

# 一次消解测定蔬菜中多种重金属的简捷方法

王纪阳<sup>①</sup> 罗红辉

(东莞市农业检验监测所 广东省东莞市 523007)

**摘要** 针对一般实验室检测人员少, 检测任务重的问题, 研究了蔬菜通过一次湿化消解后, 消解液可以测定多种重金属元素的方法, 大大提高了效率, 减轻了工作量。

**关键词** 湿法消解, 原子吸收光谱法, 原子荧光光谱法, 砷, 硒, 汞, 铅, 镉, 铬。

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-8138(2006)04-0839-03

## 1 前言

随着经济的发展, 工业污染越来越严重, 工厂未经处理排污的情况也仍然相当严峻, 排污物以废水废气废固物的形态对土壤、大气、水带来污染, 其中土壤中重金属的污染比较突出。在广东珠三角区, 根据国家环保总局最新的一项调查数据显示: 珠三角近 40% 的农田菜地土壤重金属污染超标, 其中 10% 属“严重”超标, 再据广东省环保局去年的一项调查结果, 20% 的农田灌溉水源都受到了重金属的污染。蔬菜在生长过程中通过根部的吸收吸附作用, 就会引起蔬菜重金属的累积作用, 人体长期食用受污染的蔬菜后, 会因积累使人体器官发生病变。在社会对农产品质量安全日益关注的情况下, 对蔬菜重金属的检测尤为重要。本文根据农产品质量安全检测部门日常面对的样品量多, 人员短缺的问题, 根据长期实践经验, 提出了一次湿法消解, 同时测定多种重金属的简捷方法, 大大提高了工作效率, 节约了资源。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器和试剂

SpectrAA 220Z 型原子吸收光度计(美国瓦里安公司);

AFS-930 型顺序注射双道原子荧光光度计(北京吉天仪器有限公司);

铅、铬、镉空心阴极灯(美国瓦里安公司);

砷、硒、汞空心阴极灯(北京有色金属研究总院)。

铅、镉、铬、砷、硒、汞标准储备液(1000mg/L)(国家钢铁材料测试中心);

载流: UP 纯级盐酸 体积分数 5%、10%(苏州晶瑞化学有限公司);

还原剂: 1%、2% 硼氢化钾 (AR): 称取 5g、10g 硼氢化钾分别溶于含 5g 氢氧化钾的 500mL 超纯水中;

硫脲-抗坏血酸 (AR) 混合溶液: 质量体积分数 5%, 各取 5g 试剂溶于 100mL 超纯水中;

① 联系人, 电话: (0769) 22500275; E-mail: frankow@163.com

作者简介: 王纪阳 (1968—), 男, 广东省潮州市人, 硕士, 工程师, 主要从事农产品质量安全检验及环境污染控制。

收稿日期: 2006-01-23; 接受日期: 2006-04-19

混合酸: 高氯酸、硝酸(UP) 混合酸(1+5), 棕色瓶储存。

国家一级标准物质: 杨树叶 GBW07604(GVS-3) 地矿部物化探研究所。

实验用水电阻率为  $18\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$  的超纯水, 试验用酸均为 UP 级纯酸。

## 2.2 分析步骤

### 2.2.1 样品预处理

准确称取 3—5g 蔬菜样品于 50mL 小烧杯中, 同时做两份空白, 加入 8mL 混合酸, 加入玻璃珠防止激烈沸腾, 杯口盖上表面皿。浸泡过夜(如检测任务紧, 摇动混合后充分浸泡 0.5h 以上), 于电热板上消化, 温度不能太高, 微沸即可, 同时观察消化情况, 如果样品仍有较多未分解或者酸液颜色变深, 取下稍冷后, 加入 3—5mL 混合酸继续消解, 直至酸液澄清, 继续加热尽量将高氯酸的白烟赶出, 当小烧杯里面的酸液剩 1mL 左右, 停止加热, 取下放冷, 用超纯水润洗烧杯及表面皿多次, 完全转移至 25mL 容量瓶中<sup>[1-4]</sup>。

### 2.2.2 标准使用液的配制

铅、镉、铬根据蔬菜一般的含量, 采用石墨炉法进行检测。配制铅、镉和铬标准使用液, 浓度分别为:  $100.0$ 、 $5.00$ 、 $25.00\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$  的标准使用液;

配制浓度分别为  $5.00$ 、 $1.00\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$  的砷、汞混合标准使用液, 注意溶液中介质为 5% 的盐酸, 并含 1% 的硫脲-抗坏血酸混合溶液, 混合静置 15min 以上方可上机。

配制浓度为  $2\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$  的硒标准使用液, 其中溶液介质为 20% 的盐酸。(注: Spectr AA 220Z 型石墨炉、AFS-930 型原子荧光光度计可以用自动稀释功能, 故无需配制标准系列)。

### 2.2.3 铅、镉、铬的测定

用移液枪从已定容在 25mL 比色管中的样品及空白消解液, 分别转移 1mL 于石墨炉样品管中, 连同标准使用液、基体改进剂放于自动进样器中。仪器工作条件见表 1。

表 1 石墨炉法工作条件

元素	测定波长 (nm)	光谱通带 (nm)	灯电流 (mA)	基体改 进剂	石墨炉升温程序温度(°C)			
					干燥	灰化	原子化	清洗
铅	283.3	0.5	10.0	$(\text{NH}_4)_2\text{PO}_4$	120	550	2300	2300
镉	228.8	0.5	4.0	$(\text{NH}_4)_2\text{PO}_4$	120	400	2100	2100
铬	357.9	0.2	10.0	-	120	1000	2800	2800

### 2.2.4 砷、汞的测定

AFS-930 型原子荧光光度计可采用双通道同时测定砷和汞。取已定容在 25mL 比色管中样品及空白消解液 5mL 于 10mL 比色管中, 加 2mL 5% 硫脲-抗坏血酸混合溶液、0.5mL 盐酸、超纯水定容, 充分摇匀, 静置 15min 以上, 待测。将已配制好的砷、汞混标、样品空白、样品依次放入顺序注射自动进样盘中进行分析。工作条件见表 2。

表 2 原子荧光光度计工作条件

被测元素	砷	汞	硒
光电倍增管负高压(V)		270	270
原子化器温度(°C)		200	200
原子化器高度(mm)		9	8
空心阴极灯电流(mA)	As: 65	Hg: 30	80
载气流量( $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ )		400	400
屏蔽气流量( $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$ )		1000	800
载流(盐酸)(%)		5	10
硼氢化钾(%)		1	2

### 2.2.5 硒的测定

将原来 25mL 比色管中所剩的样品及空白消解液共 19mL 加入 5mL 浓盐酸, 也即在 20% 盐酸介

质下,用超纯水定容至 25mL,并在 100℃下水浴加热 30min,取出冷却待测。将已配制好的硒标准使用液、样品空白、样品依次放入顺序注射自动进样盘中进行分析。工作条件见表 2。

### 2.3 方法的精密度和准确度

对国家标准物质杨树叶按以上湿化消解的方法处理后,按上述分析条件分别进行多次检测,并用一次消解进行多种重金属检测共 7 次的结果:

表 3 杨树叶的实验结果

测定元素	砷	汞	硒	铅	镉	铬
标准物质含量(mg/kg)	0.37±0.09	0.026±0.003	0.14±0.02	1.5±0.3	0.32±0.07	0.55±0.07
实际测定含量(mg/kg)	0.39	0.023	0.14	1.3	0.31	0.52

## 3 结论

采用电热板湿化消解是农产品质量监测部门对蔬菜重金属污染检测的常用手段,在日常工作中,常常面对大量的样品而在前处理中消耗了大量的时间和试剂,原子吸收、原子荧光在湿化消解方法检测中存在很多共同点,因此,在合理控制消解条件下,一次消解是可以同时测定多种重金属元素的。本文经过多次试验证明,无论通过加标回收试验还是检测国家标准物质,准确度和精密度都能很好地达到要求,采用的样品处理办法也比较简捷,同时节约了很多精力和物力,此方法同样适合于其他农产品包括肉类的检测。

## 参考文献

- [1] 中华人民共和国标准. 食品 卫生 检验方法[S]. GB/T 5009.11—GB/T 5009.100—2003. 北京:中国标准出版社出版,2004. 71—661.
- [2] 邓勃主编. 应用原子吸收与原子荧光光谱分析[M]. 北京:化学工业出版社,2002. 638—644.
- [3] 杨慧芬. 食品 卫生理化检验标准手册[M]. 北京:中国标准出版社,1997. 136—146.
- [4] 王纪阳,罗红辉,苏青云等. 双道原子荧光光谱法同时测定农产品中的砷汞[J]. 光谱实验室,2005, 22(5): 1108—1110.

## Simple Method for the Determination of Several Heavy Metals in Vegetable with Once Digestion

WANG Ji-Yang LUO Hong-Hui

(Dongguan Agricultural Test & Supervise Institution, Dongguan, Guangdong 523007, P. R. China)

**Abstract** In this paper, we reported the method that many heavy metals can be determined after once water digestion. It can not only improve the efficiency but also simplify the work.

**Key words** Water Digestion, AAS, AFS, Arsenic, Selenium, Mercury, Lead, Cadmium, Chromium.