

微波消解 - 火焰原子吸收光谱法测定芦苇笋中的镉

严 森, 凌其聪, 鲍征宇

(中国地质大学(武汉)地球科学学院, 湖北 武汉 430074)

摘要: 采用密闭微波消解 - 火焰原子吸收光谱法对洞庭湖区芦苇笋中的镉进行了测定。结果表明, 密闭微波消解是一种非常有效的植物样品前处理方法, 对国家标准物质灌木枝叶的测定结果与推荐值吻合, 表明该方法准确可靠。

关键词: 微波消解; 火焰原子吸收光谱法; 芦苇笋; 镉

中图分类号: O 657. 31 文献标识码: B 文章编号: 1006- 2009(2006) 01- 0025- 02

Detem ination of Cadm ium in Common Reed (Phragmites Communis) by M icrow ave Digestion and FAAS

YAN Sen, LING Q icong, BAO Zheng-yu

(The Faculty of Earth Science, Chinese Geosciences University, Wuhan, Hubei 430074, China)

Abstract Closed m icrow ave digestion and flame atomic absorption spectrophotometry was used to detem ine Cadm ium (Cd) concentrations in common reed (Phragmites communis) from Dongting Lake, Hunan Province. The results indicate that the method employed here is highly effective. This study also exhibits that the Cadm ium concentrations in the edible aboveground parts are beyond the national criteria for green food. Therefore, fresh common reed shoots should be care to eat.

Key words M icrow ave digestion; Flame atomic absorption spectrophotometry; Common reed (Phragmites communis); Cadm ium

在区域生态环境评价中往往需要测定生物样品中的重金属含量。镉作为有毒重金属元素的典型代表, 对人体存在着“三致”作用^[1], 并容易通过食物链在人体内富集。在我国近年来的国土资源大调查中发现了沿长江流域的镉异常带^[2-4]。洞庭湖是长江流域重要的过水性调蓄湖泊, 食用湖区产出的芦苇笋是否安全可靠成了人们关注的问题。目前国内外有关芦苇对重金属的吸收、积累、迁移和转化及重金属对芦苇毒害效应等方面的研究较多, 而有关芦苇笋中镉的分析方法尚未见报道^[5-11]。大量研究表明, 相比于传统的湿法消解和干灰化法, 密闭微波消解是一种非常有效的生物样品前处理方法^[12-14]。今采用密闭微波消解 - 火焰原子吸收光谱法测定洞庭湖区芦苇笋中的镉, 取得了满意的结果。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

MARS- 5 微波消解 萃取仪 (美国 CEM 公司); PEAA - 800 型原子吸收光谱仪 (美国 PE 公司); 镉空心阴极灯 (美国 PE 公司); Simplicity - 185 型去离子水机 (美国 Millipore 公司)。

1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 镉标准储备液, 国家标准物质研究中心; 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 镉标准工作液: 将 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 镉标准储备液用去离子水逐级稀释而成; 硝酸, 优级纯; 实验用水为二次蒸馏水和 Millipore 高纯去离子水。

1.2 仪器工作条件

波长 228. 8 nm; 狭缝 0. 7 nm; 灯电流 3. 0 mA; 乙炔流量 2. 5 L/min; 空气流量 17. 0 L/min。

1.3 样品制备

收稿日期: 2005- 06- 13; 修订日期: 2005- 11- 15

作者简介: 严 森 (1982-), 男, 湖北武汉人, 在读硕士生, 主要从事环境地球化学研究工作。

野外采集具有代表性的芦苇笋样品适量, 去除根部土壤, 用湖水现场清洗, 分割为地上部分和地下部分, 放入聚乙烯塑料袋中密封保存。在实验室中用二次蒸馏水将样品清洗干净, 于 80 °C 烘干至恒重, 然后用粉碎机粉碎, 过 40 目筛, 过筛后的样品再次于 80 °C 烘干至恒重。准确称取过筛后的样品 0.500 0 g 于 MARS-5 消解罐中, 加入 10 mL 浓硝酸, 采用匀速升温消解程序进行密闭消解。消解共分三步进行, 均采用全功率 1 200 W 加热, 首先从常温匀速升温至 120 °C, 升温时间 5 min, 保持 5 min; 然后升温至 150 °C, 升温时间 5 min, 保持 5 min; 最后升温至 180 °C, 升温时间 5 min, 保持 10 min。消解结束, 待冷却至常温再取出消解罐, 将消解液过滤并移入 25 mL 比色管中, 用去离子水定容, 摇匀备用, 同时做空白和标样各一份。

2 结果与讨论

2.1 校准曲线

选择非线性过原点的方法拟合校准曲线, 该方法的优点是分段逼近, 能更准确地分析校准曲线各标准点浓度范围内的元素含量。配制 0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.30 mg/L、0.50 mg/L 镉标准溶液系列测定, 所得校准曲线相关系数为 0.999 9。

2.2 样品测定

采用该方法测定芦苇笋样品, RSD < 3.0%, 结果见表 1。

表 1 芦苇笋样品测定结果^①

样品号	测定值 $w / (\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$		均值		RSD / %
	$w / (\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	$w / (\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	$w / (\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	$w / (\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1})$	
1-up	0.092	0.096	0.092	0.093	2.2
1-low	0.112	0.111	0.110	0.111	0.3
2-up	0.106	0.107	0.105	0.106	0.3
2-low	0.130	0.133	0.128	0.130	1.9
3-up	0.108	0.106	0.109	0.108	1.3
3-low	0.124	0.118	0.120	0.121	2.2
4-up	0.111	0.112	0.109	0.111	1.7
4-low	0.165	0.164	0.159	0.163	2.2
5-up	0.111	0.110	0.109	0.110	0.9
5-low	0.132	0.138	0.134	0.135	2.3

① - up 为芦苇笋地上部分, - low 为芦苇笋地下部分。

2.3 准确度

按照相同的前处理方法测定国家标准物质灌木枝叶 (GBW 07602) 中的镉, 测定值为

0.141 $\mu\text{g}/\text{g}$ 与推荐值 (0.140 \pm 0.006) $\mu\text{g}/\text{g}$ 非常吻合, 表明该方法准确可靠。

2.4 芦苇笋中的镉含量

由表 1 可见, 芦苇笋中的镉在地下部分 (主要是根部) 相对富集, 地上部分相对较低, 但均超过国家食品卫生标准限量 0.050 $\mu\text{g}/\text{g}$ ^[15]。其与底层土壤和地下水中镉含量的关系尚待进一步研究。

[参考文献]

- [1] 惠秀娟. 环境毒理学 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2003. 93-107.
- [2] 成杭新, 杨忠芳, 奚小环, 等. 长江流域沿江镉异常源追踪与定量评估的研究框架 [J]. 地学前缘, 2005, 12(1): 261-272.
- [3] 成杭新, 杨忠芳, 奚小环, 等. 长江流域沿江镉异常示踪与溯源的战略与战术 [J]. 第四纪研究, 2005, 25(3): 285-291.
- [4] 杨忠芳, 奚小环, 成杭新, 等. 区域生态地球化学评价核心与对策 [J]. 第四纪研究, 2005, 25(3): 275-284.
- [5] WEIS J S, WEIS P. M. et al. uptake, transport and release by wetland plants: implications for phytoremediation and restoration [J]. Environment International, 2004, 30: 685-700.
- [6] YE Z H, BAKER A J M, WONG M H, et al. Copper tolerance, uptake and accumulation by phragmites australis [J]. Chemosphere, 2003, 50: 795-800.
- [7] WINDHAM L, WEIS J S, WEIS P. Uptake and distribution of metals in two dominant salt marsh macrophytes: spartina alterniflora (cordgrass) and phragmites australis (common reed) [J]. Estuarine Coastal and Shelf Science, 2003, 56: 63-72.
- [8] WEIS P, WINDHAM L, BURKE D J. et al. Release into the environment of metals by two vascular salt marsh plants [J]. Marine Environmental Research, 2002, 54: 325-329.
- [9] WINDHAM L, WEIS J S, WEIS P. Lead uptake, distribution, and effects in two dominant salt marsh macrophytes: spartina alterniflora (cordgrass) and phragmites australis (common reed) [J]. Marine Pollut Bull, 2001, 42: 811-816.
- [10] 毕春娟, 陈振楼, 许世远. 芦苇与海三棱藨草中重金属的累积及季节变化 [J]. 海洋环境科学, 2003, 22(2): 6-9.
- [11] 江行玉, 王长海, 赵可夫. 芦苇抗镉污染机理研究 [J]. 生态学报, 2003, 23(5): 856-862.
- [12] SAAVEDR Y, GONZALEZ A, FERNANDEZ P, et al. A simple optimized microwave digestion method for multi-element monitoring in mussel samples [J]. Spectrochim Acta Part B, 2004, 59: 533-541.
- [13] 司文会, 解鹏, 王飞. 微波密闭消解 - 原子吸收光度法测定食品中镉 [J]. 食品科学, 2004, 25(10): 244-247.
- [14] 武晓军. 螺旋藻中的铅、镉微波消解 - 石墨炉原子吸收测定法 [J]. 职业与健康, 2005, 21(1): 37-38.
- [15] GB 15201-94. 食品中镉限量卫生标准 [S].