

共沉淀法测定食盐中铅、镉

陈慧莲 刘洋

(北京东西分析仪器有限公司)

摘要: 本文参考文献《食盐中铅铜镉的共沉淀测定法》中样品处理方法,用石墨炉法检测了工业盐中的铅和镉含量。该方法标准曲线的线性相关系数为 0.999,相对标准偏差在 3%以下,加标回收率 94%-105%,铅元素背景可以降到 0.08Abs,镉元素可以降到 0.06Abs 左右。该方法很好的解决了高盐样品中铅、镉检测背景太高的问题,具有很好的实用性。

关键词: 食盐、铅、镉、共沉淀、石墨炉法

高盐样品测定铅镉一直以来就存在着背景高,吸光值不稳定甚至是出现负值的现象。其样品处理一直就是困扰我们的大问题,我们尝试过很多的方法(萃取富集,干灰化法,湿法和高压消解法)都没有取得满意的结果。此方法通过铅镉与镁在碱性条件下进行共沉淀,有效的降低了背景的干扰。

该方法利用了铅和镉与镁在碱性条件下均为沉淀而钠离子依旧是以游离的离子形式存在的特性,在处理的样品溶液中加入适量的镁离子,然后加入过量的氢氧化钠溶液使三种元素共同生成沉淀,最后我们通过虹吸法去除上清液使大量的钠离子被去除掉,从而有效的降低了检测时的背景干扰。

1 实验部分

1.1 仪器及材料

AA-7003 原子吸收分光光度计 (北京东西分析仪器有限公司)

铅空心阴极灯, 镉空心阴极灯 (北京东西分析仪器有限公司)

硝酸, 优级纯

硝酸镁, 优级纯

氢氧化钠, 优级纯

氯化钠，优级纯

铅标准储备液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）：国家钢铁材料测试中心

铅标准使用溶液（1 $\mu\text{g/mL}$ ）：吸取 0.1mL 铅标准储备液于 100mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度。

镉标准储备液（1000 $\mu\text{g/mL}$ ）：国家钢铁材料测试中心

镉标准使用溶液（1 $\mu\text{g/mL}$ ）：吸取 0.1mL 镉标准储备液于 100mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度。

1.2 仪器条件

石墨炉检测工作条件

	Pb	Cd
灰化温度/ $^{\circ}\text{C}$	600	350
原子化温度/ $^{\circ}\text{C}$	2000	1800
元素灯电流/ mA	1.2	1.0
氙灯电流/ mA	100	100
狭缝宽度/ nm	0.2	0.2

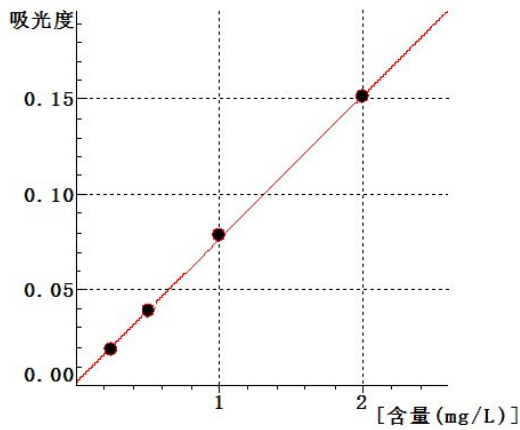
1.3 样品处理过程

称取混匀的样品 5.0g 于 50mL 比色管中，加水至 50mL，振摇使之溶解。加入 1.0ml 硝酸镁溶液(150g/L)，滴加 1mL 氢氧化钠(200g/L) 溶液，然后振摇 1min，静置使沉淀下降到 5mL 以下，用虹吸法吸去上清液至 5ml 左右。加入去离子水至 50mL 振摇混匀，静置过夜。用虹吸法吸去上清液至 5mL 左右，加入 0.5mL 氢氧化钠溶液(0.1mol/L)，加去离子水至 50mL，混匀静置过夜。用虹吸法吸去上清液至 5mL 左右，加入 1mL 硝酸溶液(1+1) 溶解沉淀，用纯水定容至 50mL，摇匀。同时做试剂空白、加标回收和标准系列。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线

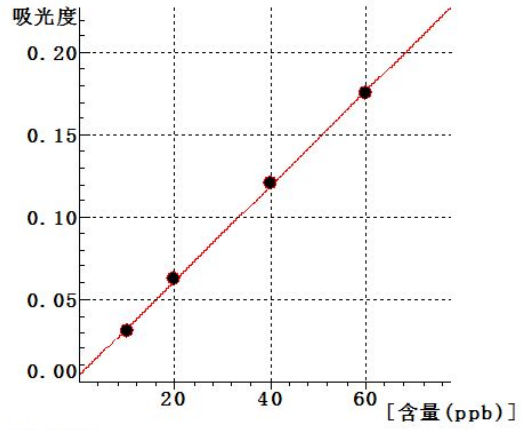
分别称取 5.0g 氯化钠加入到 50mL 比色管中，加水溶解，分别吸取铅标准使用溶液 0mL，0.5mL，1.0mL，2.0mL，3.0mL 和镉标准使用液 12.5 μL ，25.0 μL ，50.0 μL ，100.0 μL 依次加入比色管中，然后和样品进行同时处理，最终得到铅的浓度为 0 ng/mL，10.0 ng/mL，20.0 ng/mL，40.0 ng/mL，60.0 ng/mL 和镉的浓度为 0 ng/mL，0.25 ng/mL，0.50 ng/mL，1.0 ng/mL，2.0 ng/mL 的混合标准溶液。以标准系列的浓度为横坐标，以对应的 Abs 为纵坐标，绘制校准曲线。（如图）



曲线方程： $y=0.0756*x+0.0011$

线性相关系数： 0.99952

镉标准曲线



曲线方程： $y=0.0029*x+0.0038$

线性相关系数： 0.99962

铅标准曲线

2.2 实际样品分析结果

试样中铅、镉含量按式（1）进行计算。

$$X= (C-C_0) \times N \times V / m \quad \text{式（1）}$$

式中：

X——试样中铅、镉的含量，单位为纳克每毫升 (ng/mL)；

C——试样消化液中铅、镉的含量，单位为纳克每毫升 (ng/mL)；

C_0 ——试剂空白液中铅、镉的含量，单位为纳克每毫升 (ng/mL)；

V——试样消化液总体积，单位为毫升 (mL)；

N——试样稀释倍数；

m——试样质量或体积，单位为克或毫升 (g 或 mL)。

计算结果保留三位有效数字。

某工业盐中铅、镉含量测定结果如下表：

某工业盐样品铅分析数据

测定均值 (ug/kg)	RSD (%)	加标量 (ng/mL)	加标值 (ug/kg)	回收率 (%)
91.55	2.8	20	186.03	94.5

某工业盐样品镉分析数据

测定均值 (ug/kg)	RSD (%)	加标量 (ng/mL)	加标值 (ug/kg)	回收率 (%)
23.99	2.07	0.5	34.34	103.5

3 结论

3.1 采用共沉淀法测定工业盐中的铅和镉，操作简便，成本低，干扰小，易于上手，即避免了有机溶剂对于检验工作者身体的损害，又减少了环境的污染。

3.2 上述两表结果表明：用石墨炉法测定工业盐或食盐中的铅、镉，方法准确度和精密度完全符合痕量分析的要求，特别适合批量样品的检测工作。

参考文献：

[1]原子吸收光谱仪分析方法 北京东西分析仪器有限公司，2008,9

[2] GB2721-2003 食用盐卫生标准

[3]食盐中铅铜镉的共沉淀测定法.预防医学情报杂志.第 25 卷第 1 期.2007,7