

青海省海东地区土壤中硒的测定

周蔚^{a, b} 迟晓峰^{1, c}

a(青海省水文地质工程地质环境地质调查院 西宁市城西区苏家河湾 4 号 810008)

b(青海省水文地质与地热地质重点实验室 西宁市城西区苏家河湾 4 号 810008)

c(中国科学院西北高原生物研究所 西宁市新宁路 23 号 810008)

摘要 以原子荧光光谱法(AFS)测定青海省海东富硒地区土壤中硒的含量。方法的回收率在 97.9%—99.7% 之间, 相对标准偏差为 1.03%—1.72% 之间($n=7$)。实验证明, 建立的方法简单快速, 精确度高, 满足对土壤中硒的检测要求。

关键词 原子荧光光谱法; 土壤; 硒

中图分类号: O 657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2013)05-2652-04

1 引言

硒(selenium)是地球上最稀有的元素之一^[1]。随着对硒的研究的不断深入, 硒对动物机体的作用包括: 抗氧化作用, 抗衰老; 增强免疫功能和防御机能等^[2]。正是由于硒的这些重要生理功能和作用, 愈来愈引起人们的关注。青海海东地区地处祁连山支脉大板山南麓和昆仑山系余脉日月山东坡, 该地区是我国又一个新发现的富硒区^[3]。因此, 如何开发利用这种丰富的自然资源变资源优势, 对发展青海省地方经济有着非常重要的意义。对海东地区土壤中硒进行检测, 显得尤为重要, 鉴于此, 本文对青海海东地区的土壤中的硒进行了分析检测, 以为农业生产提供第一手资料。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

ASF-8230 型原子荧光光度计(北京吉天仪器有限公司); AG135 型电子天平(瑞士 Mettler Toledo 公司); UPT-II 型超纯水机(成都超纯科技有限公司)。

2.2 试剂与标准溶液

Se 的 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液(北京国家标准物质研究中心), 使用时用超纯水稀释, 配置成 1、2、4、6、8、10 ng/mL 的系列标准浓度, 硝酸、氢氟酸和盐酸为优级纯; 硼氢化钾和氢氧化钾为分析纯。实验用水为超纯水。

¹ 联系人, 电话: (0971) 6132750; 传真: (0971) 6132750; E-mail: xfchi@nwipb.cas.cn

作者简介: 周蔚(1966—), 女, 湖南省澧县人, 高级工程师, 从事岩矿测试、水质分析、土工试验工作。

收稿日期: 2013-05-30; 接受日期: 2013-07-15

2.3 样品处理

取待测土样适量,用研钵研碎,准确称取样品粉末 0.1000g 放入聚四氟乙烯消解罐底部,加入 5mL 18mol/L 浓硝酸浸泡过夜,再加入 5mL HF,在微波消解系统中消解,待消解完全后,转移到 100mL 容量瓶中用纯水定容至刻度。平行制备 2 份空白,待测。

2.4 工作条件

对原子荧光光度计的工作参数进行优化,得到最佳的仪器工作条件,结果见表 1。其中载气、屏蔽气均采用 Ar 气。

载液采用 5% HCl(V/V),还原剂采用 0.5%(W/V)氢氧化钾+1.5%(W/V)硼氰化钾。

表 1 AFS-8230 工作参数

名称	负高压 (V)	灯电流 (mA)	原子化器高度 (mm)	原子化器温度 (℃)	载气流量 (mL/min)	屏蔽气流量 (mL/min)
工作参数	270	80	8.0	200	400	600

3 结果与讨论

3.1 工作条件的优化

3.1.1 载液与还原剂的影响

按实验方法,采用不同的载流盐酸浓度和还原剂硼氢化钾浓度进行 Se 的荧光强度测定。结果表明:5%—20%(V/V) 盐酸浓度对 Se 的荧光强度无影响;还原剂浓度(硼氢化钾) < 1.5%时,随还原剂浓度增加荧光强度增加,在 2%—3% 浓度范围荧光强度相对变化不大而且较稳定。因此选用 5% 盐酸作为载流浓度,2% 的硼氢化钾浓度作为还原剂浓度。

3.1.2 共存离子干扰

对土壤中含量较高的矿物质元素 K、Na、Ca、Mg、P、Fe、Cu、Mn、Zn 对 Se 的干扰进行了试验,结果表明:1mg/L K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 PO_4^{3-} 、 Fe^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Zn^{2+} 不干扰硒的测定。

3.1.3 检出限

按仪器工作条件,测定标准系列浓度,回归方程的斜率倒数为 0.01098。对试剂空白进行连续 11 次荧光强度的测定,标准偏差 SD = 3.64 的 3 倍与校准曲线斜率倒数的积为仪器检出限,仪器检出限为 0.12ng/mL,称取 0.1000g 试样按 2.3 节处理,定容 50mL 后分取 5mL 的方法检出限为 0.45mg/kg。

3.1.4 回收率

采用标准加入的方法测定硒的加标回收率实验,测定的结果见表 2,回收率在 97.9%—99.7% 之间,RSD 值在 1.03%—1.72% 之间。

表 2 回收率实验结果

样品名称	本底值 (ng/mL)	加入量 (ng/mL)	测定值 (ng/mL)	回收率 (%)	RSD (%)
土壤-1	2.90	3.00	5.88	99.7	1.03
土壤-2	2.62	2.50	5.01	97.9	1.72
土壤-3	3.52	3.50	6.94	98.8	1.59

3.2 样品测定

按照 2.4 项下的仪器最优工作条件对样品进行检测, 平行测定 5 次, 取平均值。测定结果见表 3。

表 3 样品测定结果 (mg/kg)

样品编号	采样地点	硒(mg/kg)
土壤-1	平安县小峡镇	1.45
土壤-2	平安县三合镇	1.31
土壤-3	乐都县碾伯镇	1.76
土壤-4	乐都县寿乐镇	1.59
土壤-5	民和县松树乡	0.96
土壤-6	民和县峡门镇	0.73
土壤-7	互助县红崖子沟乡	0.65
土壤-8	互助县高寨回族乡	1.03
土壤-9	化隆县谢家滩乡	0.53
土壤-10	化隆县出麻乡	0.49

从表 3 中可以看出, 在 10 个不同采样地区中硒含量在 0.49—1.76mg/kg 之间, 其中最高的是乐都县碾伯镇。其次是乐都县寿乐镇, 含量最低的是化隆县出麻乡。

4 结论

用微波消解土壤样品, AFS 法测定土壤的硒含量, 方法简单快速, 灵敏度高, 适用于土壤中的硒测定。同时, 对青海海东不同地区的土壤进行了比较测试, 为海东地区的富硒农产品生产提供了一定的技术支持。

参考文献

- [1] 曾静, 罗海吉. 微量元素硒的研究进展[J]. 微量元素与健康研究, 2003, 20(2): 52—56.
- [2] 杜莹, 刘晓丹. 微量元素硒的研究进展[J]. 微量元素与健康研究, 2003, 24(5): 56—58.
- [3] 张洋, 张荣, 孙小凤等. 青海省硒资源开发利用的思考[J]. 安徽农业科学, 2012, 40(2): 942—943.

Determination of Selenium in Soil Collected from Haidong Region of Qinghai Province

ZHOU Wei^{a,b} CHI Xiao-Feng^c

a(Qinghai Institute of Hydrogeology, Engineering and Geology, Xining 810008, P. R. China)

b(Hydrogeological and Geothermal Geological Key Laboratory of Qinghai Province, Xining 810008, P. R. China)

c(Northwest Institute of Plateau Biology, Chinese Academy of Sciences, Xining 810008, P. R. China)

Abstract Selenium in soil collected from Haidong region of Qinghai Province was determined by AFS. The experimental results show that the recovery ($n=7$) is 97.9%—99.7%, and the RSD

($n=7$) is 1.03%—1.72%. Experiments show that the established method is simple, fast, high precision to meet the requirements of determination of selenium in the soil.

Key words Atomic Fluorescence Spectrometry; Soil; Selenium

欢迎参观《北京天科邮票展览馆》

《北京天科邮票展览馆》由《科学家纪念邮票展览馆》、《陆达纪念馆》和《卢嘉锡纪念馆》等 3 部分组成,是本刊兴办的公益性企业,免费参观。在北京市工商行政管理局注册号为:110229009367903;北京市质量技术监督局颁发的组织机构代码为:78616185X;北京市国家税务局和北京市地方税务局颁发的税务登记证号为:11022978616185X;中国人民银行颁发的开户许可证核准号为:J1000047864702;开户行为:北京市农商银行夏都支行,账号:1403000103000010416。国有土地使用证的证号为:京延国用(2002出)字第 283 号;房屋所有权的证号为:京房权证延私字第 09140 号;社会保险登记证号为社险京字 110229010052。

《科学家纪念邮票展览馆》展品内容:古今世界各国发行的、有关科学家或他们的发明创造的纪念邮票(复印件),大小为 210×297mm(A4 纸),共有 529 件。其中 190 位科学家为诺贝尔奖得主。每件展品均附有本馆编辑的有关科学家的简介,并如实叙述一些科学家的学术观点,仅供参考。

《陆达纪念馆》展品内容:1. 纪念陆达同志(代序,王鹤寿);2. 陆达传略;3. 《陆达纪念馆》照片目录;4. 《陆达纪念馆》照片(共 35 张);5. 《陆达纪念馆》(后语,周开亿)。

《卢嘉锡纪念馆》展品内容:1. 伟人已逝 风范长存——纪念卢嘉锡先生(章振乾);2. 卢嘉锡生平;3. 《卢嘉锡纪念馆》照片目录;4. 《卢嘉锡纪念馆》照片(共 65 张);5. 《卢嘉锡纪念馆》(后语)(《氘谱实验室》编辑部)。

3 馆展品内容已分别在《氘谱实验室》2007 年第 1 期、2008 年第 1 期和 2009 年第 1 期刊登并出有单行本。

参观须知:1. 参观者应当具有高中(含)以上文化程度;2. 地址:北京市延庆县刘斌堡乡刘斌堡村东,刘斌堡乡中心小学东侧;3. 展厅面积 300 平方米;绿化面积 3000 平方米;4. 馆内禁止吸烟,禁止触摸展品;保持清洁卫生,爱护花木和陈设;每人入馆时间不得超过 2 小时;5. 赴馆乘车路线:北京德胜门乘 919 路公交车到终点站(延庆站,快车 12 元,1 小时 30 分;慢车 8 元,有“一卡通”者 4 折),再乘 920 路公交车或小面包车到“刘斌堡东”站,下车即到(5 元,25 分钟);6. 参观者请 1—3 日前电话预约登记,联系电话:(010) 62183031;52513126;13716729706。

注:陆达,钢铁研究总院前院长;卢嘉锡,中国科学院前院长;王鹤寿,原冶金工业部部长,第一届中共中央纪律检查委员会副书记;章振乾,福建省民盟名誉主委、厦门大学原教务长。

《氘谱实验室》编辑部

投稿请另投他刊的通知

致本刊投稿者:

我年龄已 70 有余,患脑血栓和冠心病,实在无精力再继续办《氘谱实验室》杂志,同时,又找不到一心喜欢这杂志编辑工作的人士接班,只好放弃开办了 30 年、每期 500 页以上的《氘谱实验室》,并令人遗憾地决定:2014 年停刊。从即日起,您的佳作,请另投他刊。

衷心感谢您对本刊的信任、支持和理解。

《氘谱实验室》主编 周开亿

谨启

2013 年 7 月 25 日