

恒温振荡提取-电感耦合等离子体质谱法测定土壤中有效态铅

田戈, 郭颖超, 刘卫, 谷周雷, 何煦

引用本文:

田戈, 郭颖超, 刘卫, 谷周雷, 何煦. 恒温振荡提取-电感耦合等离子体质谱法测定土壤中有效态铅[J]. 农业环境科学学报, 2023, 42(5): 1181-1186.

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.11654/jaes.2022-1069>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

球磨法合成钒基催化剂及其催化生物质制备甲酸

覃潇雅, 李佳璐, 丁永祯, 申锋

农业环境科学学报. 2021, 40(1): 211-218 <https://doi.org/10.11654/jaes.2020-0863>

高精度便携式X射线荧光光谱仪在污染农田土壤重金属速测中的应用研究

彭洪柳, 杨周生, 赵婕, 宋砦, 周通, 李柱, 胡鹏杰, 王朝阳, 葛延妍, 何鸿浮, 黄建宁, 吕豪, 孙剑, 吴龙华

农业环境科学学报. 2018, 37(7): 1386-1395 <https://doi.org/10.11654/jaes.2018-0568>

茶园土壤有效态镉的提取方法

李海涛, 杨柳, 方丽, 倪康, 石元值

农业环境科学学报. 2022, 41(1): 75-83 <https://doi.org/10.11654/jaes.2021-0652>

铅锌矿区污染土壤的植物淋洗剂筛选研究

曹雅茹, 张世熔, 陈月, 王贵胤, 李婷

农业环境科学学报. 2015(10): 1921-1927 <https://doi.org/10.11654/jaes.2015.10.012>

土壤和大米中得克隆检测方法的研究

谢慧, 常晓云, 马钰涵, 王玉莹

农业环境科学学报. 2020, 39(11): 2692-2698 <https://doi.org/10.11654/jaes.2020-0542>



关注微信公众号, 获得更多资讯信息

田戈, 郭颖超, 刘卫, 等. 恒温振荡提取-电感耦合等离子体质谱法测定土壤中有效态铅[J]. 农业环境科学学报, 2023, 42(5): 1181–1186.

TIAN G, GUO Y C, LIU W, et al. Determination of available lead in soil by isothermal oscillation extraction inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. *Journal of Agro-Environment Science*, 2023, 42(5): 1181–1186.

恒温振荡提取-电感耦合等离子体质谱法 测定土壤中有效态铅

田戈, 郭颖超, 刘卫, 谷周雷, 何煦

(华北地质勘查局514地质大队, 河北 承德 067000)

摘要:为精准、快速检测土壤中有效态铅含量,以土壤有效态标准物质为研究对象,采用智能精密型摇床作为前处理设备,结合电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)进行测试,从提取温度、振荡时间、振荡频率、浸提剂用量等方面进行条件考察,确定了最优实验条件为振荡时间2 h、提取温度 $(25\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 、振荡频率 $(180\pm 10)\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$ 、浸提剂用量25 mL。本方法检出限达到 $0.009\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$,土壤有效态标准物质相对标准偏差为2.1%~3.3%,精密度好、准确度高、检出限低。采用本方法和国家标准方法对不同地区实采样品进行比对测试,相对偏差均小于5%,结果准确可靠。恒温振荡提取-电感耦合等离子体质谱法前处理操作简单、可控性强,处理效率高,分析结果准确可靠,具有较好的应用前景。

关键词:土壤;有效态铅;振荡;电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)

中图分类号:O657.63;X833 文献标志码:A 文章编号:1672-2043(2023)05-1181-06 doi:10.11654/jaes.2022-1069

Determination of available lead in soil by isothermal oscillation extraction inductively coupled plasma mass spectrometry

TIAN Ge, GUO Yingchao, LIU Wei, GU Zhoulei, HE Xu

(514 Geological Brigade of North China Geological Survey Bureau, Chengde 067000, China)

Abstract: To accurately and quickly detect the effective lead content in soil, available soil standard substances were taken as the research objects, with the intelligent precision shaking table used as the pretreatment equipment. Furthermore, the inductively coupled plasma mass spectrometer (ICP-MS) was used for testing. The conditions were investigated with respect to the extraction temperature, oscillation time, oscillation frequency, and amount of extractant. The optimal experimental conditions were also determined. The experimental results showed that the detection limit of the proposed method was $0.009\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, and the relative standard deviation (RSD) of soil available standard substances was 2.1%–3.3%. These results implied that the method had good precision, high accuracy, and a low detection limit. The proposed method and the national standard method were used to compare samples collected throughout different regions, and the relative deviation was shown to be less than 5%, thereby verifying the accuracy and reliability of the obtained results. The pretreatment of isothermal oscillating extraction ICP-MS is simple, controllable, efficient, accurate, and reliable. Therefore, it is considered suitable for batch production and has promising application potential.

Keywords: soil; available lead; oscillation; inductively coupled plasma mass spectrometer (ICP-MS)

收稿日期:2022-10-25 录用日期:2023-02-03

作者简介:田戈(1985—),女,内蒙古赤峰人,硕士研究生,高级工程师,从事土壤、矿物等测试分析与质量管理研究。E-mail:tiange329@163.com

基金项目:河北省重点研发计划项目(21327504D);天津华北地质勘查局科研项目(HK2022-B14);华北地质勘查局514地质大队科研项目(HKWYS2022-C1)

Project supported: The Hebei Province Key Research and Development Plan Project (21327504D); Scientific Research Project of Tianjin North China Geological Survey Bureau (HK2022-B14); Scientific Research Project of the 514 Geological Brigade of North China Geological Exploration Bureau (HKWYS2022-C1)

铅是一种对人体健康危害性大的重金属元素,在进入人体后会对神经系统、消化系统、心血管系统和内分泌系统等造成伤害,尤其会明显影响儿童智力发育,当血铅水平自 $100 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 上升到 $200 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 时,智力商数平均下降 2.6 分,严重者造成脑组织损伤,可能导致终身残废^[1-3]。铅进入人体有多种途径,其中通过食物链进入人体是最主要方式^[4-6]。植物对铅的吸收量取决于土壤中有有效态铅含量,有效态铅更能代表铅的植物有效性^[7-8],因此,准确测定土壤中的有效态铅含量,对土壤铅污染监测、铅元素迁聚研究以及铅污染土壤生物修复等方面具有重要意义。

目前,对于土壤中有有效态铅的测定主要是依据《土壤质量 有效态铅和镉的测定 原子吸收法》(GB/T 23739—2009)和《土壤 8 种有效态元素的测定 二乙烯三胺五乙酸浸提-电感耦合等离子体发射光谱法》(HJ 804—2016)进行,两种方法中均采用二乙烯三胺五乙酸(DTPA)浸提剂-普通振荡器进行有效态铅的提取,并以原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体发射光谱法进行样品测试。在实际的样品检测中发现,样品前处理中使用普通振荡器难以实现振荡频率和提取温度的精准有效控制,容易导致测试结果精密度差、合格率低等问题。样品测试中原子吸收分光光度法或电感耦合等离子体发射光谱法检出限较高,对低含量样品中的有效态铅无法准确测定。针对上述存在的问题,张斌^[9]和农云军等^[10]分别采用水浴恒温振荡器和超声仪进行样品前处理操作,并以电感耦合等离子体质谱仪测试,虽然解决了仪器灵敏度、检出限的问题,但却没有系统性地对比研究提取温度、提取用量等前处理条件对有效态铅提取率的影响,并且不适宜大批量检测。殷金涛等^[11]采用王水-高氯酸体系消解土壤样品,以电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)测试,实验条件简单,可批量化检测,但仅能用于路边及一般土壤样品中环境有效态铅的检测,不利于推广应用。综上所述,土壤有效态铅的浸提方面虽有一些改进研究,但均没有对影响有效态铅提取率的重要影响因素开展系统性研究和对比验证。本文结合前人的研究成果,将 DTPA 浸提法与高精密的大容量恒温摇床及 ICP-MS 相结合,对土壤有效态铅标准样品开展单因素方法试验,确定了方法的最佳条件,并结合实际土壤样品进行比对验证,建立了一种准确度高、精密度好、简单高效测定土壤样品中有效态铅的方法,能实现百件以上样品的一次性批量化检测,具有良好的应用性。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

X-Series II 型电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS,美国热电公司),BSD-YF2600 立式双层智能精密型摇床(上海博讯实业有限公司医疗设备厂)。

$1\ 000 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 铅单元素标准溶液(中国计量科学研究院);三乙醇胺(TEA)(分析纯,天津科密欧);二乙烯三胺五乙酸(DTPA)(分析纯,天津科密欧);二水合氯化钙($\text{CaCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)(分析纯,天津科密欧);试验用水为纯水($18\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$,实验室自制)。

DTPA 浸提剂^[12]:准确称取 1.967 g DTPA、14.92 g $\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_3$ 和 1.47 g $\text{CaCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 溶于纯水中,调节 pH 至 7.30 ± 0.2 后,用水定容至 1 000 mL,避光保存,使用前检查 pH 值。

1.2 供试土壤

选择江西红壤 GBW07416a(ASA-5a),广东水稻土 GBW07417a(ASA-6a),陕西黄绵土 GBW07460(ASA-9),安徽潮土 GBW07461(ASA-10),甘肃灌漠土 GBW07496(HTSB-4)5 种土壤有效态标准物质作为供试土壤,有效态铅认定值分别为: (1.5 ± 0.4) 、 (8.1 ± 0.6) 、 (0.67 ± 0.07) 、 (3.8 ± 0.3) 、 $(2.19\pm 0.16) \text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ 。

1.3 实验方法

1.3.1 样品处理

准确称取 5.0 g 供试土壤置于 200 mL 干燥的浸提瓶中,加入 25 mL 预先配制好的 DTPA 浸提剂,拧紧瓶盖后放入智能精密型摇床中,将温度设置为 $(25\pm 2)^\circ\text{C}$,振荡时间为 2 h,频率为 $(180\pm 10) \text{r}\cdot\text{min}^{-1}$,完成提取后,使用滤纸干过滤,滤液待测。所有条件试验样品均进行 3 次平行测试,空白实验与样品处理同时进行,除不加试样外,其他操作与样品处理完全一致,每次实验均进行 2 个空白实验。

1.3.2 实验条件优化

在实验条件优化中,采用单因素试验方法,即每次只改变单一影响因素,并以前一次得到的最优提取条件作为后续实验的确定实验条件开展研究。本研究中分别对振荡频率(140、160、180、200、220 $\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$)、提取温度(15、20、25、30、35 $^\circ\text{C}$)、振荡时间(1、1.5、2、2.5、3 h)、浸提剂用量(15、20、25、30、35 mL)4 个影响因素开展实验,每个条件优化中均进行 3 次平行实验以确定最佳提取条件。

1.3.3 标准溶液

吸取一定量铅单元素标准溶液,以 DTPA 浸提剂为

介质,标准溶液配制浓度分别为0.00、0.02、0.05、0.10、0.50、1.00、2.00 mg·L⁻¹的系列标准溶液,摇匀备用。

1.3.4 仪器参数

使用ICP-MS进行测试时,采用¹⁰³Rh作为内标校正基体效应。由于ICP-MS的测试信号会受到功率、气体流速等参数的影响,故在测试前,需要将电感耦合等离子体质谱仪调谐至最佳状态,设置ICP-MS的功率为1 550 W,雾化气流量为1.0 L·min⁻¹,辅助气流量为0.85 L·min⁻¹,冷却气流量为15.0 L·min⁻¹,采样深度为5 mm,采样锥孔径为1.0 mm,截取锥直径为0.7 mm,测量次数为3次。

1.3.5 样品测试

在使用ICP-MS进行样品测试时,设置好仪器工作参数后,把铅单元素标准溶液系列按照浓度由低至高的顺序依次导入ICP-MS中,测定铅元素和内标元素的信号响应值,以铅元素的质量浓度为横坐标,铅元素与所选内标元素响应信号值的比值为纵坐标,建立标准曲线。在此基础上,按照与建立标准曲线相同的条件和步骤将空白和试样溶液分别导入ICP-MS中,测定铅元素和所选内标元素的信号响应值,计算铅元素与所选内标元素的响应信号值比值,根据标准曲线得到待测液中铅元素的质量浓度。

2 结果与讨论

2.1 振荡频率的确定

在土壤有效态铅的提取中,振荡频率是重要的影响因素,直接影响着样品测试结果(表1)。在对不同振荡频率进行研究后发现,随着振荡频率的增加,有效态铅提取率呈现明显增长趋势,但当振荡频率达到200 r·min⁻¹时,增长情况出现转折点。当振荡频率在140 r·min⁻¹时,振荡频率过低,在有效的提取时间内,部分样品中有效态铅的提取不完全,造成测定值低于认定值范围。振荡频率达到220 r·min⁻¹时,频率过高,长时间过于剧烈的振荡,导致有部分溶液飞溅至

浸提瓶顶部甚至沿密封螺纹外溢,浸提平行性不理想,甚至有超出标准物质认定值范围的结果出现,存在部分非有效态铅被提取的可能。在160~200 r·min⁻¹的振荡频率范围内,有效态铅均能得到很好的提取,在180 r·min⁻¹的振荡频率下,测定值最接近标准物质的认定值,但是达到200 r·min⁻¹时,有测试结果偏高和稳定性变差的风险。在保证测定结果准确的前提下,考虑减少对前处理设备的损耗,选择(180±10)r·min⁻¹作为前处理操作振荡频率。

2.2 提取温度的确定

提取温度对有效态铅测定结果的影响见表2。由表2可以看出,温度的升高,对于有效态铅的提取有积极影响,当提取温度较低(15℃)时,提取反应速率低,样品中的有效态铅不能在确定的时间内被完全提取,随着温度的升高,目标元素与浸提剂反应加快,有效态铅提取量逐渐增加。但在过高的提取温度(35℃)下,有部分提取结果超出标准物质认定值范围,提取效果均不理想。在20~30℃范围内,提取效果较好,25℃温度点效果最佳。综合考虑实际可操作性,选择提取温度为(25±2)℃。

2.3 振荡时间的确定

提取时间时是有效态铅提取的重要影响因素之一。如表3所示,有效态铅提取量随着振荡时间的增长而增加。当提取时间较短(1 h)时,样品中的有效态铅不能被完全提取,有部分结果不在标准物质认定值范围内。增加提取时间,样品中的有效态铅进入溶液中的量增加,当振荡时间为2 h时,提取效果最佳,超过2.5 h,有效态铅提取量没有明显变化。考虑生产效率、资源节约等因素,确定2 h为最佳振荡时间。

2.4 浸提剂用量的确定

浸提剂用量的实验结果如表4所示。可以看出,当浸提剂为15 mL时,样品的测试结果不在认定值范围内。这是因为浸提剂用量过少,会造成固液混合不均匀,有效态铅提取不完全。浸提剂用量增加时,有

表1 振荡频率对样品测试结果的影响

Table 1 Effects of oscillation frequency on sample test results

单位:mg·kg⁻¹

样品 Sample	标准值 Standard value	振荡频率 Oscillation frequency/(r·min ⁻¹)				
		140	160	180	200	220
GBW07416a	1.50±0.40	1.31±0.02	1.39±0.03	1.48±0.02	1.55±0.05	1.69±0.06
GBW07417a	8.10±0.60	7.51±0.03	7.82±0.02	8.15±0.02	8.43±0.02	8.26±0.06
GBW07460	0.67±0.07	0.61±<0.01	0.64±<0.01	0.67±<0.01	0.70±<0.01	0.67±<0.01
GBW07461	3.80±0.30	3.34±0.02	3.58±0.03	3.84±0.02	3.99±0.04	4.11±0.04
GBW07496	2.19±0.16	2.03±0.03	2.11±0.03	2.21±0.02	2.34±0.04	2.39±0.05

表2 提取温度对样品测试结果的影响

Table 2 Effects of extraction temperature on sample test results 单位:mg·kg⁻¹

样品 Sample	标准值 Standard value	提取温度 Extraction temperature/℃				
		15	20	25	30	35
GBW07416a	1.50±0.40	1.22±0.04	1.33±0.03	1.55±0.03	1.61±0.03	1.65±0.05
GBW07417a	8.10±0.60	7.58±0.03	7.81±0.03	8.04±0.03	8.31±0.03	8.33±0.05
GBW07460	0.67±0.07	0.61±<0.01	0.63±<0.01	0.67±<0.01	0.70±<0.01	0.71±<0.01
GBW07461	3.80±0.30	3.53±0.03	3.61±0.03	3.86±0.03	3.96±0.04	4.11±0.04
GBW07496	2.19±0.16	2.01±0.02	2.09±0.03	2.15±0.03	2.24±0.03	2.36±0.04

表3 振荡时间对样品测试结果的影响

Table 3 Effects of extraction time on sample test results 单位:mg·kg⁻¹

样 品 Sample	标准值 Standard value	提取时间 Extraction time/h				
		1	1.5	2	2.5	3
GBW07416a	1.50±0.40	1.24±0.03	1.36±0.03	1.51±0.02	1.64±0.05	1.66±0.05
GBW07417a	8.10±0.60	7.43±0.03	7.79±0.03	8.13±0.03	8.23±0.03	8.26±0.04
GBW07460	0.67±0.07	0.62±<0.01	0.65±<0.01	0.68±<0.01	0.68±<0.01	0.68±<0.01
GBW07461	3.80±0.30	3.41±0.03	3.61±0.03	3.83±0.02	3.93±0.03	3.94±0.03
GBW07496	2.19±0.16	1.93±0.04	2.05±0.04	2.24±0.03	2.32±0.03	2.36±0.04

效态铅提取量随之增加,但增长幅度随用量增加逐渐减小。当使用25 mL浸提剂时,测试结果最理想,当用量超过30 mL时,测试结果差别不明显,考虑到节约成本,选择25 mL为最佳用量。

2.5 内标元素的选择

在使用ICP-MS进行样品测试时,会出现基体干扰造成的信号不稳定情况出现,为消除样品的基体抑制效应常采用内标法进行校正^[13-14],内标元素的选择非常重要,本研究综合考虑样品溶液的含量,电离电位、质量数和化学特征与分析元素接近情况,采用¹⁰³Rh作为内标元素,并采用蠕动泵在线加入方式进行有效态铅的测试。

2.6 方法检出限

准确称取5.0 g低含量样品置于200 mL干燥的浸提瓶中,加入25 mL预先配制好的DTPA浸提剂,在

(25±2)℃条件下,采用(180±10)r·min⁻¹的频率振荡2 h,干过滤后,使用ICP-MS进行测试。进行独立10次测试后,计算10次平行测定的标准偏差,按公式 $MDL=t(9,0.99) \times S$ 计算方法检出限,并以4倍检出限确定测定下限,如表5所示。

经试验和数据计算,本方法检出限达到0.009 mg·kg⁻¹,测定下限为0.038 mg·kg⁻¹,均远低于《土壤8种有效态元素的测定二乙烯三胺五乙酸浸提-电感耦合等离子体发射光谱法》HJ 804—2016中要求的0.05 mg·kg⁻¹和0.2 mg·kg⁻¹,此方法更适合评价未受到严重污染的土壤有效态铅含量情况。

2.7 方法准确度和精密度

选择GBW07494、GBW07497、GBW07415a三种土壤标准物质进行准确度和精密度验证。分别准确称取5.0 g标准物质置于200 mL干燥的浸提瓶中,加

表4 浸提剂用量对样品测试结果的影响

Table 4 Effects of the amount of extractant on sample test results 单位:mg·kg⁻¹

样 品 Sample	标准值 Standard value	浸提剂用量 Amount of extractant/mL				
		15	20	25	30	35
GBW07416a	1.50±0.40	1.02±0.02	1.29±0.03	1.54±0.02	1.64±0.04	1.69±0.04
GBW07417a	8.10±0.60	7.23±0.03	7.61±0.03	8.08±0.02	8.13±0.04	8.20±0.05
GBW07460	0.67±0.07	0.55±<0.01	0.62±<0.01	0.67±<0.01	0.68±<0.01	0.68±<0.01
GBW07461	3.80±0.30	3.13±0.02	3.56±0.03	3.81±0.03	3.89±0.04	3.96±0.04
GBW07496	2.19±0.16	1.71±0.03	2.09±0.03	2.23±0.02	2.33±0.03	2.35±0.03

表5 方法检出限

Table 5 Method detection limit

样品序号 Sample No.	样品 Sample
平均值/($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)	0.034
$t(9,0.99)$	2.821
标准偏差 $S/(\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1})$	0.003
检出限/($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)	0.009
测定下限/($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)	0.038

入 25 mL 预先配制好的 DTPA 浸提剂,设置恒温振荡箱的温度为 $(25\pm 2)^{\circ}\text{C}$,频率振荡为 $(180\pm 10)\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$,振荡 2 h 后,过滤、测试。每个样品进行 11 次平行实验,并计算测试结果的相对标准偏差(RSD),结果见表 6。表 6 显示,本方法的 RSD 为 2.1%~3.3%,平行样品测试结果的精密度高,能很好地满足检测需求。

表6 方法精密度和准确度

Table 6 Method precision and accuracy

样品序号 Sample No.	GBW07494	GBW07497	GBW07415a
平均值/($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)	1.39	2.40	5.60
标准偏差 $S/(\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1})$	0.034	0.078	0.117
RSD/%	2.4	3.3	2.1
标准值/($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)	1.34 ± 0.20	2.49 ± 0.30	5.60 ± 0.20

2.8 实际样品分析比对

在样品库中选择留存的 6 种土壤样品进行比对实验。所选择的样品分别为吉林黑土样品、河南黄褐土样品、湖北红壤样品、河北潮土样品、江西紫色土样品、广东水稻土样品,分别按照本方法流程和《土壤质量 有效态铅和镉的测定原子吸收法》GB/T 23739—2009 进行样品三平行测试,测试结果平均值如表 7 所示。

分析测试结果表明,在对不同地区的实际样品测试中,该方法与国家标准方法的 RSD 均小于 5%,结果准确可靠。

3 结论

(1)本研究采用双层智能精密型摇床作为前处理设备,进行了有效态铅前处理条件优化实验,最终提出了恒温振荡提取、ICP-MS 测定土壤中的有效态铅的方法,并确定振荡时间为 2 h,提取温度为 $(25\pm 2)^{\circ}\text{C}$,振荡频率为 $(180\pm 10)\text{r}\cdot\text{min}^{-1}$,浸提剂用量为 25 mL 为本方法的最佳前处理条件。

(2)在提取条件实验过程中发现,振荡时间、提取

表7 实际样品比对结果

Table 7 Actual sample comparison results

样品 Sample	测试结果 Result/($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)		相对偏差/%
	本方法	标准方法	
黑龙江黑土样品	1.08	1.06	0.93
SD	0.030	0.036	—
河南黄褐土样品	0.203	0.195	2.01
SD	0.002	0.002	—
湖北红壤样品	3.27	3.22	0.77
SD	0.015	0.025	—
河北潮土样品	1.88	1.83	1.35
SD	0.031	0.021	—
江西紫色土样品	5.69	5.71	0.18
SD	0.026	0.031	—
广东水稻土样品	0.083	0.079	2.47
SD	0.005	0.005	—

温度、振荡频率、浸提剂用量均对有效态铅的提取量有着积极的影响,其中,提取温度和振荡频率的影响最为显著。

(3)本方法检出限达到 $0.009\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$,测定下限为 $0.038\text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$,相对标准偏差为 2.1%~3.3%,检出限低、精密度好、准确度高,对土壤铅污染监测、铅元素迁聚特征研究以及铅污染土壤修复研究等具有较高的实用价值。

参考文献:

- [1] 谢俊卿,严雁翎,易桂林,等. 成人慢性铅中毒认知功能分析[J]. 中华劳动卫生职业病杂志, 2021, 39(5): 343-345. XIE J Q, YAN Y L, YI G L, et al. Cognitive function analysis of chronic lead poisoning in adults[J]. *Chinese Journal of Industrial Hygiene and Occupational Diseases*, 2021, 39(5): 343-345.
- [2] 肖龙恒,唐续龙,卢光华,等. 重毒性铅污染土壤清洁高效修复研究进展[J]. 工程科学学报, 2022, 44(2): 289-304. XIAO L H, TANG X L, LU G H, et al. Research progress in cleaning and efficient remediation of heavy, toxic, lead contaminated soil[J]. *Chinese Journal of Engineering*, 2022, 44(2): 289-304.
- [3] 李依玲,闫贻忠,刘佳琳,等. 中国 2017 年成人膳食来源铅暴露所致心血管疾病疾病负担分析[J]. 中国公共卫生, 2022, 38(5): 557-562. LI Y L, YAN Y Z, LIU J L, et al. Burden of cardiovascular disease attributable to dietary lead exposure among adults in China, 2017 [J]. *Chinese Journal of Public Health*, 2022, 38(5): 557-562.
- [4] 姚苹,郭欣,王亚婷,等. 柠檬酸强化低浓度 EDTA 对成都平原农田土壤铅和镉的淋洗效率[J]. 农业环境科学学报, 2018, 37(3): 448-455. YAO P, GUO X, WANG Y T, et al. Study on leaching of lead and cadmium in farmland soils by citric acid-enhanced low concentration EDTA in the Chengdu Plain[J]. *Journal of Agro-Environment Sci-*

- ence, 2018, 37(3):448-455.
- [5] 杨金燕, 杨肖娥, 何振立. 土壤中铅的来源及生物有效性[J]. 土壤通报, 2005(5):127-134. YANG J Y, YANG X E, HE Z L. Resource and bio-availability of lead in soil[J]. *Chinese Journal of Soil Science*, 2005(5):127-134.
- [6] 刘铭, 刘凤枝, 刘保峰. 土壤中有效态铅和镉的测定[J]. 农业环境科学学报, 2007(增刊1):300-302. LIU M, LIU F Z, LIU B F. Determination of available lead and cadmium in soil[J]. *Journal of Agro-Environment Science*, 2007(Suppl1):300-302.
- [7] 杨金燕, 杨肖娥, 何振立. 采用浸提法探讨土壤中外源铅的生物有效性[J]. 环境生态学, 2020(9):31-37. YANG J Y, YANG X E, HE Z L. The bioavailability of exogenous lead in soils studied by extraction method[J]. *Environmental Ecology*, 2020(9):31-37.
- [8] 袁波, 傅瓦利, 蓝家程, 等. 菜地土壤铅、镉有效态与生物有效性研究[J]. 水土保持学报, 2011, 25(5):130-134. YUAN B, FU W L, LAN J C, et al. Study on the available and bioavailability of lead and cadmium in soil of vegetable plantation[J]. *Journal of Soil and Water Conservation*, 2011, 25(5):130-134.
- [9] 张斌. DTPA 浸提-电感耦合等离子体质谱法测定土壤中的有效镉、有效态铅[J]. 现代盐化工, 2021, 48(1):11-13. ZHANG B. Determination of available cadmium and effective lead in soil by DTPA extraction and inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. *Modern Salt and Chemical Industry*, 2021, 48(1):11-13.
- [10] 农云军, 谢继丹, 黄名湖, 等. 超声提取-ICP-MS法测定土壤中有有效态铅和镉[J]. 质谱学报, 2016, 37(1):68-74. NONG Y J, XIE J D, HUANG M H, et al. Measurement of available lead and cadmium in soil by ICP-MS with ultrasonic extraction[J]. *Journal of Chinese Mass Spectrometry Society*, 2016, 37(1):68-74.
- [11] 殷金涛, 郭强胜, 韩玉良, 等. ICP-AES同时测定土壤中的环境有效态铅和镉[J]. 应用技术学报, 2014, 14(3):200-203. YIN J T, GUO S Q, HAN Y L, et al. Simultaneous determination of environmentally available Pb and Mn in soil by ICP-AES[J]. *Journal of Technology*, 2014, 14(3):200-203.
- [12] 刘妹, 顾铁新, 程志中, 等. 10个土壤有效态成分分析标准物质研制[J]. 岩矿测试, 2011, 30(5):536-544. LIU M, GU T X, CHENG Z Z, et al. Ten reference materials for available nutrients of agricultural soils[J]. *Rock and Mineral Analysis*, 2011, 30(5):536-544.
- [13] 王小如. 电感耦合等离子体质谱应用实例[M]. 北京:化学工业出版社, 2005:3-5. WANG X R. Examples of inductively coupled plasma mass spectrometry applications[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005:3-5.
- [14] 张传琦, 程丽娅, 黄勤, 等. ICP-MS法测定土壤中有有效态砷的研究[J]. 分析试验室, 2011, 30(7):83-86. ZHANG C Q, CHENG L Y, HUANG Q, et al. Study on determination of available arsenic in soil by ICP-MS[J]. *Chinese Journal of Analysis Laboratory*, 2011, 30(7):83-86.

(责任编辑:叶飞)