

# 微波消解-氢化物原子荧光 光谱法测定雷公藤中的铅和汞

徐金明,汪红姣,张 辉

(黄山学院 化学系,安徽 黄山 245041)

**摘 要:**采用微波消解法消解试样,应用氢化物-原子荧光光谱法测定雷公藤的微量铅和汞,对仪器条件和反应条件进行了选择、优化。铅和汞的回收率分别为96.1%~104.4%,93.7%~106.3%,相对标准偏差小于8%。该方法具有试剂用量少、检测快速、基体干扰小、准确度高等优点。

**关键词:**Pb;Hg;雷公藤;氢化物发生-原子荧光光谱法

**中图分类号:**O657.3 **文献标识码:**A **文章编号:**1672-447X(2010)04-0041-04

近年来对中药材中重金属残留的问题越来越引起人们的重视,搞好中药材中重金属残留的检测对于发扬我国传统医药并促使其走向世界有着重要的现实意义。铅和汞属于重金属残留中比较重要的两种,铅是药典所确定的有毒重金属之一,其最突出的生化作用就是与蛋白质上的巯基(-SH)有高度的亲和力,使蛋白质变性,进而对人体产生毒害。铅在人体中具有累积性,通过肠胃道吸收,严重损害神经系统、造血系统和消化系统,从而导致肌体免疫力降低。汞损害肾脏,造成肾功能衰竭,对脑组织造成损害。<sup>[1]</sup>不同国家和地区均对它们的残留有严格的限制,对两者的检测对于保证药品质量和用药安全有着重要的意义。

痕量汞的检测方法主要有冷蒸气原子吸收(CV-AAS)<sup>[2]</sup>、冷蒸气原子荧光(CV-AFS)<sup>[3,4]</sup>和电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)<sup>[5,6]</sup>等。近年来,由于冷蒸气原子荧光光谱法具有干扰小、灵敏度高、样品消耗量少等优点,而成为检测汞的常用方法。

在测定铅的常用方法中,国标方法规定的双硫脲比色法与火焰原子吸收光谱法的灵敏度较低,不适宜微量铅的测定,石墨炉原子吸收光谱法和

ICP-AES虽然灵敏度高,但仪器较昂贵。而氢化物发生-原子荧光光谱法是一种高效率、低成本的原子的荧光分析法,它的优点是能够将分析元素与可能引起干扰的样品基体分离,将分析元素充分富集,原子化效率相当高,灵敏度大大提高。<sup>[7-10]</sup>

使用氢化物发生-原子荧光光谱法测定了雷公藤中的铅和汞。通过对微波消解条件、氢化物发生和仪器条件的试验,降低了各个参数间的相互影响,对精密度、准确度以及检出限等进行了研究探讨,取得了满意的结果。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

AF-640型双通道原子荧光光谱仪(北京瑞利分析仪器公司),铅、汞空心阴极灯(北京有色金属研究总院);MDS-2003F微波消解仪(上海新仪微波化学科技有限公司);聚四氟乙烯消解罐;烘箱。

Pb标准贮备液(100mg/L):称取0.1600g硝酸铅,用10ml HNO<sub>3</sub>(1+9)溶液溶解,移入1000ml容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。Hg标准贮备液

收稿日期:2010-02-28

基金项目:安徽省教育厅自然科学基金项目(KJ2009B2752);黄山学院自然科学基金项目(2007xkjq014)

作者简介:徐金明(1970-),安徽望江人,黄山学院化学系讲师,研究方向为光谱分析。

(100mg/L): 准确称取 0.1354g 于干燥器中干燥过的二氯化汞,加入硫酸+硝酸+水混合酸(1+1+8)溶解后移入 1000ml 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。还原剂:①0.05%(W/V)NaBH<sub>4</sub> 溶液(用于测定汞):称取 1.0gNaOH 溶于 100ml 纯水中,溶解后加入 0.25g NaBH<sub>4</sub>,用水稀释至 500mL,摇匀;②1.5%(W/V)NaBH<sub>4</sub> 溶液(用于测定铅):称取 1gNaOH 溶于 500ml 蒸馏水中,溶解后加入 7.5gNaBH<sub>4</sub> 继续溶解,再加入 10gK<sub>3</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>,使其溶解完全。草酸溶液(10g/L):称取 1g 草酸,加入水溶解至 100ml,摇匀。

盐酸、硝酸为优级纯,其余试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水。

雷公藤:雷公藤(产地:湖北,2007 年 6 月 7 日)

## 1.2 实验方法

### 1.2.1 样品预处理—微波消解法

将待测样品在 50℃条件下烘 6h 除去水分,磨细。准确称取 0.5g 样品置于聚四氟乙烯消解罐内胆中,加入 3mL 浓 HNO<sub>3</sub> 和 2mLH<sub>2</sub>O<sub>2</sub>,盖上内胆盖。消解工步为:①0.5MPa、2min,②1.0MPa、2min,③1.5MPa、2min,④2.0MPa、2min。消解 5 次,然后合并,定容至 50mL。

### 1.2.2 仪器工作条件

见表 1 和表 2,载流:测定铅用 1.5%(V/V)HCl 溶液,测定汞用 5%(V/V)HNO<sub>3</sub> 溶液。

表 2 连续流动-间歇进样程序

步骤	1.采样	2.停	3.注入	4.停
流速(r/min)	100	0	100	0
时间(s)	8	4	自动生成	5

### 1.2.3 标准曲线法

吸取 0.5mg/L 铅标准溶液 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 于一系列 25mL 容量瓶中,加入草酸溶液 5.0mL,用 1.5%(V/V)HCl 溶液定容至刻度线。

吸取 0.5mg/L 汞标准溶液 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 于一系列 25mL 容量瓶中,用含有 0.5g/LK<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> 的 5%(V/V)HNO<sub>3</sub> 溶液定容至刻度线。

同时做空白溶液。

表 1 仪器工作条件

	负高压	灯电流	辅助阴极灯电流	载气流量	辅助气流量	原子化器温度	读数时间	延迟时间	积分方式
Pb	270V	80mA	0	700mL/min	0	300℃	15s	2s	峰面积
Hg	260V	40mA	0	500mL/min	500mL/min	200℃	18s	2s	

## 2 结果与讨论

### 2.1 仪器条件的优化

#### 2.1.1 负高压对测定铅、汞的影响

试验表明,铅、汞的测定值随负高压的增大而明显增加。当负高压增大时,铅、汞的荧光信号和噪声同时增加,且重现性较差。在满足灵敏度条件下尽可能选用较低的负高压,有利于延长光电倍增管的使用寿命。实验中测定铅、汞的负高压分别采用 270V、260V。

#### 2.1.2 原子化器温度对测定铅、汞的影响

过低的原子化器温度,原子化效率低。过高原子化器温度将导致灵敏度的下降。实验中测定铅、汞的原子化器温度分别采用 300℃、200℃。

#### 2.1.3 灯电流对测定汞的影响

试验表明,灯电流对荧光值影响较大,随灯电流的增大,铅、汞的荧光值均增大,但是考虑到过大的灯电流会降低灯的使用寿命。兼顾各种因素,实验中确定 80mA 和 40mA 分别作为测定铅、汞的灯电流。

#### 2.1.4 载气流量对测定汞的影响

试验显示,铅、汞荧光强度随载气流量的变化而变化,铅、汞的荧光强度在载气分别为 700 和 500mL·min<sup>-1</sup> 时达到峰值。

## 2.2 NaBH<sub>4</sub> 浓度的选择

测定铅:NaBH<sub>4</sub> 在 10-40g·L<sup>-1</sup> 范围内变化时,荧光强度随着 NaBH<sub>4</sub> 质量浓度的增加而增加,当 NaBH<sub>4</sub> 溶液浓度达 15g·L<sup>-1</sup> 时荧光强度最大。NaBH<sub>4</sub> 浓度太低,反应不完全,浓度太高,由于产生大量的活化态的氢而引起荧光淬灭,而且过多的氢气会导致火焰不稳定而使信号的重现性变差,信噪比也随之降低。故实验中选择 NaBH<sub>4</sub> 溶液质量浓度为 1.5%。

测定汞:NaBH<sub>4</sub> 在 0.01-1.0g·L<sup>-1</sup> 范围内,荧光强度变化不大,较低的 NaBH<sub>4</sub> 浓度还有利于抑制其他元素的干扰。实验中选择 NaBH<sub>4</sub> 溶液质量浓度为 0.05%。

2.3  $K_3Fe(CN)_6$  浓度的选择

铅有两种价态, 而在这个反应中只有 4 价铅才能与活化氢反应生成气态的铅烷, 并且铅烷只有在氧化剂或者螯合剂的存在下才能有较高的发生率, 所以在还原剂里加入铁氰化钾的目的是利用高价铁的强氧化性将 2 价铅氧化成 4 价铅。 $K_3Fe(CN)_6$ -草酸体系灵敏度高, 抗干扰能力强。 $K_3Fe(CN)_6$  既可作铅的氧化剂又可抑制铜的干扰, 草酸对 Cu、Au、Ag、Pt 等有较强的掩蔽作用。 $K_3Fe(CN)_6$  在 5-30g/L 范围内变化时, 荧光随  $K_3Fe(CN)_6$  溶液浓度的增大而增大, 在 15-25g·L<sup>-1</sup> 范围内趋于稳定, 考虑到其消除干扰的作用, 实验中选择  $K_3Fe(CN)_6$  溶液质量浓度为 20g·L<sup>-1</sup>。

2.4 共存离子干扰试验

以荧光强度值改变超过±10%判为干扰存在, 对汞(或铅)、锰、铁、钴、铜、锌、镉、锡、硒砷、碲、铋等 12 种元素进行了共存离子干扰实验。

在测定铅时, 高价铁盐及草酸可以掩蔽共存元素的干扰。在选定的实验条件下, 以 0.5mg·L<sup>-1</sup>Pb 标准溶液为例, Cu、Mn、Hg 浓度为 10.0mg·L<sup>-1</sup> 时未见干扰测定, As 浓度为 50.0mg·L<sup>-1</sup> 时未见干扰测定, 其他元素浓度为 100.0mg·L<sup>-1</sup> 时未见干扰测定。

在测定汞时, 在选定条件下, 以 0.5mg·L<sup>-1</sup>Hg 标准溶液为例, 形成氢化物元素 As、Sb、Bi 浓度为 50.0 mg·L<sup>-1</sup> 时未见干扰测定, 其他元素浓度为 100.0 mg·L<sup>-1</sup> 时未见干扰测定。

2.5 线性范围和精密度

按 1.2.3 所述实验方法, 在选定的最佳工作条件下测定铅和汞的荧光强度, 根据荧光强度与浓度的对应关系绘制标准曲线(见图 1-2)。铅和汞质量浓度在 0.01-0.10mg·L<sup>-1</sup> 范围时, 与其荧光强度有良好的线性关系, 线性方程和相关系数见图 1 和图 2 所示。连续 8 次测定铅和汞标准溶液, 相对标准偏差分别为 1.1%, 2.3%。

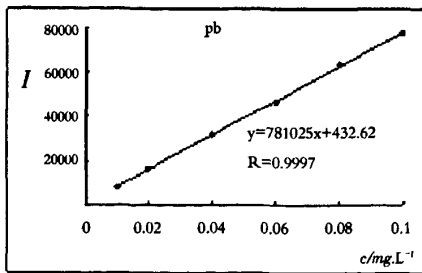


图 1 铅标准曲线

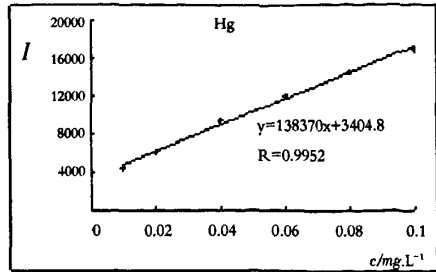


图 2 汞标准曲线

2.6 样品分析

按照 1.2.1 节方法处理的样品, 从 50mL 容量瓶中准确移取 8.0mL 样品溶液于 25mL 容量瓶中, 再按照标准溶液的配制方法配制样品溶液并进行测定, 计算出样品中铅和汞的含量, 并测定其回收率, 测定 5 次, 结果如表 3 所示。

表 3 样品分析结果

	本底值 mg·L <sup>-1</sup>	加标浓度 mg·L <sup>-1</sup>	回收率 %	相对标准 偏差%
Pb	0.049	0.04	96.1-104.4	5.6
Hg	0.023	0.02	93.7-106.3	7.9

经过计算, 该雷公藤中铅、汞的含量分别为: Pb=3.1mg/kg、Hg=1.4mg/kg。我国 2001 年制定的《药用植物及制剂进出口绿色行业标准》限定中药中 Pb≤5.0mg/kg、Hg≤0.2mg/kg。该雷公藤中的汞含量超过行业标准。

参考文献:

[1]刘毅, 邱昌贵, 中药中重金属研究综述微量[J]. 元素与健康研究, 2008, 25(4): 56-58.  
 [2]Pourreza N, Ghanemi K. Determination of mercury in water and fish samples by cold vapor atomic absorption spectrometry after solid phase extraction on agar modified with 2-mercaptobenzimidazole[J]. Journal of Hazardous Materials, 2009, 161: 982-987.  
 [3]Yu Li-Ping, Yan Xiu-Ping. Flow injection on-line sorption preconcentration coupled with cold vapor atomic fluorescence spectrometry and on-line oxidative elution for the determination of trace mercury in water samples[J]. Atomic Spectroscopy, 2004, 25: 145-153.  
 [4]Hong Wu, Yan Jin, Weiyang Han, et al. Non-chromatographic speciation analysis of mercury by flow injection on-line preconcentration in combination with chemical vapor generation atomic fluorescence spectrometry[J]. Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy, 2006, 61: 831-840.

- [5] Ito R, Kawaguchi M, Sakui N, et al. Stir bar sorptive extraction with in situ derivatization and thermal desorption - gas chromatography - mass spectrometry for trace analysis of methyl mercury and mercury(II) in water sample[J]. *Talanta*, 2009, 77: 1295-1298.
- [6] Jorgelina C. A. de Wuilloud, Rodolfo G. Wuilloud, María F. Silva, et al. Sensitive determination of mercury in tap water by cloud point extraction pre-concentration and flow injection-cold vapor-inductively coupled plasma optical emission spectrometry [J]. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 2002, 57: 365-374.
- [7] 俞丹宏, 徐永, 吴江林. 微波消解-氢化物原子荧光光谱法测定农产品中铅[J]. *理化检验(化学分册)*, 2007, (43(11)): 931-934.
- [8] 宋文同, 鲁立强, 汤志勇, 等. 氢化物发生-原子荧光光谱法测定中草药中的微量铅[J]. *分析实验室*, 2007, 26(12): 56-69.
- [9] Zhuo Wan, Zhang-Run Xu, Jian-Hua Wang. Flow injection on-line solid phase extraction for ultra-trace lead screening with hydride generation atomic fluorescence spectrometry[J]. *Analyst*, 2006, 131: 141-147.
- [10] Duan Taicheng, Song Xuejie, Jin, Dan et al. Preliminary results on the determination of ultratrace amounts of cadmium in tea samples using a flow injection on-line solid phase extraction separation and preconcentration technique to couple with a sequential injection hydride generation atomic fluorescence[J]. *Talanta*, 2005, 67: 968-974.

责任编辑: 胡德明

## Hydride Generation-Atomic Fluorescence Spectrometric Determination of Pb and Hg in *Tripterygium Wilfordii* with Microwave Assisted Sample Digestion

Xu Jinming, Wang Hongjiao, Zhang Hui

(Department of Chemistry, Huangshan University, Huangshan 245041, China)

**Abstract:** Hydride generation-atomic fluorescence spectrometric method was applied to the determination of Pb and Hg in *Tripterygium Wilfordii*. The sample was dissolved with  $\text{HNO}_3$  and  $\text{H}_2\text{O}_2$  in a tightly closed PTFE vessel and heated in a microwave oven under prescribed program. The operating conditions of the instrument and the conditions of chemical reaction were tested and optimized. Precision and recovery were obtained, with the recoveries in the range of 96.1%-104.4% and 93.7%-106.3% for Pb and Hg respectively, and the values of RSD's ( $n=5$ ) less than 8%. The method is characterized by low amount of reagent, fast detection, low level of matrix interference and high degree of accuracy, etc.

**Key words:** Pb; Hg; *Tripterygium Wilfordii*; Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry

作者: 徐金明, 汪红姣, 张辉, Xu Jinming, Wang Hongjiao, Zhang Hui  
作者单位: 黄山学院化学系, 安徽黄山, 245041  
刊名: 黄山学院学报  
英文刊名: JOURNAL OF HUANGSHAN UNIVERSITY  
年, 卷(期): 2010, 12(5)  
被引用次数: 0次

## 参考文献(10条)

1. 刘毅, 邱昌贵 [中药中重金属研究综述](#) 2008(4)
2. Pourreza N, Ghanemi K [Determination of mercury in water and fish samples by cold vapor atomic absorption spectrometry after solid phase extraction on agar modified with 2-mercaptobenzimidazole](#) 2009
3. Yu Li-Ping, Yan Xiu-Ping [Flow injection on-line sorption preconcentration coupled with cold vapor atomic fluorescence spectrometry and on-line oxidative elution for the determination of trace mercury in water samples](#) 2004
4. Hong Wu, Yan Jin, Weiyin Han [Non-chromatographic speciation analysis of mercury by flow injection on-line preconcentration in combination with chemical vapor generation atomic fluorescence spectrometry](#) 2006
5. Ito R, Kawaguchi M, Sakui N [Stir bar sorptive extraction with in situ derivatization and thermal desorption-gas chromatography-mass spectrometry for trace analysts of methyl mercury and mercury\(II\) in water sample](#) 2009
6. Jorgelina C. A. de Wuilloud, Rodolfo G. Wuilloud, Marla F. Silva [Sensitive determination of mercury in tap water by cloud point extraction pre-concentration and flow injection-cold vapor-inductively coupled plasma optical emission spectrometry](#) 2002
7. 俞丹宏, 徐永, 吴江林 [微波消解-氢化物原子荧光光谱法测定农产品中铅](#) 2007(11)
8. 宋文同, 鲁立强, 汤志勇, 金成国, 陈彩云 [氢化物发生-原子荧光光谱法测定中草药中的微量铅](#) 2007(12)
9. Zhuo Wan, Zhang-Run Xu, Jian-Hua Wang [Flow injection on-line solid phase extraction for ultra-trace lead screening with hydride generation atomic fluorescence spectrometry](#) 2006
10. Duan Taicheng, Song Xuejie, jin Dan [Preliminary results on the determination of ultratrace amounts of cadmium in tea samples using a flow injection on-line solid phase extraction separation and preconcentration technique to couple with a sequential injection hydride generation atomic fluorescence spectrometry](#) 2005

## 相似文献(10条)

1. 期刊论文 严重玲, 林鹏, 王晓蓉 [烟草叶片膜保护酶系统对土壤Hg, Cd, Pb胁迫的响应](#) -实验生物学报2002, 35(3)  
采用盆栽实验, 就烟草膜保护酶系统对土壤Hg, Cd, Pb胁迫的响应进行研究. 结果表明: 随着Hg, Cd, Pb浓度的增加, POD活性逐渐增加, CAT活性逐渐减小, SOD活性在三种元素共同作用时逐渐下降, 在元素单一或两两作用时, SOD活性呈单峰曲线, 但总体水平仍较低. 土壤Hg, Cd, Pb的这种影响表现出三元素共同作用>两两元素作用>单一元素作用. 影响的结果造成活性氧产生与清除之间的不平衡, 致使相关生理生化过程紊乱. 三种重金属对烟草活性氧清除系统的影响表现出明显地协同作用.
2. 外文期刊 Plesch G., Strbik V., Mair M., Gritzner G., Benacka S., Sargankova I., Buckuliakova A., Chromik S. [Thin\(Hg, Pb\) Ba2CaCu2Oy films prepared from thermally evaporated precursors by post annealing in Hg-atmosphere](#)

Superconducting (Hg,Pb)Ba<sub>2</sub>Cu<sub>2</sub>O<sub>y</sub> thin films have been prepared in a two step process. Approximately 0.2- $\mu$ m thick Ba-Ca-Cu-O or Pb-Ba-Ca-Cu-O precursor films have been deposited on MgO (100) monocrystalline substrates by a sequential evaporation method. Hg was then introduced into the precursor in a closed silica tube, The surface morphology was characterized by SEM, the composition of the superconducting phase was determined by wave dispersive X-ray electron microanalysis. Phase identification was carried out by X-ray diffraction. The c-axis-oriented plate-like crystals of the Hg-1212 and (Hg,Pb)-1212 phase were weakly connected. Although coverage of the substrate was uneven, we were able to measure transport superconductivity. The partial substitution of Hg by Pb did not significantly influence the T-c values. For both the Pb-free and Pb-doped Hg-1212 samples T-c(0n)-values of about 132 K and the zero resistance temperatures T-c(0) from 105 to 117 K were determined. (C) 1998 Elsevier Science B.V. All rights reserved.

[References: 22]

### 3. 期刊论文 [焦帅, 阮榕生, 刘玉环, 彭红, 刘建强, 曾稳稳, 韩东平, 李瑞贞, 周厚德](#) [Pb<sup>2+</sup>·Hg<sup>2+</sup>对平菇菌丝生长的影响及中微量元素对Hg<sup>2+</sup>的拮抗解毒效应](#) - [安徽农业科学](#)2010, 38(1)

[目的]研究Pb<sup>2+</sup>、Hg<sup>2+</sup>对平菇菌丝生长的影响,探索元素Ca<sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup>、Fe<sup>2+</sup>与Hg<sup>2+</sup>之间的拮抗效应。[方法]以平菇1012菌株为材料,采用含不同浓度梯度重金属及中微量元素的培养基进行平板培养试验,观察、测定菌丝生长情况。[结果]Pb<sup>2+</sup>浓度为0.5~8.0 mg/L对平菇菌丝的生长没有不良影响,甚至有不显著的促进作用,Pb<sup>2+</sup>浓度高于10.0 mg/L,抑制平菇菌丝的生长,Pb<sup>2+</sup>浓度达到50.0 mg/L时,平菇菌丝的生长受到极显著抑制(P≤0.003),当Pb<sup>2+</sup>浓度≥100.0 mg/L时,菌丝萌发后立即陷入停顿、死亡。Hg<sup>2+</sup>对平菇的毒性强于Pb<sup>2+</sup>,从其低浓度开始就对平菇菌丝的生长表现抑制作用,当Hg<sup>2+</sup>浓度为15 mg/L时,抑制作用显著(P<0.05)。向含浓度15 mg/L Hg<sup>2+</sup>的平板培养基中分别添加碱土元素Ca<sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup>和微量元素Fe<sup>2+</sup>,对Hg<sup>2+</sup>抑制平菇菌丝生长的毒害有一定的拮抗解毒效果,其中又以添加浓度1 000 mg/L的Ca<sup>2+</sup>效果最好。[结论]该研究对于控制食用菌重金属富集具有重要的参考价值。

### 4. 期刊论文 [金献忠, 陈建国, 杨文潮, 潘炜娟, JIN Xian-zhong, CHEN Jian-guo, YANG Wen-chao, PAN Wei-juan](#) [激光烧蚀-电感耦合等离子体质谱法测定塑料中的Pb、Cd、Cr和Hg - 分析试验室](#)2010, 29(3)

采用激光烧蚀固体进样技术的电感耦合等离子体质谱法(LA-ICP-MS)测定了塑料中的Pb、Cd、Cr和Hg。选择了扫描激光烧蚀方式,并从灵敏度和稳定性角度优化了工作参数。根据计算因子考察了分馏效应,结果表明,所测元素分馏效应小。塑料中Hg的记忆效应严重,认为主要来自样品表面吸附,减小样品的表面积可减小Hg的记忆效应。以聚丙烯标准物质及其空白片作校准曲线,应用于ABS、PPS、PA66+30% GF、PVC、PTFE等实际塑料样品的测定,测定结果与ICP-OES(XRF)法测定值基本吻合。Pb、Cd、Cr和Hg的检测下限分别为0.002、0.001、0.08和1.5 mg/kg。

### 5. 期刊论文 [廖永岩, 陈润锋, LIAO Yongyan, CHEN Runfeng](#) [Cu、Pb、Cd、Hg亚致死浓度对三疣梭子蟹幼体的影响](#) - [环境科学学报](#)2007, 27(8)

为了解海洋重金属污染对三疣梭子蟹的危害,进行了Cu、Pb、Cd、Hg对三疣梭子蟹幼体影响的试验。结果发现,当Cu浓度为0.005mg·L<sup>-1</sup>(Cu渔业水质标准的1/2倍,简称1/2倍组,下同)以下时,蟹幼体能正常发育至2期幼蟹;Cu浓度为0.01 mg·L<sup>-1</sup>(1倍组)时蟹幼体也能发育至2期幼蟹,但在试验第19d全部死亡;Cu浓度为0.02 mg·L<sup>-1</sup>(2倍组)蟹幼体仅发育至1期后就全部死亡;Cu浓度为0.04mg·L<sup>-1</sup>(4倍组)和0.08 mg·L<sup>-1</sup>(8倍组)时蟹幼体只能发育至大眼幼体就全部死亡。Pb浓度为0.025 mg·L<sup>-1</sup>(1/2倍组)、0.0125 mg·L<sup>-1</sup>(1/4倍组)时,蟹幼体能正常发育至2期幼蟹;Pb浓度为0.05 mg·L<sup>-1</sup>(1倍组)时蟹幼体能发育至2期幼蟹,但在试验的第20d全部死亡;Pb浓度为0.1 mg·L<sup>-1</sup>(2倍组)和0.2 mg·L<sup>-1</sup>(4倍组)时,幼体仅发育至1期幼蟹就全部死亡;Pb浓度为0.4 mg·L<sup>-1</sup>(8倍组)时,幼蟹仅能发育至Z4就全部死亡。Cd浓度为0.00125 mg·L<sup>-1</sup>(1/4倍组)时,蟹幼体能正常发育至2期幼蟹;Cd浓度为0.0025 mg·L<sup>-1</sup>(1/2倍组)仅有1期幼蟹出现,至试验结束时虽未死亡,但未能变态为2期幼蟹;Cd浓度为0.005 mg·L<sup>-1</sup>(1倍组),仅只有1期幼蟹出现就全部死亡;Cd浓度为0.01mg·L<sup>-1</sup>(2倍组)、0.02 mg·L<sup>-1</sup>(4倍组)时,仅只能发育至大眼幼体就全部死亡;Cd浓度为0.04 mg·L<sup>-1</sup>(8倍组),幼体仅能发育至Z4就全部死亡。Hg浓度为0.0005 mg·L<sup>-1</sup>(1倍组)时,三疣梭子蟹幼体均能正常发育至2期幼蟹;Hg浓度为0.001 mg·L<sup>-1</sup>(2倍组)只能发育至1期幼蟹就全部死亡;Hg浓度为0.002 mg·L<sup>-1</sup>(4倍组)、0.004 mg·L<sup>-1</sup>(8倍组)仅能发育至Z4就全部死亡。以上结果说明,Cu浓度为0.005mg·L<sup>-1</sup>(1/4倍组),Pb浓度为0.025 mg·L<sup>-1</sup>(1/2倍组)、Cd浓度为0.00125 mg·L<sup>-1</sup>(1/4倍组)和Hg浓度为0.000125 mg·L<sup>-1</sup>(1/4倍组)以下进行三疣梭子蟹幼体培育比较安全。

### 6. 期刊论文 [黄旭光, 李顺兴, 马晓霞, HUANG Xu-guang, LI Shun-xing, MA Xiao-xia](#) [Pb\(II\)、Hg\(II\)在两种海藻中的吸附和竞争吸附](#) - [漳州师范学院学报\(自然科学版\)](#) 2008, 21(2)

研究重金属(Pb(II)、Hg(II))在中肋骨条藻(Skeletonema costatum)和链状亚历山大藻(Alexandrium catenella)细胞上的吸附和竞争吸附。实验结果表明,Pb(II)、Hg(II)在两种海藻上竞争吸附时,Pb(II)在海藻细胞表面的竞争吸附平衡快于Hg(II)。竞争吸附平衡时,藻细胞表面Hg(II)对Pb(II)的影响小于15%,Pb(II)对Hg(II)的影响大于50%。96h培养后,两金属竞争环境下的海藻细胞吸附(吸收)的重金属量明显高于单一重金属作用的海藻细胞的吸附(吸收)量。

### 7. 期刊论文 [程东祥, 李绪谦, CHENG Dongxiang, LI Xuqian](#) [固定化WAS吸附剂净化Pb\(II\)和Hg\(II\)污染水体影响因素研究](#) - [河北科技大学学报](#)2010, 31(2)

采用固定化WAS吸附剂,净化Pb(II)和Hg(II)污染水体影响,结果表明:该吸附剂吸附2种重金属离子时呈现出不同的规律,吸附Pb(II)的最佳条件为在25℃,200 mL,质量浓度为99.23 mg/L,pH值为5,WAS与固化剂的包埋比例(质量比)为1:5,振荡吸附1 h,最大吸附率为71.00%,吸附量为14.20 mg/g;吸附Hg(II)的最佳条件为在25℃,质量浓度为99.87 mg/L,pH值为4,WAS与固化剂的包埋比例(质量比)为1:5,振荡吸附1 h后,最大吸附率为60.60%,吸附量为12.12 mg/g。在所实验的质量浓度范围内,基本符合经典Langmuir等温吸附模型,固定化WAS吸附Pb(II)和Hg(II)的表现最大吸附量分别为68.50 mg/g和66.67 mg/g,为固定化WAS吸附剂净化Pb(II)和Hg(II)污染水体应用研究提供可靠依据。

### 8. 期刊论文 [郭锋, 樊文华, GUO Feng, FAN Wen-hua](#) [不同浓度Hg<sup>2+</sup>、Cr<sup>3+</sup>和Pb<sup>2+</sup>单一胁迫对绿豆膜脂过氧化物含量及抗氧化酶活性的影响](#) - [核农学报](#)2009, 23(6)

研究了不同浓度Hg<sup>2+</sup>、Cr<sup>3+</sup>和Pb<sup>2+</sup>胁迫条件下,绿豆花荚期叶片中膜脂过氧化物(MDA)含量及抗氧化酶,包括超氧化物歧化酶(SOD)、过氧化物酶(POD)和过氧化氢酶(CAT)活性的变化情况。结果表明,Hg<sup>2+</sup>、Cr<sup>3+</sup>和Pb<sup>2+</sup>胁迫后,随着浓度的升高,绿豆叶片中MDA含量也逐渐升高,与对照相比,均差异显著。在Cr<sup>3+</sup>和Pb<sup>2+</sup>胁迫下,绿豆叶片中SOD酶活性随着浓度的升高呈现升高的趋势;在低、中浓度Hg<sup>2+</sup>胁迫下,SOD酶活性低于对照,但高浓度下,SOD酶活性高于对照。Hg<sup>2+</sup>处理后,POD酶活性随着浓度的增加,表现出先升高后降低又升高的趋势;低、中浓度Cr<sup>3+</sup>处理使绿豆叶片内POD活性降低,但在高浓度时表现出POD活性增强;随着Pb<sup>2+</sup>处理浓度的增加,POD活性逐渐降低。Hg<sup>2+</sup>和Cr<sup>3+</sup>处理使CAT活性升高,但Pb<sup>2+</sup>处理后,CAT活性随浓度的升高先下降,再升高,然后又下降。研究表明Pb<sup>2+</sup>对绿豆的生态毒性较大。

### 9. 期刊论文 [金兴良, 李华斌, 荆淼, 庄峙厦, 王小如, JIN Xing-liang, LI Hua-bin, JING Miao, ZHUANG Zhi-xia, WANG Xiao-ru](#) [常压湿式消解/常压微波消解-原子光谱法测定近海海洋生物体中Cu、Pb、Cd与Hg、As - 分析试验室](#) 2008, 27(11)

采用常压湿式消解、常压微波消解两种方法处理近海海洋生物体,以石墨炉原子吸收法测定Cu、Pb、Cd和氢化物发生原子荧光法同时测定Hg、As。实验表明,以常压湿式消解法处理生物体,其Cu、Pb、Cd回收率分别为92%、103%、105%,而Hg、As的回收率分别是52%、58%。以常压微波消解法处理生物体,其Cu、Cd、Hg、As回收率分别为86%、94%、112%、94%,但用于Pb的测定,其回收率严重偏低。常压湿式消解、常压微波消解分别被用于海洋生物体样品中Cu、Pb、Cd和Hg、As的测定,有较好的测定结果。

10. 期刊论文 [刘爱华](#). [杨忠芳](#). [张本仁](#). [汤奇峰](#). [马晓可](#). [金立新](#). [Liu Aihua](#). [Yang Zhongfang](#). [Zhang Benren](#). [Tang Qifeng](#). [Ma Xiaoke](#). [Jin Lixin](#) [水稻土中Hg, Cd, Pb和As的空间变异性特征及相关影响因素探讨--以四川孝泉地区为例](#) -[第四纪研究](#)2005, 25(3)

以四川孝泉地区水稻土为研究对象,利用地质统计学方法,系统地研究了水稻土中Hg, Cd, Pb和As含量的空间分布特征和空间变异性特征,就可能的影响因素进行讨论并得出结果:1)孝泉地区水稻土中Hg, Pb和As含量的空间自相关尺度分别为10.4km, 3.8km和5.1km,且为中等程度相关;Cd在所研究的尺度上不表现明显的空间相关性.2)城镇生活、生产废弃物无序排放,铁路、公路运输,农业施肥、灌溉等因素对孝泉地区水稻土中Hg, Cd, Pb和As含量的空间变异性均有不同程度的影响.3)运用地质统计学方法处理多目标地球化学调查数据能有效地提取地球化学变量的空间结构信息并能在不同尺度上检验取样网度的合理性.

本文链接: [http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical\\_hsxxyb201005014.aspx](http://d.wanfangdata.com.cn/Periodical_hsxxyb201005014.aspx)

授权使用: 黄山学院学报(qkhsxy), 授权号: 75405850-098c-43c0-b1d3-9ebd00b8181d

下载时间: 2011年4月6日