

微波消解-原子荧光光谱法测定循环种植土壤中的硒

郑亮 朱妙琴*

(浙江外国语学院 科技学院, 杭州 310012)

摘要 采用微波消解-原子荧光光谱法测定循环种植土壤中硒,优化了微波的消解条件和仪器的工作条件,建立了循环有机国药种植土壤中硒的快速分析方法。实验的标准偏差小,重现性、精密度好,平均加标回收率为102.3%。方法快速、准确、可靠,操作简单环保。三年有机国药循环种植土壤中硒含量为0.428 8 mg/kg,两年有机国药循环种植土壤中硒含量为0.350 4 mg/kg。

关键词 微波消解;原子荧光光谱法;土壤;硒测定

中图分类号:O657.31;TH744.16 **文献标志码**:A **文章编号**:2095-1035(2013)03-0021-03

Determination of Se Content in Cyclically Planting Soil by Microwave Digestion-Atomic Fluorescence Spectrometry

ZHEN Liang, ZHU Miaoqin*

(School of Science and Technology, Zhejiang Foreign Studies University, Hangzhou, Zhejiang 310012, China)

Abstract A microwave digestion-atomic fluorescence spectrometry method was established to fast determining Se in the soil for cyclically and organically planting traditional Chinese medicine. The conditions for sample digestion and instrument operation were optimized. The method has small standard deviation, good repeatability and precision. The average recovery for Se is 102.3%. The method is simple, fast, accurate, reliable and environmentally friendly. The Se contents in the soil, in which the traditional Chinese medicine had been cyclically and organically planted for three years and two years are 0.428 8 mg/kg and 0.350 4 mg/kg, respectively.

Keywords microwave digestion; AFS; soil; Se determination

0 前言

硒是自然环境中普遍存在的元素之一,近年来不断发现它与人类健康有着密切的关系,摄入量过多或过少都会引起疾病^[1]。硒由土壤进入植物体,通过食物链控制人和动物体的硒营养^[2],因此土壤中硒含量的测定研究非常有必要。土壤中的硒包括元素硒、亚硒酸盐、硒酸盐和有机硒等多种形态,全硒是指各种形态硒的总和。目前土壤样品的消化法有普通和微波辅助消化法^[3]。土壤中硒含量的测定方法有分光光度法,氢化物-原子吸收光谱法、石墨

炉原子吸收法、电化学法、气相色谱法、荧光法、氢化物-原子荧光光谱法^[4-5]等。原子荧光光谱法具有方法简单,灵敏度高,准确性好以及测定范围宽等特点^[6]。本文通过优化消解条件和测定条件,建立了用微波消解-原子荧光光谱法测定有机国药循环种植土壤中的全硒含量的方法。

1 实验部分

1.1 主要仪器

Multiwave3000 微波消解仪(奥地利安东帕公司),AFS-930 型双道原子荧光计(北京吉天仪器有

收稿日期:2013-04-20 修回日期:2013-05-16

作者简介:郑亮,男,学生。

* 通信作者:朱妙琴,女,教授,主要从事药植物及食品中有效成分的分析与检测。E-mail:zmq@zisu.edu.cn

限公司),电热板,硒特制空心阴极灯等。

1.2 实验样品与试剂

循环有机国药种植土壤(浙江武义公司);硝酸、氢氟酸、盐酸(优级纯),过氧化氢(分析纯)。

硼氢化钾溶液(10 g/L),硒标准储备溶液(100 mg/L),硒标准工作溶液(0.1 mg/L),载流盐酸溶液(5%),铁氰化钾溶液(10 g/L)。

1.3 仪器工作条件

仪器工作条件见表 1、表 2。

表 1 32 位微波消解仪设置条件
Table 1 The settings for the 32-digit microwave-digestion apparatus

功率/W	爬坡时间/min	维持时间/min	Fan
400	5	10	1
600	10	5	1
800	15	20	1

表 2 AFS-9230 原子荧光光度计工作参数
Table 2 The operating parameters for the AFS-9230 atomic florescence spectrometer

元素	A 道 Se
电倍增管负高压/V	270
原子化器高度/mm	8
灯电流/mA	80
载气流量/(mL·min ⁻¹)	400
屏蔽气流量/(mL·min ⁻¹)	800
读数时间/s	9
延时时间/s	1.0
有效测量次数	1
重复次数	1

1.4 样品处理与测定

准确称取待测土壤样品 0.20 g(精确至 0.000 1 g)于微波消解罐内,加消解液(4 mL 硝酸,2 mL 过氧化氢,4 mL 氢氟酸)放置过夜,次日置于消解仪内,按表 1 设定程序进行消解。消解完成后,用硝酸溶液(0.5%)定容,待测,同时做试剂空白。

2 结果与讨论

2.1 工作曲线制作

准确移取 2.5 mL 硒标准溶液(0.1 mg/L)至 25 mL 比色管中,加入 1 mL 铁氰化钾溶液为掩蔽剂,用盐酸溶液(5%)定容到刻度。仪器设置为自动进样,标准系列溶液分别为 1.00,2.00,4.00,6.00,10.00 μg/L。工作曲线的线性方程为: $A=25.452C+0.8823$,相关系数为 $R^2=0.9999$,线性关系良好。

2.2 循环土壤中硒含量测量

按 1.4 样品处理与测定方法,测定循环土壤中硒含量,测量结果见表 3。

表 3 数据表明:循环国药种植土壤的硒含量比普通土壤的硒含量高,具有更好的种植价值。循环种植国药土壤硒的含量大于 0.428 8 mg/kg,当土壤中的硒含量富集到大于 0.4 mg/kg 时即为富硒土壤。有机循环种植时间越长,土壤中硒含量越高,其中原因有待进一步深入研究。

2.3 加标回收率实验

按 1.4 样品处理与测定方法,测定标准土壤样品的平均回收率($n=5$),结果见表 4。

表 3 循环种植土壤中硒含量测量结果
Table 3 The Se contents in the cyclically planting soil samples

样品编号	类型	样品质量/g	A 道荧光度	A 道浓度	测量值/(mg·kg ⁻¹)	平均值/(mg·kg ⁻¹)	相对标准偏差 RSD/%
S. BLK	样品空白	0	5.39	0.177			
Soil1-1	样品	0.208 6	96.19	3.568	0.427 6	0.428 8	0.365
Soil1-2	样品	0.190 7	88.08	3.249	0.425 9		
Soil1-3	样品	0.220 9	102.75	3.825	0.432 9		
Soil2-1	样品	0.208 2	78.49	2.872	0.344 9	0.350 4	0.657
Soil2-2	样品	0.208 5	79.39	2.908	0.348 7		
Soil2-3	样品	0.215 1	83.73	3.078	0.355 7		

表 4 加标回收率实验($n=5$)
Table 4 The recovery of Se in the stand soil sample

元素	标准样品编号	标准值/(mg·kg ⁻¹)	测定平均值/(mg·kg ⁻¹)	回收率/%	RSD/%
Se	GSS-3 指控样	0.094±0.004 5	0.095 87	102.3	1.12

表 4 数据表明:标准土壤样品的测量值和标准值较接近,在允许误差范围内,标准土壤样品的回收率为 102.3%,说明微波消解法可以较好地应用于土壤中的硒消化。实验的标准偏差小,重现性、精密度较高。

3 结语

建立了微波消解-原子荧光光谱法测定循环种植土壤中硒含量的方法。实验结果具有较好精密度,稳定性良好,数据准确可靠,结果令人满意。微波消解操作过程中污染少,更有利于操作者的安全。实验结果显示,该国药循环种植土壤中硒含量比普通土壤高,属于富硒土壤。

参考文献

[1] 朱传风,贾三春. 甘肃省土壤中硒背景值的调查研

究[J]. 甘肃环境研究与监测,1991,14(2):4-7.
[2] 李辉勇,金密,刘灿明,等. 土壤硒的荧光法测定[J]. 湖南农业大学学报,2005,31(4):370-372.
[3] 黄凤妹. 微波消解-电感耦合等离子体检测土壤中 16 种稀土元素[J]. 中国无机分析化学,2012,2(1):43-46.
[4] 鲁绪会,王浩东,周云,等. 氢化物-原子荧光法测定土壤硒含量的样品处理研究[J]. 安徽农业科学,2008,36(34):14843-14845.
[5] 张维宇,张士秀,倪天增. 程序控温石墨消解-原子荧光光谱法测定土壤中的硒[J]. 中国无机分析化学,2011,1(4):36-39.
[6] 袁菊,洪涛,陈凤凰,等. 微波消解-氢化物发生原子荧光法测定土壤中硒[J]. 贵州工业职业技术学院学报,2011,6(1):54-56.

仪器信息网讯:由仪器信息网人才频道(job.instrument.com.cn)发布的信息显示,今年以来,岛津、安捷伦、珀金埃尔默、赛默飞世尔等主要科学仪器厂商正在不同幅度进行裁员。

今年,我国将有 699 万名普通高校毕业生,比去年增加 19 万人,成为新中国成立以来大学毕业生最多的一年。与此同时,招聘岗位却大幅减少,部分用人单位甚至进行裁员,媒体惊呼“史上最难就业季”到来。

为充分发挥仪器信息网人才频道求职/招聘供需平台的作用,2013 年 8 月 1 日,由仪器信息网人才频道发起,联合科学仪器相关大专院校、协会/学会组织等共同建立科学仪器及分析测试行业首个大学生实习/就业基地。

仪器信息网人才频道希望籍“基地”搭建起企业与求职者之间的全新交流平台,双方可借助在线平台实现无地域障碍的便捷交流。在 <http://www.instrument.com.cn/job/special/?sid=5> 页面上,仪器信息网把各招聘用人单位的实习/应届生职位需求信息,以重点 LOGO 推荐、普通展区和专场联盟 3 种形式进行集中展现。

有志于从事科学仪器事业的大学生,可在仪器信息网人才频道注册完整简历,并搜索符合自己的职位信息后,通过简历投递系统直接把简历发送给用人单位。用人单位看到信息后会主动和大学生进行联系,最终实现供需双方精准对接。

大学生实习/就业基地除了以线上展示职位信息外,还会陆续开展以下活动:

- 1. 大学生职业生涯规划讲座;
- 2. 高校分析测试中心走访;
- 3. 名企校园双选会;
- 4. 毕业论文设计大奖赛;
- 5. 名企 HR 访谈——如何进入名企。

据了解,目前仪器信息网人才频道已经和北京化工大学、清华大学、天津大学、北京航空航天大学、北京服装学院等知名大学达成了合作。

更多信息,敬请关注仪器信息网人才频道 job.instrument.com.cn

(仪器信息网 供稿)