

范菲菲, 阎献芳, 周 玮, 等. 不同前处理方式的 ICP-MS 法测定贵州省典型土壤中 7 种重金属元素[J]. 江苏农业科学, 2016, 44(1): 329-332. doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2016.01.097

不同前处理方式的 ICP-MS 法测定贵州省典型土壤中 7 种重金属元素

范菲菲, 阎献芳, 周 玮, 朱大雁

(贵州省土壤肥料研究所/贵州省农业资源与环境研究所/贵州省农业资源与环境工程技术研究中心/

农业部贵州耕地保育与农业环境科学观测实验站, 贵州贵阳 550006)

摘要:采用耐热玻璃长管消解法、微波消解法和水浴法同时消解环境土壤标准物质 GBW07403 (GSS-3)、GBW07404 (GSS-4) 和 GBW07428 (GSS-14) 及贵州省典型土壤——黄壤和石灰土, 以铑 (Rh)、铼 (Re) 作为内标进行基体效应补偿, 用四级杆电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 法分别测定土壤样品中铅 (Pb)、铬 (Cr)、镉 (Cd)、砷 (As)、铜 (Cu)、钴 (Co) 和镍 (Ni) 这 7 种金属元素的含量。结果表明, 3 种消解法均适用于对土壤样品中 Pb、Cr、Cd、As、Cu、Co 和 Ni 这 7 种元素的提取; 水浴法操作简单、重现性好, 精密度和准确度能够达到分析要求, 是分析大批量土壤样品快速经济的前处理方式。

关键词:贵州省; 消解; ICP-MS; 土壤; 重金属; 微波; 水浴法

中图分类号: X53; S153.6 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2016)01-0329-03

近年来, 随着经济的飞速发展, 工业“三废”、污水灌溉、矿业活动、农药和化肥使用等日益增多, 导致大量的重金属离子进入环境, 使环境, 特别是土壤中重金属的污染急剧增加。污染土壤的重金属主要包括铅 (Pb)、镉 (Cd)、铬 (Cr)、汞 (Hg)、类金属砷 (As) 等生物毒性显著的元素及钴 (Co)、铜 (Cu)、镍 (Ni) 等具有一定毒性的元素, 这些重金属伴随着浸出、吸附等物理、化学、生物过程, 会迁移至植物、水体及土壤环境中, 引起植物生理功能紊乱、营养失调, 从而影响作物的生长、产量和品质, 并可通过食物链进入人体, 潜在危害极大, 严重危害人类健康和生命安全^[1]。因此, 对耕地土壤环境质量尤其是重金属含量进行检测已成为亟待解决的问题。电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 检测技术具有测定元素多、灵敏度高、检测限低、分析速度快、线性范围宽等优点, 日益受到人们的青睐, 被广泛应用到环境领域。

样品前处理方式^[2-5]是准确测定土壤重金属元素含量的一个重要环节。不同的前处理方式对测定结果的准确性影响很大, 目前, 土壤中 Pb、Cd、Cr、As、Co、Cu、Ni 的测定都使用国家标准分析方法, 同时测定这些元素需要分别进行消解, 耗时长、消耗试剂量大^[6]。本研究采用目前常用的耐热玻璃长管消解、微波消解和水浴消解这 3 种消解方式, 消解国家标准土壤物质 GBW07403 (GSS-3)、GBW07404 (GSS-4)、GBW074028 (GSS-14) 及贵州省典型土壤——黄壤和石灰

土, 使用 ICP-MS 同时测定土壤样品中 Pb、Cd、Cr、As、Co、Cu 和 Ni 这 7 种重金属元素含量, 并对测定结果进行比较, 以建立一种精密度好、准确度高、消耗少, 可快速、大批量检测贵州省典型土壤重金属含量的方法, 为评价土壤的环境质量、优化农业产业结构、科学实施农产品产地安全管理提供技术保障, 为污染土壤的治理和修复工作提供理论支撑, 为促进当地农业生态环境的合理保护和利用提供技术支撑。

1 材料与方法

1.1 供试土壤

供试土壤样品分别采自贵州省贵阳市花溪区贵州黄壤肥力与肥料效益检测基地和六盘水市六枝特区的农田, 采集 0~20 cm 耕层土壤, 风干, 按四分法取样、备用。前者为黄壤土, 后者为石灰土, 这 2 种土壤均未受到重金属等污染。土壤标准物质选用地质矿产部地球物理、地球化学勘查研究所制作的 GBW07403 (GSS-3)、GBW07404 (GSS-4) 和 GBW074028 (GSS-14) 作为土壤标准物质, 土壤类型分别为黄棕壤、石灰岩土壤和紫色土。

1.2 主要仪器与试剂

电感耦合等离子质谱仪, 美国 Perkin Elmer 公司生产; 电热恒温水浴锅; LabTech 石墨消解仪; 意大利产 Milestone 微波消解仪; 硬质玻璃器皿, 均用 1:4 硝酸浸泡过夜, 超纯水冲洗干净。标准储备液为国家有色金属及电子材料分析测试中心制作的 24 种物质混标溶液, 选用铑 (Rh)、铼 (Re) 作为内标物质; 所用硝酸、盐酸均为优级纯。

1.3 仪器条件

1.3.1 仪器工作参数 ICP-MS RF 功率为 1 500 W; 雾化气流量、辅助气流量、冷却气流量分别为 0.80、0.75、13 L/min; 雾化器使用耐氢氟酸; 双电荷产率 < 2.5%, 氧化物产率 < 2.0%; 重复 3 次。

收稿日期: 2014-12-05

基金项目: 贵州省联合基金 (编号: 黔科合 J 字 LKN[2013]27 号); 贵州省科技计划 (编号: 黔科合院所创能[2011]4002 号); 贵州省科技厅创新平台建设 (编号: 黔科条中补地[2012]4003 号); 农业部黔科平台 (编号: [2013]4002 号); 贵州省重大专项 (编号: 黔科合重大专项字[2013]6024)。

作者简介: 范菲菲 (1986—), 女, 黑龙江嫩江人, 硕士, 实验师, 从事土壤肥料及农业资源利用研究。E-mail: 01fanfeifei@163.com。

1.3.2 干扰和基体效应的校正 ICP-MS 法分析土壤中多种元素时的谱线干扰主要有多原子离子、氧化物、双电荷和同质异位素。为减少干扰,被测元素应采用干扰方程进行自动校正^[7],如:⁷⁵As = ⁷⁵As - 3.127ArCl(77);²⁰⁸Pb = ²⁰⁶Pb + ²⁰⁷Pb + ²⁰⁸Pb;¹¹⁴Cd = ¹¹⁴Cd - 0.026 837 3 × ¹¹⁸Sn。为减少样品溶液中元素间含量差异引起的基体效应,综合考虑内标元素的质量数与电离、电势接近待测元素的原则,试验在线加入 10 μg/L 的 Rh、Re 双内标溶液进行补偿校正,从而有效监控、校正分析信号的短期、长期漂移,改善精密度及其随浓度倍增的干扰。

1.4 样品前处理

1.4.1 耐热玻璃长管消解法 分别称取标准土壤样品 GBW07403(GSS-3)、GBW07404(GSS-4)和 GBW074028(GSS-14)0.100 g 于耐热玻璃长管中,加 HNO₃:HCl=3:1 的反王水 10 mL;摇匀,盖好盖子浸泡过夜;放在石墨消解仪上 120 ℃加热 2 h,150 ℃加热 1 h;取下冷却,用 1% HNO₃ 定容至 50 mL;摇匀,静置过夜待测^[8]。

1.4.2 微波消解法 分别称取标准土壤样品 GBW07403(GSS-3)、GBW07404(GSS-4)和 GBW074028(GSS-14)0.500 g 于微波消解管中,依次加入 6 mL HNO₃、3 mL HF、3mL HCl,拧紧盖,置于微波仪中消解。微波消解程序为:5 min 升温至 150 ℃,保持 10 min;升温至 210 ℃,保持 15 min;冷却,用 2% HNO₃ 定容至 100 mL,待测^[9]。

1.4.3 水浴消解法 分别称取 0.100 0 g(精确至 ± 0.000 1 g)标准土壤样品 GBW07403(GSS-3)、GBW07404(GSS-4)和 GBW074028(GSS-14)于 50 mL 具塞比色管中,加入 HCl:HNO₃=3:1 的王水 3 mL,塞上塞子,振荡;沸水浴 2 h,中途摇动 1~2 次;取出冷却,用超纯水定容至 50 mL;静置过夜,上机检测^[10-11]。

2 结果与分析

2.1 检出限的比较

在同一条件下,采用 ICP-MS 法对土壤 3 种前处理的空白试剂溶液进行连续 20 次测量。由表 1 可见,耐热玻璃长管消解时 Cd、Pb 和 Ni 的检出限最低,微波消解时 Cu、Cr 的检出限最低,水浴消解时 As、Co 的检出限最低;微波消解、水浴消解 2 种前处理方式测定各元素的检出限,Cd 的检出限为最低;水浴消解除 Cr 的检出限为 0.16 μg/L 外,其他元素均不超过 0.07 μg/L;水浴消解的重复性较好,其次为微波消解,耐热玻璃长管消解重复性较差。

表 1 土壤 3 种前处理方式的检出限

前处理方式	检出限浓度(μg/L)						
	Pb	Cr	As	Cd	Cu	Co	Ni
耐热玻璃长管消解	0.01	0.20	0.13	0.015	0.09	0.11	0.04
微波消解	0.09	0.12	0.07	0.022	0.04	0.15	0.07
水浴消解	0.05	0.16	0.04	0.017	0.06	0.07	0.05

2.2 准确度和精密度的比较

选取 GBW07403、GBW07404 和 GBW07428 这 3 个标准土壤样品,采用 3 种前处理方法进行 6 次重复提取测定,计算平均值和标准偏差。由表 2 可见,因为 7 种重金属元素的化学性质不同,采用不同的消解方式,样品中各元素溶出的效果有很大差异;耐热玻璃长管和水浴消解方法测得的 Pb 值低于保证值下限,而微波消解方式所测值在保证值范围内,这可能是由于耐热玻璃长管和水浴 2 种消解方式均是敞口消解,在消解过程中土壤中的 Pb 形成 PbCl₂ 挥发,并且 Pb²⁺与 Ca²⁺、Sr²⁺、Ba²⁺等硫酸盐会产生共沉淀,从而导致其测定值偏低,而微波消解是在封闭环境下进行的,土壤中的 Pb 未发生流失;耐

表 2 土壤 3 种前处理方式测定 7 种元素的准确度和精密度

重金属元素	土壤标样	保证值 (mg/kg)	耐热玻璃长管消解法		微波消解法		水浴消解法	
			平均值 (mg/kg)	RSD (%)	平均值 (mg/kg)	RSD (%)	平均值 (mg/kg)	RSD (%)
Pb	GBW07403	26 ± 3	18.889	2.7	26.227	1.6	16.997	3.8
	GBW07404	58 ± 5	49.568	1.1	57.567	2.0	43.227	2.9
	GBW07428	31 ± 1	21.465	2.2	30.876	3.3	17.956	3.4
Cr	GBW07403	32 ± 4	25.557	3.8	33.905	1.6	22.598	3.1
	GBW07404	370 ± 16	312.476	3.1	380.427	2.3	298.003	4.2
	GBW07428	70 ± 3	49.724	2.7	71.105	2.9	42.269	3.9
As	GBW07403	4.4 ± 0.6	4.896	2.8	4.325	3.3	4.465	1.9
	GBW07404	58 ± 6	62.389	3.1	57.679	2.7	58.647	2.8
	GBW07428	6.5 ± 1.3	6.913	2.9	6.478	2.4	6.569	1.6
Cd	GBW07403	0.060 ± 0.009	0.058	3.3	0.066	3.7	0.063	2.4
	GBW07404	0.35 ± 0.06	0.394	2.7	0.354	3.1	0.343	3.2
	GBW07428	0.20 ± 0.02	0.203	2.4	0.198	2.8	0.197	2.8
Cu	GBW07403	11.4 ± 1.1	11.198	3.7	12.042	4.2	11.414	3.3
	GBW07404	40 ± 3	39.986	3.1	41.223	3.9	40.005	2.9
	GBW07428	27.4 ± 1.1	26.989	5.4	27.514	3.6	27.217	3.7
Co	GBW07403	5.5 ± 0.7	5.104	3.3	5.592	2.9	5.389	3.6
	GBW07404	22 ± 2	20.019	3.9	22.132	3.4	22.007	4.1
	GBW07428	14.6 ± 0.7	13.765	4.2	14.885	2.4	14.587	2.7
Ni	GBW07403	12 ± 2	14.007	3.8	12.332	2.7	11.904	2.2
	GBW07404	64 ± 5	67.574	2.5	64.787	2.1	63.902	4.3
	GBW07428	33 ± 2	34.768	3.1	33.002	1.6	32.291	3.7

热玻璃长管和水浴方法消解测得的 Cr 值明显低于保证值,这可能是由于 Cr 被硅酸盐包含在比较稳定的土壤晶格中,而微波消解方法使用了 HF,打破了土壤晶格,使 Cr 释放出来;Cd、As、Cu、Co、Ni 这 5 种元素在 3 种前处理方式下所测得的值大多数在保证值误差允许范围内,可使土壤样品中的分析元素完全溶出,且变异系数在 1.1% ~ 5.4% 范围,说明这 3 种前处理方法的重现性好、精密度较高,可应用于实际测定中。

表 3 土壤 3 种前处理方式测定 7 种元素的回收率

重金属元素	加标量 (mg/kg)	耐热玻璃长管消解法			微波消解法			水浴消解法		
		本底值 (mg/kg)	加标后测定 值(mg/kg)	回收率 (%)	本底值 (mg/kg)	加标后测定 值(mg/kg)	回收率 (%)	本底值 (mg/kg)	加标后测定 值(mg/kg)	回收率 (%)
Pb	20	9.32	28.82	97.5	12.17	31.89	98.6	9.11	28.81	98.5
Cr	20	19.34	37.79	92.3	24.07	43.31	96.2	20.86	39.82	94.8
As	20	6.22	27.11	104.5	6.17	25.58	97.1	6.20	25.55	96.8
Cd	10	1.13	10.16	90.3	1.04	10.11	90.7	1.09	11.12	100.3
Cu	20	8.98	27.44	92.3	9.04	28.97	99.7	9.01	29.13	100.6
Co	20	10.17	29.54	96.9	9.99	30.07	100.4	10.05	28.98	94.7
Ni	20	9.14	28.77	98.2	9.05	28.34	96.5	9.09	28.98	99.5

2.4 样品测试结果

用耐热玻璃长管消解法、微波消解法和水浴法测定贵州省典型土壤——黄壤和石灰土中 7 种重金属元素含量,结果由表 4 可见,水浴法能够很好地将 Cd、As、Cu、Co、Ni 这 5 个

2.3 回收率比较

在同一个土壤样品中加入一定质量浓度的标准溶液,用 3 种前处理方式进行处理,测定样品的加标回收率。由表 3 可见,耐热玻璃长管消解法、微波消解法、水浴消解法对 7 种重金属元素的加标回收率分别为 90.3% ~ 104.5%、90.7% ~ 100.4%、94.7% ~ 100.6%,3 种前处理方式均可测定贵州省典型土壤 Pb、Cd、Cr、As、Co、Cu、Ni 这 7 种重金属元素。

重金属元素从土壤中全部提取出来;对 Pb、Cr 这 2 个元素而言,不同土壤类型的提取率有些差异,通过校正可使测定值控制在误差允许范围内。

表 4 3 种前处理方式土壤样品 7 种重金属元素的测定结果

重金属元素	3 种前处理测得的重金属元素含量(mg/kg)																	
	黄壤 1			黄壤 2			黄壤 3			石灰土 1			石灰土 2			石灰土 3		
	耐热玻璃长管消解法	微波消解法	水浴消解法	耐热玻璃长管消解法	微波消解法	水浴消解法	耐热玻璃长管消解法	微波消解法	水浴消解法	耐热玻璃长管消解法	微波消解法	水浴消解法	耐热玻璃长管消解法	微波消解法	水浴消解法	耐热玻璃长管消解法	微波消解法	水浴消解法
Pb	15.554	20.117	14.329	12.131	21.435	14.225	17.114	28.473	16.993	10.324	21.223	10.138	14.879	33.762	16.243	13.343	25.384	11.534
Cr	33.998	41.684	34.112	15.114	25.897	16.284	20.003	33.879	22.473	20.342	37.321	24.187	17.935	38.329	19.331	14.898	35.287	17.436
As	12.227	12.428	12.332	9.243	9.338	9.275	10.088	10.114	9.996	14.253	15.028	14.967	13.287	13.701	13.554	12.287	13.011	12.673
Cd	0.134	0.139	0.136	0.113	0.109	0.118	0.127	0.131	0.133	0.219	0.226	0.231	0.538	0.553	0.542	0.445	0.436	0.451
Cu	34.558	35.121	34.987	29.987	30.221	30.009	27.324	28.112	27.206	25.389	26.117	25.908	25.663	26.014	25.876	20.435	20.312	20.338
Co	17.223	16.989	17.011	10.112	11.253	10.909	15.213	16.002	15.748	11.287	11.334	11.299	15.243	15.097	14.968	16.785	16.918	17.003
Ni	21.229	22.003	21.693	18.338	17.996	18.104	20.003	19.887	20.342	16.387	17.003	16.884	13.227	13.315	12.998	14.564	14.882	13.997

3 结论

对于 Pb、Cr 这 2 个元素,耐热玻璃长管消解法和水浴消解法不能够将其从土壤中全部提取出来,且对于不同土壤类型其提取率差别较大,这与杨艳芳等的研究结果^[12]相似,而土壤中 Pb、Cr 不能被提取出来的部分是不能够被植物吸收并通过食物链进行传递的,对环境不会产生危害。Cd、As、Cu、Co、Ni 这 5 种重金属元素用微波消解法、耐热玻璃长管消解法和水浴消解法这 3 种前处理方式均适用。使用微波消解法作为前处理方式,由于消煮管密封较好,待测元素不易挥发,消解温度可达 180℃,因此溶样速度快、消解时间短,但仪器设备比较昂贵,需要人工赶酸,消煮数量有限;耐热玻璃长管消解法用酸量大,大量酸雾排放到空气中,对分析人员和环境危害较大^[13-14];使用水浴法作为前处理,只需要使用水浴锅和一般玻璃消煮管,操作简单,温度恒定,重现性好,用酸量少,省时省力,效率高,稳定性好,精密度可以达到分析要求,

并且做到一次消解可以同时测定多种元素。因此,水浴消解法是适用于大批量分析贵州省典型土壤样品较理想的前处理方式,完全能够满足农业环境监测土壤中重金属的含量,可为农业发展提供便利,有广泛的实际应用价值。

参考文献:

[1]徐进力,邢夏,张勤,等.电感耦合等离子体发射光谱法直接测定铜矿石中银铜铅锌[J].岩矿测试,2010,29(4):377-382.
[2]万飞,张之鑫.ICP-MS测定土壤中的As、Cr、Pb、Se、Cu和Zn[J].吉林地质,2010,29(3):90-91,94.
[3]刘传娟,刘凤枝,蔡彦明,等.不同前处理方法-ICP-MS测定土壤中的重金属[J].分析试验室,2009,28(增刊1):91-94.
[4]史军.电感耦合等离子质谱法(ICP-MS)测定岩石、土壤、水系沉积物中的微量银[J].当代化工,2013,42(4):526-528.
[5]陆建华,顾志权,钱卫飞,等.反王水消解法测定土壤中重金属的方法研究[J].矿物岩石地球化学通报,2007,26(1):70-73.

程志刚,黄凯,张杏锋.改良剂对铅锌尾矿砂改良效果及对杂交狼尾草生长的影响[J].江苏农业科学,2016,44(1):332-335.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2016.01.098

改良剂对铅锌尾矿砂改良效果 及对杂交狼尾草生长的影响

程志刚^{1,2},黄凯^{1,2},张杏锋^{1,2}

(1. 桂林理工大学/广西矿冶与环境科学实验中心,广西桂林 541004;

2. 桂林理工大学环境科学与工程学院/广西环境污染控制理论与技术重点实验室,广西桂林 541004)

摘要:使用有机肥、泥炭、土壤作为改良剂,与铅锌尾矿砂混合,研究改良剂对铅锌尾矿砂的改良效果及对杂交狼尾草生长、重金属累积的影响。结果显示:供试铅锌尾矿砂中除铜外,砷、锌、铅的含量较高,对周边环境具有极强的生态风险;改良剂与铅锌尾矿砂混合可提高铅锌尾矿砂的肥力,其中有机肥能显著提高铅锌尾矿砂中铵态氮、速效磷、速效钾和有机质的含量;重金属主要累积于杂交狼尾草的根部,有机肥改良剂对杂交狼尾草吸收砷能力的促进作用最佳,10% 泥炭对杂交狼尾草地下部分富集锌的促进作用最优,改良剂能明显降低杂交狼尾草地上部分对铅的富集,5% 泥炭对杂交狼尾草地上部分富集铜的促进作用最强。

关键词:重金属污染土壤;铅锌尾矿砂;杂交狼尾草;改良剂;牧草;植物稳定

中图分类号: X53 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2016)01-0332-04

金属尾矿废弃地因具有物理化学上的不良特性而成为寸草不生的裸地,其主要成分为沙粒和粉粒,具有重金属含量高、养分贫瘠、植物覆盖率低等特点^[1-2]。世界各国每年排出的尾矿砂量超过 50 亿 t^[3],而我国每年产出尾矿砂就约有 3 亿 t^[4]。由于尾矿砂的水蚀风蚀现象严重,尾矿砂颗粒细小,随着雨水和扬尘扩散,从而污染周边土壤和水体,严重危害生态环境,威胁人体健康。有机肥在改善土壤理化性质方面有特殊的作用,可促进植物生长、提高土壤肥力、降低重金属有效性、提高治理后重金属污染土壤的可持续利用性^[5-8]。

本试验选用重金属毒性很高的铅锌尾矿砂作为研究材料,将铅锌尾矿砂与有机肥、泥炭、土壤按一定比例混合,同时

配合种植杂交狼尾草(*Pennisetum americanum* × *P. purpureum*),为探寻“改良剂+牧草”对铅锌尾矿砂的联合修复效果提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试铅锌尾矿砂:采自广西河池市环江某铅锌矿尾矿库,风干后过 20、100 目筛备用。

供试改良剂:(1)有机肥,按照猪粪与草木灰质量比 4:1 配制而成,猪粪、草木灰均取自广西桂林市雁山镇当地农户。(2)泥炭,购于桂林市花鸟市场。(3)混合用土壤,采自桂林市某高校的校园内,风干后过 20、100 目筛备用。

供试铅锌尾矿砂和混合用土壤的主要重金属含量见表 1。

表 1 供试铅锌尾矿砂和混合用土壤的主要重金属含量

供试样品	pH 值	总砷含量 (mg/kg)	总锌含量 (mg/kg)	总铅含量 (mg/kg)	总铜含量 (mg/kg)
铅锌尾矿砂	7.02	255.44	9 445.67	1 296.02	61.93
混合用土壤	6.73	—	232.78	206.18	59.81

注:“—”表示无法检出。表 2、表 4 至表 8 同。

射光谱法同时测定铁铜铅锌硫化物矿石中 8 个元素[J]. 岩矿测试,2011,30(5):566-571.

[11] 龙加洪,谭菊,吴银菊,等. 土壤重金属含量测定不同消解方法比较研究[J]. 中国环境监测,2013,29(1):123-126.

[12] 杨艳芳,刘凤枝,蔡彦明. 土壤样品的王水回流消解重金属测定方法的研究[J]. 农业环境与发展,2005(4):44-45.

[13] 陈山. 土壤重金属测定的前处理的方法的改进[J]. 北方环境,2011,23(12):155-156.

[14] 蒋辉云,郭霞,汤根平. 应用三种不同处理方法消解土壤的研究[J]. 四川环境,2013,32(4):15-18.

收稿日期:2014-09-03

基金项目:广西自然科学基金(编号:2013GXNSFBA019026、2013GXNSFEA053002);广西重点实验室基金(编号:桂科能 1201Z024)。

作者简介:程志刚(1989—),男,湖北黄石人,硕士,主要从事水污染控制研究。E-mail:czg_21123@163.com。

通信作者:张杏锋,博士,讲师,研究方向为重金属污染治理。E-mail:zhangxf@glut.edu.cn。

[6] 刘凤枝. 农业环境监测实用手册[M]. 北京:中国标准出版社,2001:93-111.

[7] 罗小红,何靖,林毓. 沸水浴王水提取土壤样品 Pb、Cr、Cd、As 的探讨[J]. 广西农业科学,2007,38(5):547-549.

[8] 张飞. 土壤中重金属测定方法探讨[J]. 上海环境科学,2010,29(2):74-77.

[9] 苏淑敏,李天宝,易碧华,等. 微波消解-ICP-AES 法测定土壤中铅、砷、铬、镉和汞[J]. 福建分析测试,2013,22(5):45-48.

[10] 温宏利,马生凤,马新荣,等. 王水溶样-电感耦合等离子体发