

石墨炉直接进样测定动植物油脂铜、铁和镍含量

摘要：本文参考《动植物油脂铜、铁和镍的测定-石墨炉原子吸收法》(国标送审稿)，通过石墨炉原子吸收分光光度计，油脂经稀释后直接进样测定铜、铁、镍元素。实验结果表明，铜的回收率为102.5%，线性相关系数达到0.9998；铁的回收率为93.3%，线性相关系数达到0.9998；镍的回收率为94.3%，线性相关系数达到0.9994，该方法操作简便，完全能满足动植物油脂中的铜、铁、镍元素的分析要求。

关键词：动植物油脂 原子吸收分光光度法 石墨炉 直接进样

随着工业的迅速发展，生产中排放的废水、废气、废渣中的无机元素不可避免进入土壤地下水和地表水，化肥、农药中也含有微量的重金属元素，这些重金属元素经过农业种植、养殖等途径迁移到动植物中，从而进入动植物油，另外动植物油在生产加工、运输、贮存过程中，都有可能受到重金属元素的污染。因此，需要建立一种简单、快速、灵敏度高的方法对植物油中重金属的含量进行测定。

油脂成分中，脂肪酸等有机组分占很大比例，其特性决定了在重金属测定的前处理过程中的复杂性，通常有湿法消解、微波消解及干灰化法等处理方式，这些方法的弊端在于处理时间长，通常需要过夜，耗费时间。本方法无需消解，油脂样品经稀释后直接进样，省去前处理过程，可以实现对动植物油快速准确的测定。

本文参考《动植物油脂铜、铁和镍的测定-石墨炉原子吸收法》(国标送审稿)，对国家粮食局科学研究院油脂样品中铜、铁、镍元素含量进行验证。

1. 实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验中所用器皿均为聚丙烯容器，硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时。

标准溶液：实验所使用标样均为有机标准物质。

稀释用油：本实验中采用市售食用大豆油为稀释用油。

储备用标准溶液：以稀释用油适当稀释金属元素的有机标准物质制备储备标准溶液，含量分别为：Cu，2 mg/kg；Fe，10 mg/kg；Ni，10 mg/kg。

铌溶液[Nb(NO₃)₅]：浓度为 1000 mg/L 的“水基体原子吸收分光光度法标准溶液”。

正庚烷：分析纯。

1.3 仪器条件及参数

配制铜、铁、镍的标准溶液。同时为了降低背景吸收，标准序列及测试样品均用正庚烷稀释后进样（稀释质量比 1:2），按表 1 仪器工作条件，由于样品高温产生烟雾，本方法未启用石墨炉高灵敏度模式，即灰化及原子化阶段同时通入氩气，主要测试参数见表 1。

表 1 石墨炉原子化条件参数

元素	波长 (nm)	石墨管类型	灰化			原子化		
			温度	时间	内气流	温度	时间	内气流
			(℃)	(s)	(mL/min)	(℃)	(s)	(mL/min)
Cu	324.8	高密石墨管	900	50	300	2700	2	50
Fe	248.3	平台石墨管（涂铌）	1200	50	300	2700	2	50
Ni	232.0	热解石墨管	800	50	300	2400	2	50

注：测定 Fe 元素前，需要对平台石墨管进行涂铌预处理：将 100 μL 1000 mg/L 铌溶液注入石墨管，启动升温程序，于 100℃干燥 60s，然后在 2700℃原子化 5s。重复此操作步骤直至注入的铌溶液总量为 300 μL。在 2700℃原子化直至吸光度恒定（以便除尽沾污的铁）。

2. 结果讨论

2.1 动植物油脂中铜含量

（1）线性方程和检出限

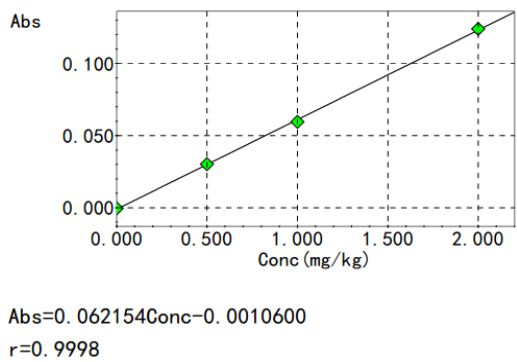


图 1 铜元素标准曲线

铜的相关系数为 r=0.9998。按照实验方法，对空白油（稀释用油）重复测定 10 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得检出限，铜的检出限为 0.03 mg/kg。

(2) 样品测定结果

铜的两个样品，其结果见表2。

表 2 铜的分析结果

元素	样品名称	测定值 (mg/kg)	实际参考值 (mg/kg)	RSD (%)
Cu	14#	0.98	0.99	3.07

(3) 加标回收实验

表 3 铜的回收试验结果

元素	加标前 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标后 (mg/kg)	回收率 (%)
Cu	0.98	0.4	1.39	102.5

2.2 动植物油脂中铁的含量

(1) 线性方程和检出限

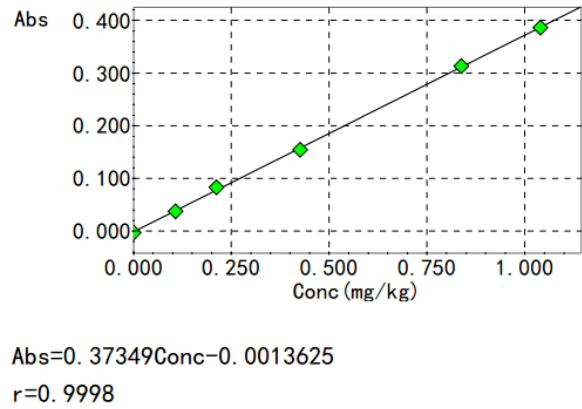


图 2 铁的标准曲线

铁的相关系数为 $r=0.9998$ 。按照实验方法，对空白油（稀释用油）重复测定 10 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得检出限，铁的检出限为 0.05 mg/kg。

(2) 样品测定结果

表 4 铁的分析结果

元素	样品名称	测定值 (mg/kg)	实际参考值 (mg/kg)	RSD (%)
Fe	14#	0.52	0.50	6.22

(3) 加标回收实验

表 5 铁的回收试验结果

元素	加标前 (mg/ kg)	加标量 (mg/ kg)	加标后 (mg/ kg)	回收率 (%)
Fe	0.52	0.30	0.80	93.3

2.3 动植物油脂中镍的含量

(1) 线性方程和检出限

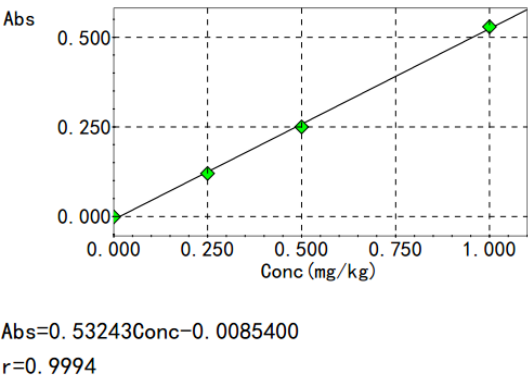


图 3 镍的标准曲线

镍的相关系数为 $r=0.9994$ 。按照实验方法，对空白油（稀释用油）重复测定 10 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得检出限，镍的检出限为 0.03 mg/kg。

(2) 样品测定结果

表 6 镍的分析结果

元素	样品 名称	测定值 (mg/ kg)	实际参考值 (mg/ kg)	RSD (%)
Ni	14#	0.46	0.45	3.44

(3) 加标回收实验

表 7 镍的回收试验结果

元素	加标前 (mg/ kg)	加标量 (mg/ kg)	加标后 (mg/ kg)	回收率 (%)
Ni	0.46	0.35	0.79	94.3

3. 结果与讨论

本方法无需消解，油脂样品经稀释后直接进样，省去前处理过程，可以实现对动植物油快速准确的测定。