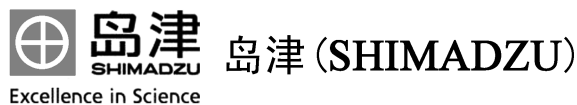


盖荣银, 孙友宝, 马晓玲, 等. 二乙烯三胺五乙酸提取结合火焰原子吸收光谱法测定土壤中的有效态元素[J]. 环境化学, 2016, 35(5): 1096-1097

GAI Rongyin, SUN Youbao, MA Xiaoling, et al. Determinate the available elements in soil extracted by DTPA solution with Flame Atom Absorption Spectrometry[J]. Environmental Chemistry, 2016, 35(5): 1096-1097



## 二乙烯三胺五乙酸提取结合火焰原子吸收光谱法测定土壤中的有效态元素

盖荣银\* 孙友宝 马晓玲 王娟娟 邓晓丽 黄涛宏

(岛津企业管理(中国)有限公司全球应用技术支持中心, 上海, 200052)

**摘 要** 参考《GB/T 23739—2009 土壤质量 有效态铅和镉的测定 原子吸收法》方法标准, 采用二乙烯三胺五乙酸(DTPA)作为提取剂, 提取土壤中有有效态 Cd、Cu、Ni 和 Pb 元素. 该提取方法操作简单、快捷, 不同于传统的元素全量消解方法, 无需添加高腐蚀性、高氧化性的强酸. 火焰原子吸收法测定具有操作性强、步骤简单、分析成本低、准确度高等优点. 实验结果表明, 该方法线性相关系数良好,  $r > 0.9995$ , 精密度  $RSD < 2.5\%$ , 测定结果与土壤 GBW07414a 标准值吻合.

**关键词** 土壤, 二乙烯三胺五乙酸, 有效态元素.

## Determinate the available elements in soil extracted by DTPA solution with Flame Atom Absorption Spectrometry

GAI Rongyin\* SUN Youbao MA Xiaoling WANG Juanjuan DENG Xiaoli HUANG Taohong

(Shimadzu (China) Co., Ltd., Shimadzu Global COE for Application & Technical Development, Shanghai, 200052, China)

近年来, 土壤的重金属污染日益受到公众的重视. 土壤的重金属污染通过粮食、蔬菜及向水体的渗透等方式严重威胁着人们的健康. 早期的研究及标准中, 通常以土壤中金属元素的全量值衡量土壤中重金属污染的等级, 然而近期的研究表明, 因土壤类型、污染源等原因, 土壤中金属元素存在着不同的形态, 它不仅包含水溶态、酸溶态、螯合态和吸附态, 还包括能在短期内释放为植物可吸收利用的某些形态. 因不同形态的金属元素表现出的生物吸收、转移不同, 不能简单的用金属元素在土壤中的全量值衡量其对食物链及生态环境造成的影响, 而应该用其在土壤中存在的有效态衡量其对环境及周围生态系统造成的影响.

目前, 对土壤中有有效态金属元素含量测定的研究日趋成熟, 对土壤有效态的浸出液选择及浸出方法等有了系统的认识. 本文参考《GB/T 23739—2009 土壤质量 有效态铅和镉的测定 原子吸收法》和《ISO 14870—2001》标准方法研究了建立二乙烯三胺五乙酸(DTPA)浸提剂提取土壤中有有效态镉、铜、镍和铅含量的原子吸收光谱分析方法. 该方法具有操作性强、步骤简单、分析成本低、准确度高等优点, 在目前原子吸收光谱法仍然是国内检测机构元素分析主要方法的背景下, 可以迅速推广.

### 1 实验部分

#### 1.1 仪器及试剂

岛津 AA-7000 原子吸收光谱仪(岛津制作所). 实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液(1+1)浸泡 24 h 后, 用去离子水冲洗, 干燥备用.

实验所用三乙醇胺(上海安谱实验科技股份有限公司)、二乙烯三胺五乙酸(上海安谱实验科技股份有限公司)和盐酸(国药集团化学试剂有限公司)为优级纯试剂, 二水合氯化钙(上海安谱实验科技股份有限公司)为分析纯试剂, 实验用水为超纯去离子水.

土壤有效态成分分析标准物质 GBW07414a(地球物理地球化学勘察研究所). 仪器工作条件如表 1 所示.

\* 通讯联系人, E-mail: sshgry@shimadzu.com.cn

表 1 仪器工作条件

元素	波长/nm	灯电流/mA	狭缝/nm	点灯方式	火焰类型	燃烧头高度/mm	燃气流量/(L·min <sup>-1</sup> )	助燃气流量/(L·min <sup>-1</sup> )
Cd	228.8	8	0.7	BGC-D2	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	1.8	15
Cu	324.8	8	0.7	BGC-D2	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	1.8	15
Ni	232.0	12	0.2	BGC-D2	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	1.6	15
Pb	283.3	10	0.7	BGC-D2	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	2.0	15

### 1.2 DTPA 浸提液的配制

使用 pH=7.3±0.2 的二乙烯三胺五乙酸-氯化钙-三乙醇胺 (DTPA-CaCl<sub>2</sub>-TEA) 缓冲溶液作为浸提剂,螯合浸提出土壤中有有效态镉、铜、镍和铅,其中 DTPA 为螯合剂;氯化钙能防止石灰性土壤中游离碳酸钙的溶解,避免因碳酸钙所包蔽的铜、镉等元素释放而产生的影响;三乙醇胺作为缓冲剂,能使溶液 pH 值保持 7.3 左右,对碳酸钙溶解也有抑制作用.使用原子吸收光谱仪测定浸提液中铜、镉、镍和铅的含量.

在烧杯中依次加入 14.92 g TEA (三乙醇胺), 1.967 g DTPA (二乙烯三胺五乙酸) 和 1.470 g 二水合氯化钙 (CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O), 加入去离子水并搅拌使其完全溶解,继续加水稀释至约 800 mL, 在 pH 计上用 (1+1) 盐酸水溶液调整 pH 值为 7.3±0.2, 转移至 1000 mL 容量瓶中定容至刻度, 摇匀. DTPA 浸提液应避免光保存.

### 1.3 样品前处理

准确称取 10.0 g 土壤样品, 置于 100 mL 三角瓶中, 加入 20.0 mL DTPA 浸提液, 将瓶塞盖紧. 在 20 °C ± 2 °C 室温下, 以 180±20 r·min<sup>-1</sup> 的振荡频率振荡 2 h. 将浸提液缓慢倒入离心管中, 3000 r·min<sup>-1</sup> 离心 10 min, 上清液经定量滤纸重力过滤后于 48 h 内进行测定分析.

## 2 结果与讨论

### 2.1 标准曲线

使用 DTPA 浸提液配制 Cd、Cu、Ni、Pb 的不同浓度标准溶液于 50 mL 容量瓶中, 如表 2. 各元素标准曲线如下.

标准曲线: Cd:  $y=0.3645x+0.0007$ ,  $r=0.9999$ ; Cu:  $y=0.1324x+0.0009$ ,  $r=0.9999$ ; Ni:  $y=0.0772x+0.0005$ ,  $r=0.9999$ ; Pb:  $y=0.0157x-0.0001$ ,  $r=0.9999$ .

表 2 各元素标准曲线浓度

元素	标准曲线浓度/(mg·L <sup>-1</sup> )					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Cd	0.00	0.05	0.10	0.20	0.30	0.50
Cu	0.00	0.20	0.50	1.00	1.50	2.00
Ni	0.00	0.20	0.50	1.00	1.50	2.00
Pb	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00	5.00

### 2.2 土壤中有有效态元素分析结果及检出限

使用火焰原子吸收光谱法直接测量土壤标准品 GBW07414a 中的各元素, 同时对样品空白的分析元素进行 11 次测定, 取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限, 各元素检出限及测定结果见表 3. 实验结果表明, 该方法测试快捷, 精密度高, 分析结果与标准值相吻合.

表 3 土壤 GBW07414a 样品有效态元素测定

元素	检出限/(mg·L <sup>-1</sup> )	标准值/(mg·kg <sup>-1</sup> )	测定结果/(mg·kg <sup>-1</sup> )	RSD/%
Cd	0.002	0.12±0.01	0.12	2.26
Cu	0.009	1.85±0.17	1.69	0.13
Ni	0.016	0.43±0.04	0.46	0.78
Pb	0.057	1.6±0.2	1.57	0.58

测定实验表明, DTPA 浸出液的 pH 值、浸出时间等因素均对测定元素的浸出效率有影响, 且对不同的测定元素, 这些因素的影响不同. 因此, 在实际的测定中, 要对 DTPA 浸出液的配制、浸出时间等因素严格控制, 以保证测定结果的准确性.

## 3 结论

本文参考《GB/T 23739—2009 土壤质量 有效态铅和镉的测定 原子吸收法》, 采用二乙烯三胺五乙酸 (DTPA) 提取, 火焰原子吸收光谱法测定了土壤 GBW07414a 标准物质中的 4 种有效态元素含量. 实验结果表明, 该方法提取操作简单快速, 方法线性相关系数良好, 精密度高, 分析结果与标准值相吻合. 该方法对于土壤中重金属有效态污染的评价具有指导意义.