(10):2314-2316.

[6]孙大利,胡琼波,杨峰,等. 分散固相萃取-气相色谱法测定水果中 9 种农药残留[J]. 华南农业大学学报,2011,32(2):44-47.

[7]张霞,曹艳平,季萍. 水中毒死蜱和甲基毒死蜱的 GC-ECD 测定方法[J]. 中国卫生检验杂志,2010(7):1656-1657,1659.

[8]范志先,朱杰丽,许允成,等. 甲基毒死蜱在甘蓝及土壤上的残留动态研究[J]. 农业环境科学学报,2003,22(2):235-237.

[9]侯志广,王秀梅,范志先,等. 甲基毒死蜱在甘蓝及土壤上的残留动态研究[J]. 吉林农业大学学报,2005,27(6):654-657.

[10]张敬平,刘文卫,周闰,等. 气相色谱法同时检测生活饮用水

中的 27 种有机磷农药残留[J]. 中国卫生检验杂志,2010(3):527-528.

[11]高巍,卢剑,武中平,等. 气相色谱双柱法测定果汁中多种有机磷类农药残留量[J]. 食品科学,2010,31(4):190-193.

[12]朱杰丽,范志先,沈翠丽,等. 气质联用法测定甲基毒死蜱的水解速率[J]. 青岛科技大学学报:自然科学版,2008,29(3):210-212.

[13]陈红平,刘新,汪庆华,等. 气相色谱-串联质谱法测定茶叶中 88 种农药残留量[J]. 色谱,2011,29(5):409-416.

[14]SN/T 2324—2009 进出口食品中抑草磷、毒死蜱、甲基毒死蜱等 33 种有机磷农药残留量的检测方法[S].

[15]张征,武中平. 番茄、辣椒、茄子中甲基毒死蜱残留量测定[J]. 食品科学,2011,32(22):257-259.

酸-甲醇溶液稀释,用火焰原子吸收分光光度计测定铅的含量。

## 2 结果与分析

### 2.1 pH 值

采用浊点萃取金属离子时,需要选择合适的络合剂与金属离子形成疏水性的络合物,然后被表面活性剂萃取。溶液的 pH 值可以影响金属离子和络合物的稳定性,从而影响萃取的效率。从图 1 可见,pH 值在 7.0 时, $\text{Pb}^{2+}$  的萃取效果最好,说明浊点萃取-火焰原子吸收光谱法测定大米中铅时,萃取的最佳 pH 值为 7.0。

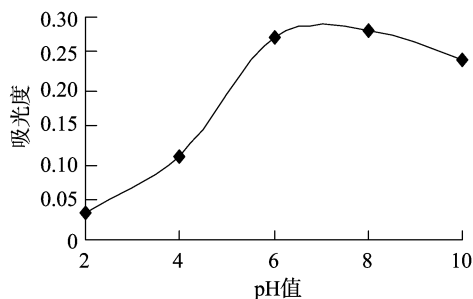


图1 pH值对铅吸光度的影响

### 2.2 DDTC 用量

DDTC 用量决定了其与溶液中铅络合的程度,图 2 显示了 DDTC 用量对铅吸光度的影响。

从图 2 可见,当用量小于 0.5 mL 时,吸光度明显偏低,当用量  $\geq 0.5$  mL 时,吸光度不随 DDTC 用量增加而增大。考虑到样品中含有的其他共存离子会与 DDTC 形成络合物而消耗 DDTC,故选择 DDTC 用量为 1 mL。

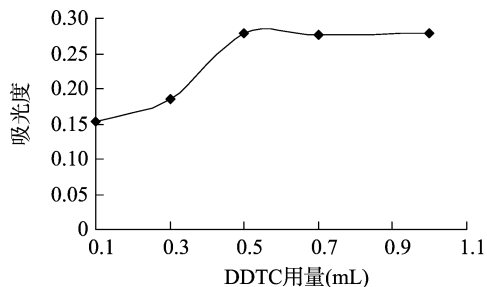


图2 DDTC用量对铅吸光度的影响

### 2.3 TritonX-100 用量

非离子表面活性剂 TritonX-100 的用量不仅决定了萃取分离的效果,而且也决定富胶束相体积的大小,因此考察不同 TritonX-100 的用量对铅吸光度的影响。结果(图 3)显示,在 10 mL 的离心管中加入 5% TritonX-100 溶液 0.6 mL 时,萃取效率达到最大,再增加用量,吸光度不再增大。

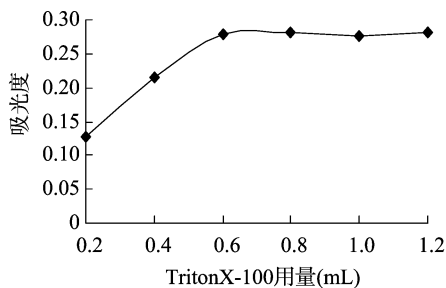


图3 TritonX-100用量对铅吸光度的影响

### 2.4 水浴温度和加热时间

TritonX-100 的浊点温度为 65 °C<sup>[5]</sup>。试验发现,当水浴温度高于 65 °C 时溶液开始出现浑浊,并随着溶液温度的升高浑浊加剧,离心后的吸光度信号增大,到 75 °C 时信号达到最大,再增加温度至水沸腾,吸光度基本保持不变。水浴温度越高,需要的萃取时间越短,综合考虑,水浴温度选择 85 °C,加热平衡时间为 20 min。

### 2.5 共存离子的干扰

大米中大量存在的  $\text{K}^+$ 、 $\text{Na}^+$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  对铅的测定基本没有干扰,这些金属离子在浊点萃取过程中被分离到了水相。对能与 DDTC 络合的  $\text{Cd}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ ,试验结果表明,当这些干扰离子浓度为 Pb 的 100 倍时对测定没有干扰,实际上大米样品中这些干扰离子含量不会超过干扰允许量。

### 2.6 样品测定及加标回收率

以所建立的浊点萃取-火焰原子吸收光谱法测定了实际样品中 Pb 的含量,并进行加标回收率试验,结果(表 1)表明,加标回收率为 107%,标样 GBW-08502 的测定结果与参考值一致,符合测定要求。

## 3 结论

以 DDTC 为络合剂,Triton X-100 浊点萃取法分离富集

表 1 大米样品分析及加标回收率

样品	测定值 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	测定总量 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD (%)	参考值 (mg/kg)
大米	0.084	0.10	0.191	107	5.2	
标样 GBW-08502	0.80					0.75 ± 0.10

大米中铅是一种简便、快捷、灵敏的方法,具有使用试剂少,安全、环保,富集倍数高等特点,用于测定大米中 Pb 获得了满意的结果。

## 参考文献:

[1] GB 2715—2005 粮食卫生标准[S]. 2005.

[2] NY/T 419—2007 绿色食品 大米[S]. 2007.

[3] GB 500912—2010 食品中铅的测定[S]. 2010.

[4] 张 慧,许晓菁,杨一青,等. 浊点萃取技术及其应用研究进展[J]. 化工进展,2012,31(增刊1):441-447.

[5] 宋雪洁,刘欣丽,段太成,等. 浊点萃取-石墨炉原子吸收光谱法测定环境样品中的镉[J]. 分析化学,2009,37(6):893-896.