

监测分析

原子吸收法测定粮食中的铜、锌、铅、镉

洪紫萍 吴德秀 戚文彬

(杭 州 大 学)

现在已知人体必需的微量元素有 14 种, Bowen^[1] 把这些元素按作用不同分成数小组。由于这些元素人体所需极微,而铅、镉等元素吸入微量后极易中毒,因此需要灵敏度高,选择性好的分析方法,据 Grosby^[2] 统计,近年来多用原子吸收法测定粮食中的金属元素。

随着乡镇企业的发展,农药、化肥的使用及矿产开发,土壤与地面水受到不同程度的污染,也影响到粮食作物。为调查粮食中的重金属污染状况,我们测定了浙江省十一个不同地区的大米、稻谷、小麦、面粉、玉米和蕃薯等六种粮食共 28 个样品的铜、锌、铅、镉含量,并改进了各类样品的无机化方法,对测定结果从营养和环境学的角度加以讨论,为搞好农业环境保护提供基础资料。

用原子吸收法测定环境样品中的金属元素,通常需进行预富集。我们曾对天然水中的铜、锌、铅、镉、锰的预富集进行了研究,得到较满意的结果^[2]。试验表明,对粮食样品,只要恰当地控制样品的称量和改进消化方法,可直接以原子吸收法测定铜、锌、铅、镉。

一、主要仪器与试剂

WFX-I 型双光束原子吸收分光光度计。所用试剂均为优级纯,二次去离子水。

二、基本操作

称取样品 1 克于 250ml 锥形瓶中,加入 20ml 浓硝酸,盖上表面皿浸泡过夜,置电热板上微火加热 2 小时(100℃左右),使其完全溶化,再加 10ml 浓硝酸摇匀,缓缓升温,此时样品由棕红色稠液变稀,继续加浓硝酸 20ml,

温度控制在 160℃ 以下,保持微沸,防止炭化,加热消解至溶液为无色或微黄色透明液,继续蒸发至溶液不再冒烟,出现白色残渣为止。冷却,加水转入 25ml 容量瓶,并用 1N 硝酸洗锥形瓶转入容量瓶至标线各作原子吸收测定。其中稻谷和小麦样品因带皮消解液中出现硅不溶物,需过滤除去不溶物,并用 1N 硝酸洗涤不溶物,洗液转入消解液,定容后测定。

三、结果和讨论

1. 粮食样品的无机化方法

粮食中无机物测定的准确性,决定于多种因素,其中消化样品是个关键问题。Grosby 曾对粮食样品的湿法和干法氧化进行了比较和评论,因为粮食中的镉、铅含量很低,我们从分解效率和时间等综合考虑,认为湿法氧化较为适宜,并作了改进。

样品消解时,需加入硝酸浸泡 24 小时后再加热,否则即会产生较多泡沫溅出,若消解温度过高,样品炭化,使结果偏低。

样品消解时,不必加入五氧化二钒和高氯酸。

2. 不同品种粮食中铜、锌、铅、镉含量的比较

从表 1 可知,在早米、晚米和小麦中的铜和锌的含量,经加工后均减少,而粮食中的铅和镉主要来源于污染。

从对人体的影响全面考虑,不仅看铜、锌、镉的绝对含量,还需看 Zn/Cd 比和 Zn/Cu 比。

表 1 粮食中 Cu、Zn、Pb、Cd 的含量范围

样 品	含 量 范 围 (ppm)			
	Cu	Zn	Pb	Cd
大米早谷	35—36	35—36	除土壤和污染影响外,近 30% 样品未检出,检出的 Pb 含量在 4 ppm 以下;晚米、晚谷和糯米中含铅量较早米中高。	除土壤和污染影响外,32% 样品未检出,检出的含 Cd 量在 0.23ppm 以下。
早 米	7—8	22—25		
晚 谷	23	36		
晚 米	4—6	16—25		
糯 米	6—17	25		
糯 谷	6	15		
小麦全麦	7—12	26		
面 粉	4—8	24—28		
番 薯				
薯 干	8	23—28		
薯 粉	3	91.5		
玉 米	4—5	25—32		

已知大米中约有 90% 的镉与谷蛋白牢固地结合,小麦中约有 90% 的镉与面筋结合,故镉易在食物中累积浓集,过量的锌可阻止镉的累积,因此食物中 Zn/Cd 比的大小,亦为衡量食物对人体健康有关的一个重要标准,体内 Zn/Cd 比降低,会导致高血压病的发生^[3],就试验的粮食品种看,Zn/Cd 比均在 55 以上(见表 2),从统计数字上看,以早米的 Zn/Cd 比为最高。

表 2 粮食品种中的 Zn/Cd 比

粮食品种	Zn/Cd 比
米	
早谷和早米	158.1—195.6
晚谷和晚米	55.3—78.3
糯谷和糯米	64.7—107.3
小麦	
全麦和面粉	77.4—235.25
玉米	129.7—211.8
薯干和薯粉	100—195

已知食物中铜的浓度下降或 Zn/Cu 比升高,均可使食用者的冠心病的发病率上升^[3]。我们试验各种粮食样品的 Zn/Cu 比范围见表 3。

综上所述,结合其他营养元素和微量元素一并考虑,以早米,特别是加工不精致的早

表 3 粮食品种中的 Zn/Cu 比

粮食品种	Zn/Cu 比
早 米	3.2—6.1
早 谷	0.79—1.3
晚 米	2.3—5.8
晚 谷	1.5
糯 米	3.2—4.9
糯 谷	2.5
小 麦	3.7—5.4
面 粉	4.4—7.6
玉 米	3.4—6.5
薯 干	3.0—7.6

米为佳。

四、生长条件对谷物中铜、铅、镉含量的影响

谷物中微量元素的含量与土壤的性质有密切的关系,而成土母质对土壤中微量元素的含量起重要作用^[4],试验表明,在铅锌矿区附近生长的谷物中,其铅、锌的含量均高于其他地区,而镉常和铅、锌共存,故这些地区谷物中镉的含量亦相应提高,主要反映于小麦,玉米和番薯等旱地作物中。

不少文献报道,在公路附近的土壤和作物中,铅的含量较高,我们的试验也得到同样的结果,某些粮食样品的铅含量高达 8—11 ppm,越接近工业区,受到污染越严重。以

铅、镉含量看,晚米受污染最严重,见表4。

表4 某污染区粮食样品中 Pb、Cd 含量

粮食品种	Pb(ppm)	Cd(ppm)
早米	未检出	0.11
晚米	10.70	0.95
糯米	4.68	0.23
面粉	4.67	0.12
玉米	8.42	0.23
薯干	4.90	未检出

四、谷物加工对微量元素含量的影响

谷物经加工后脱壳会引起微量元素含量

降低,但在加工过程中由于所用的容器和水等又能引起某些微量元素的增高或被污染,粮食加工过程要注意对容器的选择。

参 考 文 献

- [1] Grosby, N.T., *Analyst*, **102**, 225 (1977).
- [2] 吴德秀等,杭州大学学报(自然科学版),**12**(1), 103 (1985).
- [3] Schroeder, H. A. 著,陈荣三等译,痕量元素与人,第86页,102页,科学出版社,1979年.
- [4] Aubert, H. and Pinta, M., "Trace Elements in Soils", p27, p39, p85, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam-Oxford-New York, 1977.

水中痕量汞的测定及其稳定性的研究

——冷原子吸收技术的应用

王 萱 杜小平 潘晓寒*

(中国计量科学研究院)

汞及其化合物应用广,毒性大,是环境监测和控制的一个重要对象,但是大多数实验室在 ppb 级汞的测定中存在很大误差,为此有必要研究水中痕量汞标准物质,用以统一测量标准,确保测量结果的准确一致。

本工作选用冷原子吸收法作为水中痕量汞的测定方法^[1,2]。对各项参数的影响进行了详细的研究。该法对含汞量为 10ppb 的标准物质,测定精密度(C. V.)为 2%。

由于水中汞易于被容器壁所吸附且易挥发和被还原。因此水中 ppb 级汞的保存是近年来许多分析工作者极为关注的问题^[3-8]。我们选用 0.4M HCl 作为稳定剂,以 100ml 硬质玻璃安培瓶作容器,对含汞量为 10ppb 的标准物质进行了长期稳定性的研究,测定结果表明稳定期长达二年之久。

一、实验装置和测定条件

1. 实验装置

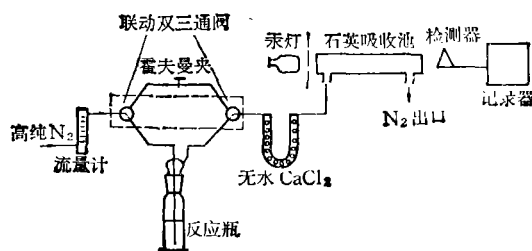


图1 实验装置

2. 仪器参数

仪器 Unicam SP1900 原子吸收分光光度计;汞灯 北京 1412 所汞空心阴极灯;灯电流 6mA;狭缝 0.20mm;波长 253.7nm;燃烧头高度 17mm;积分时间 1秒

3. N₂ 流量对测定灵敏度的影响

本工作采用高纯 N₂ 为载气,测定灵敏度随 N₂ 流量的减小而增大。

* 参加部分工作。