

微波消解 - 石墨炉原子吸收法研究益智及土壤中的铅含量*

范春蕾

梁振益 张敬迎 姜文超

(海南大学公共实验中心, 海口 570228) (海南大学材料与化工学院, 海口 570228)

摘要 采用微波消解前处理方法, 石墨炉原子吸收法研究了四大南药之一的益智不同器官及生长地土壤中重金属铅的含量。铅在益智不同器官内分布为: 实根 2.0244 mg/kg、须根 2.9428 mg/kg、茎 0.2232 mg/kg、叶 1.0228 mg/kg、花 0.0203 mg/kg, 果实中未检测出铅, 土壤中铅含量分别为: 表层 26.2932 mg/kg、中层 24.4341 mg/kg、深层 12.3529 mg/kg。结果表明, 益智各器官及土壤中的铅含量远低于国家限量标准, 说明海南地理环境有利于益智的种植。

关键词 重金属 铅 益智 土壤

铅是一种有害的蓄积性重金属, 即使是低剂量的铅也能在生物体内蓄积。若摄入铅超过安全范围将不同程度地造成人体反应迟钝、出现周围神经系统的病症。国家绿色药用植物进口标准规定铅含量不超过 5 mg/kg, 而美国 FAD 药品与功能性食品要求含量不超过 1 mg/kg。重金属含量超标也成为很多中药出口被退货的重要原因。有很多研究者报道过益智的多种有益成分的测定^[1,2], 但未见系统研究益智各器官及种植地土壤中铅的报道。笔者通过微波消解对样品进行前处理, 用石墨炉原子吸收光谱仪分析了益智各器官和种植地土壤中的铅含量。很多研究者认为, 重金属在土壤中主要累积在 0~20 cm 耕层, 向下迁移微弱^[3,4]。因此笔者主要研究了深度为 0~20 cm 土壤中铅在益智不同器官的迁移情况。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

石墨炉原子吸收仪: AA-6800 型, 日本岛津公司;

自动进样器: ASC-6100 型, 日本岛津公司;

MARS 高压微波消解器: 美国 CEM 公司;

屹立 200 g 药用粉碎机: 武义县屹立工具有限公司;

电子天平: PL 6001-S 型, 梅特勒(上海)公司;

铅标准储备液 (GSB 04-1742-2004): 1 000 μg/mL, 国家有色金属及电子材料分析测试中心;

浓硝酸、浓盐酸、氢氟酸: 优级纯;

H₂O₂: 分析纯;

实验所用玻璃器皿、塑料瓶: 均用 5% HNO₃ 浸泡 12 h 后再用去离子水清洗;

实验用水为超纯水;

国家标准物质杨树叶 (GBW 07604)、红砖土 (GBW 07407): 地矿部物化探研究所提供;

益智样品: 采集于海南省陵水县;

土壤样品: 在 60℃ 电热恒温干燥箱中干燥后, 过 150 μm(100 目)筛;

植物样品则将根、茎、叶、果实分开, 依次用自来水和蒸馏水冲洗, 去除泥土和污物, 在 60℃ 电热恒温干燥箱中过夜、粉碎, 再于 60℃ 电热恒温干燥箱中干燥 4 h, 放在干燥器中备用。

1.2 仪器工作参数

(1) 石墨炉原子吸收仪主要工作参数

波长: 283.3 nm; 灯电流: 10 mA; 光谱通带: 0.5 nm; 进样量: 20 μL; BGC-D2 方式背景校正; 保护气: 氩气; 狹缝: 1.0 nm。

(2) 微波消解器工作参数见表 1。

表 1 微波消解器(12 个罐)工作参数

阶段	功率/W	升温时间/min	最高温度/℃	保持时间/min
1	1 600	5	120	3
2	1 600	3	150	3
3	1 600	3	180	15

2 结果与讨论

2.1 样品消化

(1) 消化体系的选择

比较了不同消解体系对样品的消解情况。由于植物样品中含一定量的硅酸盐, 因此对植物样品比较了 HNO₃+H₂O₂ 与 HNO₃+HF 消解体系; 土壤样品比较了王水与王水+HF 消解体系, 虽然 HNO₃+HF 与王水+HF 对样品消解较完全, 但考虑到使用

* 海南省自然科学基金资助性项目(20702); 海南省教育厅高等学校科学研究资助性项目(Hjkj2008-05)

收稿日期: 2009-06-21

HF会造成空白值增高,并且后续实验的赶酸也较为繁琐,因此分别选择 $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$ 与王水消解植物和土壤样品。

(2) 土壤样本的消化

精确称取 0.3 g 左右的土壤样品放入消解罐中,加入 10 mL 新配制的王水。开盖预消化 2 h 后,拧紧罐盖,放入微波消解炉中,按设定的程序进行微波消解,微波消解结束后在微波自动冷却系统中降温至 65℃ 以下,取出,缓慢打开放气阀,待消化罐中的气压和外界大气压一致后,开罐将试液倒出,用去离子水反复洗涤,试液与洗涤液合并,定容至 50 mL。静置取上清液转移至塑料瓶保存并放入冰箱中冷藏、待测。同时做样品空白。

(3) 植物样本的消化

精确称取 0.3 g 左右的植物样品放入消解罐中,加入 10 mL HNO_3 。开盖预消化 2 h 后,拧紧罐盖,放入微波消解炉中,按设定的程序进行微波消解,微波消解结束后在微波自动冷却系统中降温至 65℃ 以下,取出,缓慢打开放气阀,待消化罐中的气压和外界大气压一致后,开罐,加入 0.5 mL H_2O_2 溶解残渣,30 min 后,将试液倒出,用去离子水反复洗涤,试液与洗涤液合并,定容至 50 mL,溶液转移至塑料瓶保存并放入冰箱中冷藏、待测。同时做样品空白。

2.2 标准曲线的绘制

将 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的铅标准储备液用 5% 的 HNO_3 溶液逐级稀释为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 作为标准使用液,配制浓度为 0、5、10、20、50、80、100 ng/mL 的铅标准系列,分别进行测定。以浓度 x (ng/mL) 为横坐标,吸光强度 y 为纵坐标进行线性回归,回归方程为 $y = 0.00234x + 0.02685$,相关系数 $r = 0.9991$ 。

2.3 方法的精密度和准确度

精密称取国家标准物质杨树叶(GBW 07604)样品及红砖土(GBW 07407)样品各 3 份,按照供试样品方法进行制备,在选定的最佳参数下测定,结果见表 2。

2.4 样品测定

按 2.1 样品消解法处理土壤和益智器官样品,按 1.2 仪器最佳工作参数进行测定,结果见表 3、表 4。

3 结论

(1) 不同土层的土壤铅含量不同,表层和中层铅含量较接近,深层最低,测试结果与文献[3,4]报

表 2 精密度及回收率试验结果

样品	取样量/ g	标示量/ μg	实测值/ μg	回收率/ %	平均回收 率/%	RSD/ %
杨树叶 (GBW 07604)	0.2885	0.3750	0.3380	90.13	90.12	1.31
	0.2880	0.3744	0.3354	89.57		
	0.3033	0.3943	0.3575	90.67		
红砖土 (GBW 07407)	0.2910	3.2010	3.2676	102.08	101.86	1.86
	0.2955	3.2505	3.3025	101.60		
	0.2869	3.1559	3.2155	101.89		

表 3 土壤中 Pb 的含量

土壤深度/cm	铅含量/ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$
0~3(表层)	26.2932
3~12(中层)	24.4341
13~20(深层)	12.3529
平均值	21.0267

表 4 益智不同器官中 Pb 的含量

益智器官	铅含量/ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$	转移率/%
实根	2.0244	9.63
须根	2.9428	14.00
茎	0.2232	1.06
叶	1.0228	4.86
花	0.0203	0.09
果实	-	-

道的重金属主要集中在 0~10 cm 的土壤表层的结论相吻合。

土壤中铅含量为表层 26.2932 mg/kg 、中层 24.4341 mg/kg 、深层 12.3529 mg/kg ,以土壤中铅的平均含量 21.0267 mg/kg 计,远低于国家 I 类土壤环境质量要求的一级标准(35 mg/kg)^[5]。

(2) 益智的不同器官对铅的吸收、富集也不同,益智各器官中的铅含量由高至低依次为须根、实根、叶、茎、花,而采集的海南天然野生益智果实中未检测出重金属铅。但即使铅含量最高的须根,其浓度也远小于国家限量标准(5 mg/kg)。益智各器官对铅的吸收、富集能力比较弱。由表 4 数据可以看出,益智须根的铅含量最高,转移率为 14.00%,其次是益智的实根为 9.63%,表明益智的根部较其它器官富集铅的能力强;而益智的果实中未检测出铅含量。

实验结果表明,海南地理有利于益智的种植和生产。

参 考 文 献

- [1] 吴德玲,金传山,刘金旗,等.益智仁中总黄酮含量测定[J].安徽医学院学报,2005,24(6):38~40.
- [2] 贺玉琢.益智的研究(1):益智种子的成分研究[J].国外医学·中医中药分册,1996,18(6):53~60.
- [3] Piccolo A. Distribution of heavy metals in profiles of ahydromor-

phic soil system resenius [J]. Environmental Bulletin, 1992, 1 (1): 16-21.

[4] 王济, 王世杰, 欧阳自远. 贵阳市表层土壤中汞的环境地球化

学基线及污染研究[J]. 农业环境科学学报, 2007, 26(4): 1417-1421.

[5] GB 15618-1995 土壤环境质量标准[S].

RESEARCH ON THE Pb CONTENT IN ALPINIA OXYPHYLLA MIG AND ITS SOIL BY GFAAS

Fan Chunlei

(Public Lab Center of Hainan University, Haikou 570228, China)

Liang Zhenyi, Zhang Jingying, Jiang Wenchao

(College of Material Science and Chemical Engineering, Haikou 570228, China)

ABSTRACT Pb content in soil and different organs of alpinia oxyphylla mig was studied by graphite furnace atomic absorption spectrophotometry (GFAAS). Alpinia oxyphylla mig was one of the four South - China Medicine. The results showed that Pb in different organs of alpinia oxyphylla mig were 2.024 4 mg/kg for real roots, 2.942 8 mg/kg for fibrous roots, 0.223 2 mg/kg for stems, 1.022 8 mg/kg for leaves, 0.0203 mg/kg for flower, respectively. No Pb was detected in fruit. The Pb content of surface, middle and deep in soil was 26.293 2, 24.434 1, 12.352 9 mg/kg, respectively. The results showed that the Pb content in organs of alpinia oxyphylla mig was lower than national standards, and the geographical environment of Hainan province is suitable for planting the alpinia oxyphylla mig.

KEYWORDS heavy metal, Pb, alpinia oxyphylla mig, soil

一次性塑料饭盒新标准将强制执行

国家《塑料一次性餐饮具通用技术要求》将于 2009 年 12 月 1 日起施行。

(1) 旧标准太模糊

据悉,此前我国尚未有一性塑料餐具的国家标准,而是由每个企业制定企业标准,一次性塑料饭盒等不可降解餐具长期无标准可依,虽未明文禁止,却始终没有合法身份。

现在不少人关注自己用的饭盒是否可降解,国际食品包装协会常务副会长董金狮表示,可降解餐饮具事实上也未必符合“循环经济”的要求,即易回收、易处置、易消纳。而旧的“可降解餐饮具技术条件”也只是推荐性而非强制性的,并且缺乏明确的成分标准,因此,市面上假冒伪劣的所谓“可降解饭盒”大行其道。据厂家透露,生产可降解饭盒,其成本要比不可降解的高出 20%。而由于旧的技术标准难以保证执法力度,因此,早已明令禁止的一次性发泡塑料,长期难以绝迹。

(2) 新标准强制执行

一次性塑料餐具有了技术要求,但会否像以前“禁止发泡塑料”那样形同虚设呢?对此董金狮表示,新标准施行后,将对行业进行严格规范,对生产者、销售者、使用者作出三方规定,实行强制性标准,淘汰不合标准的生产企业,规范中小型企业。同时,工商等有关部门也将根据食品安全质量法等相关法规,对市场进行严格监管。他特别指出,新标准中对可降解餐饮具有更为具体、量化的成分要求,如“淀粉基”塑料一次性餐饮具,其淀粉含量不小于 40%,“生物降解”的可降解餐饮具,生物分解率需达到 60% 等,届时只要严格执行,那些假冒伪劣的“可降解”产品,市场份额可能萎缩。

(林)

我国计量用仪器仪表的发展和现状

计量仪器仪表原指专门用来测量水、气、电、油的压力、流量、温度的精密设备。包括上千个品种的产品,在 20 世纪的后 20 年里,微电子技术和通信技术得到了迅速发展。按照科学划分,现代计量包括科学计量、法制计量、工程计量 3 个方面。科学计量的任务是研制和建立计量基本标准装置,保证量值传递和溯源,为法制计量提供基本保障。法制计量的任务是对关系国计民生的重要计量器具和商品量计量行为由政府计量行政主管部门依法进行监管,确保相关量值准确。工程计量的任务是为全社会的其它测量活动进行量值溯源,提供计量校准,检测服务,在此基础上具体分为几何计量、温度计量、力学计量、电磁学计量、光学计量、声学计量、电子学计量、时间频率计量、电离辐射计量、化学计量。我国现有各类计量仪器企业六千多家,已经形成门类品种比较齐全,具有一定技术基础和生产规模的产业体系,成为亚洲除日本以外第二大计量仪器仪表生产国。

“九五”以来,我国计量仪器仪表产业总的形势是向前发展的。产品在微型化、集成化、智能化、总线化等发展方向上紧跟国际发展步伐,涌现出一批技术先进的新型产品,一批具有相当规模的民营企业的崛起,是我国计量仪器产业发展的新生力量。

虽然我国计量仪器仪表产业有了一定的发展,但远远不能满足国民经济科学研究、国防建设以及社会生活等各个方面日益增长的迫切需求,我国计量仪器产品,绝大部分属于中低档技术水平,而且可靠性、稳定性等关键性指标尚未全部达到要求,高档、大型仪器设备几乎全部依赖进口,中档产品以及许多关键零部件,国外公司占有国内市场 60% 以上的份额。

(化工仪器网)