

微波消解 - 石墨炉原子吸收法测定蔬菜中痕量铅和镉

武攀峰¹, 吴为²

(1. 南通市环境监测中心站, 江苏 南通 226000)

2. 江苏省农产品质量检验测试南通中心, 江苏 南通 226006)

摘要: 采用微波消解 - 石墨炉原子吸收法测定蔬菜中痕量铅和镉, 优化了微波消解程序和石墨炉工作条件, 讨论了基体改进剂和微波消解用酸的选择。该方法测定蔬菜中铅和镉的检出限为 0.002 mg/kg 和 0.001 mg/kg RSD 为 0.1% ~ 4.3%, 加标回收率为 98.0% ~ 104%。

关键词: 微波; 消解; 石墨炉原子吸收光谱分析; 铅; 镉; 蔬菜

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2006)05-0029-02

Determination of Trace Amount of Lead and Cadmium in Vegetables by the Microwave Digestion-Graphite Stove Atomic Absorption Law

WU Pan-feng¹, WU Wei²

(1. The Central Environmental Monitoring Station of Nantong City, Nantong, Jiangsu 226000, China;

2. Nantong Center of Jiangsu Province Quality Test for Agricultural Products, Nantong, Jiangsu 226006, China)

Abstract The paper used the microwave digestion-graphite stove atomic absorption law to determine the trace amount of Lead and Cadmium in vegetables. Optimized procedure of the microwave digestion and working condition of the graphite stove; discussed the substrate improvement medicinal preparation and acid-used choice of the microwave digestion. In this method the determination limit of Lead and Cadmium in vegetables is 0.002 mg/kg and 0.001 mg/kg respectively and RSD is 0.1% ~ 4.3% as well as return-ratio of adding the sign is 98.0% ~ 104%.

Key words Microwave; Resolution; Graphite furnace atomic absorption spectrometry; Lead; Cadmium; Vegetables

测定蔬菜中痕量铅、镉通常采用干法消化和湿法消化预处理样品^[1,2], 干法消化周期长, 容易引起挥发损失; 湿法消化易引起玷污, 产生的酸雾危害工作人员健康, 污染环境^[3,4]。微波消解与传统的干、湿消化方法相比, 具有快速、高效、避免低温元素挥发损失等优点, 能满足大量样品快速检测的要求^[5-7]。今采用微波消解 - 石墨炉原子吸收法测定蔬菜中痕量铅、镉, 结果令人满意。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

德国 Berghof MWS-3 型微波消化系统; 美国 Varian 220 型原子吸收光谱仪; 普通涂层石墨管。1.000 mg/L 铅、镉标准储备液, 国家标准物质研究

中心; 10.000 mg/L 磷酸氢二铵溶液; 硝酸、盐酸均为优级纯; 18.2 Ω 去离子水。

1.2 仪器工作条件

石墨炉工作条件见表 1。

1.3 样品预处理

称取蔬菜鲜样 1.500 g ~ 3.000 g (根据水分含量而定) 于微波消化罐中, 加 3 mL 硝酸和 2 mL 去离子水, 消化罐盖加防爆膜和铝膜密封后于微波消化系统中按程序消解, 同时做空白及质量控制试验。消解液完全冷却后, 于通风橱中转移至 50 mL 烧杯, 低温加热赶酸, 并定容至 10 mL 待测。

收稿日期: 2005-12-13 修订日期: 2006-05-30

作者简介: 武攀峰 (1979-), 男, 山西孝义人, 工程师, 研究生, 从事环境监测工作。

表 1 石墨炉工作条件

元素	波长 λ/nm	狭缝 $\Delta\lambda/\text{nm}$	灯电流 I/mA	干燥		灰化		原子化	
				温度 $\theta/^\circ\text{C}$	时间 t/s	温度 $\theta/^\circ\text{C}$	时间 t/s	温度 $\theta/^\circ\text{C}$	时间 t/s
铅	283.3	0.5	7.0	85~120	55.0	350	8.0	2100	2.9
镉	228.8	0.5	3.0	85~120	20.0	250	8.0	1800	2.8

2 结果与讨论

2.1 基体改进剂的选择

蔬菜中含有大量有机成分, 会干扰铅、镉测定的灵敏度, 使响应信号出现明显的双峰。采用氯化钡、磷酸氢二铵、钼酸铵 3 种常用的基体改进剂试验, 结果表明只有加入磷酸氢二铵才能消除双峰。

2.2 微波消解用酸的选择

微波消解用酸体系通常有 HNO_3 、 $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ 、 $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{HNO}_3 + \text{HClO}_4$ 等。选择 HNO_3 体系对豆类、茄果类样品试验, 结果表明, 称样量控制在 1.500 g~3.000 g HNO_3 用量只需 3 mL, 由于炉体中液体量过少会引起炉体过热, 损坏消化罐, 故补加 2 mL 去离子水, 即可得到绿色澄清溶液。

2.3 微波消解程序优化

温度和时间是影响消解效果的主要因素。温度越高, 时间越长, 消解越完全, 但温度过高, 时间太长又容易产生危险。通过试验确定了适用于大部分蔬菜(包括豆类、茄果类、甘蓝类、叶菜类)的最佳微波消解程序, 见表 2。

表 2 微波消解程序

步骤	温度 $\theta/^\circ\text{C}$	上升时间 t/min	保持时间 t/min
1	150	8	10
2	200	8	8
3	100	1	5
4	100	1	0

2.4 检出限

按标准方法计算蔬菜中铅、镉的检出限分别为 0.002 mg/kg 和 0.001 mg/kg。

2.5 精密度

用该方法平行测定各类蔬菜样品中的铅、镉 ($n=7$), RSD 为 0.1%~4.3%, 结果见表 3。

2.6 准确度

用该方法测定国家标准物质研究中心的标样 GBW 08504 甘蓝和 GSV-4 杨树叶, 结果见表 4。

对豆类、茄果类样品的加标回收试验结果见表 5。

表 3 蔬菜样品中铅、镉的测定结果^① mg/kg

样品	铅	镉
豆类	0.090	0.015
茄果类	0.099	0.024
甘蓝类	0.035	0.026
叶菜类	0.050	0.019

①豆类为青蚕豆、青毛豆等豆类的平均值; 茄果类为番茄、茄子的平均值; 甘蓝类为包菜、花菜的平均值; 叶菜类为小白菜等各类叶菜的平均值。

表 4 标样测定结果 ($n=7$) mg/kg

标样		铅	镉
甘蓝	标准值	0.28 ± 0.09	0.029 ± 0.006
	测定值	0.26	0.032
杨树叶	标准值	1.5 ± 0.2	0.32 ± 0.05
	测定值	1.4	0.32

表 5 加标回收试验结果

样品	元素	加标量	回收量	回收率
		$\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	$\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	%
豆类	铅	2.000	2.080	104
	镉	1.000	0.980	98.0
茄果类	铅	2.000	1.995	99.8
	镉	1.000	1.009	101

3 结语

采用微波消解 - 石墨炉原子吸收法测定蔬菜中痕量铅、镉, 方法简便、快捷, 精密度和准确度均良好, 能满足大量样品快速检测的要求。

[参考文献]

- [1] 牛家萍, 宋丽丽. 石墨炉法测定人体全血中痕量元素镉、铅 [J]. 中国医药大学学报, 1995, 26(12): 91
- [2] 杨惠芬. 食品卫生理化检验标准手册 [M]. 北京: 中国标准出版社, 1997: 21
- [3] LE X C, MA M. Speciation of arsenic compounds by using ion-pair chromatography with atomic spectrometry and mass spectrometry detection [J]. Chromatogr A, 1997, 764: 55-64

(下转第 46 页)

表 1 重点废水污染源排放优先污染物

企业名称	排污口	优先污染物
三明钢铁厂	总口	石油类、挥发酚、氰化物、镉、铅、六价铬
三明化工厂	南口、北口	石油类、胺类物质、氰酸根
	农药口	总磷、有机磷、氢氧化铬
三农化学股份有限公司	电化口	总磷、有机磷、铵根、挥发酚
	地磅口	总磷、有机磷、挥发酚、
	黄磷口	总磷、有机磷、铵根、挥发酚
三明制药厂	总口	石油类
永林集团三明人造板厂	总口	挥发酚、甲醛
人造板厂	胶料分厂	挥发酚、甲醛
三明塑料集团	总口	石油类、二甲基甲酰胺、酸度
各类机件加工业	总口	石油类、铅、
各种化学危险品倾	现场排水沟	化学品特征污染物

表 2 重点废气污染源优先污染因子

企业名称	产生环节及优先污染物
三钢集团有限责任公司	焦炉煤气、转炉煤气 - 一氧化碳、甲烷
三化集团有限责任公司	合成氨厂 - 氨气; 有机厂 - 甲醛、甲醇
三农化学股份有限公司	甲胺磷车间 - 甲醇、硫化氢; 电化车间 - 氯气、氯化氢; 仓库储罐 - 甲醇、甲醛、苯、氨
三明塑料集团有限公司	三车间 - 氯化氢、邻苯二甲酸二辛酯
永林集团三明人造板厂	制胶分厂 - 甲醛、苯酚
橡胶业	粘合剂泄漏 - 苯、甲苯、二甲苯
液化气站、煤气公司	一氧化碳、硫化氢、甲烷等

部门, 同时与应急监测网内的有关单位联系请求援助。

要根据污染事故状况, 迅速制定布点方案并监测, 要做好周围环境等有关因素的现场测试记录。

根据三明市工业污染特征, 以及市环境监测站现有的应急监测装备情况而建立的污染因子分析方法见表 3

4 质量保证

在应急监测中应坚持严格的质量保证制度, 采集平行双样、加标回收及质控样 (有可能的情况

表 3 突发性环境污染事故主要污染因子的分析方法^[3]

污染物	事故类型	分析方法	
一氧化碳	气	快速检测法	非分散红外吸收法
氰化物	水、气	异烟酸——吡唑	异烟酸——吡唑淋
		淋酮分光光度法	酮分光光度法
硫化氢	气	快速检测法	亚甲基蓝分光光度法
硫化物	水	碘量法	对氨基二甲基苯胺光度法
二氧化硫	气	快速检测法	盐酸副玫瑰苯胺光度法
氨气、氨水	水、气	快速检测法	纳氏试剂光度法
氯气	气	快速检测法	甲基橙光度法
氯化氢	气	快速检测法	硫氰酸汞光度法
挥发酚	水	快速检测法	4-氨基安替比林直接光度法
石油类	水	红外分光光度法	非分散红外光度法
甲醛	水、气	快速检测法	乙酰丙酮光度法
苯系物、甲	水、气	快速检测法	气相色谱法
醇、邻苯二甲酸酯			

下)分析, 对关键污染物和新开展的监测项目还应做好实验室间的比对工作, 确保应急监测质量。

5 出具应急监测报告, 及时传送信息

出具应急监测报告时, 要根据监测数据得出监测结果, 结合测得的水文、气象参数等资料, 分析污染的发展态势和影响范围, 以及是否危及人群健康等问题, 推测可能造成的危害程度, 必要时还应边采样、边分析、边汇总, 在规定时限将分析结果报告有关部门。

[参考文献]

- [1] 万本太. 突发性环境污染事故应急监测与处理处置技术 [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1996.
- [2] 潭培功, 金丽莎, 于彦彬. 环境污染事故应急监测的对策 [J]. 环境监测管理与技术, 2005, 17(5): 38-39.
- [3] 国家环境保护总局. 环境应急手册 [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 2003.

(上接第 30 页)

- [4] 马钦科 Z 元素的分离和分光光度法测定 [M]. 郑用熙, 译. 太原: 山西高校联合出版社, 1992: 112.
- [5] 康远干. 微波消解石墨炉原子吸收光谱法测定番木瓜酱菜中铅 [J]. 理化检验 - 化学分册, 2003(7): 39.
- [6] 严森, 凌其聪, 鲍征宇. 微波消解 - 火焰原子吸收光谱法测定

- 芦苇笋中的镉 [J]. 环境监测管理与技术, 2006, 18(1): 25-26.
- [7] 张小燕, 马政生. 植物中多元素测定的微波消解前处理技术 [J]. 分析测试技术与仪器, 2000(1): 6.

本栏目责任编辑 姚朝英