

# 测定土壤全镉量的前处理法——1N 盐酸浸提法

董克虞、邓小莹、潘桂琴  
(北京市农业科学院农业环境保护室)

镉在土壤中以不同的形态存在,并与土壤发生物理、化学的结合,测定其含量较困难。通常是用不同的前处理方法把它从土壤中提取出来,然后再行测定,如测定土壤中水溶性镉,用水提取,测定酸溶性镉,用不同浓度的酸提取,而测定土壤中全镉量,国内外普遍采用湿式消化法。我们对各种前处理方法进行了分析比较,提出用 1N 盐酸浸提法测定北京地区土壤中全镉含量,其测定精确度等于或优于传统的湿式消化法,现简介如下。

## 一、实验材料和方法

1. 称取过 60 目筛的风干土样 1.00 克于 100 毫升三角瓶内,加 5 毫升 1N 盐酸浸泡振荡 1 小时,过滤、定容,用无焰原子吸收法测定。

2. 将 1N 盐酸浸提法与 (1) 硝酸-王水湿式消化法; (2) 硝酸-高氯酸湿式消化法; (3) 0.1N 盐酸浸提法一起,对三种不同灌溉类型的北京土壤进行十次重复测定,计算三种方法测定值的算术平均值、标准差及变异系数。

用 (1)、(2)、(3) 法对水稻及萝卜盆栽北京土壤(水稻每盆装土 20 公斤,萝卜每盆装土 10 公斤,按 0、0.1、0.5、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0ppm 共九个浓度处理)进行了测定,其测定值与加入量(处理浓度)进行比较,计算三种方法的回收率。

用 1N 盐酸浸提法与 (1) 法对北京市不同灌区、不同土壤类型、不同栽培管理方式的 50 个大田样品含镉量进行了实测比较。

## 二、结果和讨论

1. 从表 1 可见,1N 盐酸浸提法测出的数值最高,其标准差与 (1)、(2) 法差不多,它们的变异系数都在 2.1—5.5% 之间。对这三种土壤重复 10 次的测试结果表明:1N 盐酸浸提法优于 (1) 和 (2) 两种湿式消化法,而湿式消化法是测定土壤中全镉量的传统前处理方法,因此 1N 盐酸浸提法的测定值可以认为是土壤中的全镉量。

### 2. 回收率

经碘化镉九种不同浓度处理三天后,取样分析测得回收率平均相差不大,其变化范围在 80—120% 之间,说明三种方法都能把加入的碘化镉测试出来,但在水稻收割后(处理 100 天)取样分析时,0.1N 盐酸浸提法的回收率已下降到 40—57%,而 1N 盐酸浸提法的回收率平均还保持在 106% 的水平,可见 1N 盐酸浸提法的测定值与湿式消化法几乎无差别。测定结果还表明,该法不仅对易溶于水的碘化镉适用,对最难溶于水的硫化镉也是适用的(具体数据略)。

此外,在盆栽萝卜收获后(处理后 95 天)取土,用 1N 盐酸浸提法所测定的回收率,平均都在 86% 以上,再一次重复了水稻盆栽的结果。

以上说明,在北京浅色草甸土上,土壤中的镉无论是以易溶性的形态(碘化镉)、还是以难溶性的形态(硫化镉)存在,无论是在旱作(萝卜)、还是在淹水(水稻)的栽培条件下,

表 1 三种前处理方法对三种土壤的测试结果比较

| 样 品                                   | 测试结果      | 硝酸-王水<br>湿式消化法 | 硝酸-高氯酸<br>湿式消化法 | 1N 盐酸浸提法 |
|---------------------------------------|-----------|----------------|-----------------|----------|
| 北京西郊钢铁污水灌区<br>石景山向阳大队小麦土<br>(0—20 厘米) | $\bar{X}$ | 6.90           | 7.57            | 8.26     |
|                                       | $S$       | 0.29           | 0.31            | 0.23     |
|                                       | $CV$      | 4.0%           | 4.1%            | 2.8%     |
| 北京化工五厂污水灌区<br>海淀水磨大队稻田土<br>(0—20 厘米)  | $\bar{X}$ | 11.18          | 12.30           | 13.17    |
|                                       | $S$       | 0.61           | 0.43            | 0.71     |
|                                       | $CV$      | 5.5%           | 3.5%            | 5.4%     |
| 北京东郊高碑店污水灌区<br>高碑店大队萝卜土<br>(0—20 厘米)  | $\bar{X}$ | 8.96           | 9.65            | 10.30    |
|                                       | $S$       | 0.39           | 0.20            | 0.28     |
|                                       | $CV$      | 4.3%           | 2.1%            | 2.4%     |

注:  $\bar{X}$  为算术平均值(微克/10 克),  $S$  为标准差(微克/10 克),  $CV$  为变异系数。

1N 盐酸浸提法都能将其测定出来,其检出值(回收率)都在 90% 以上(在旱作土壤上,硫化镉提取偏低一些)。因此,我们认为,1N 盐酸浸提法的检出值可代表土壤中的全镉含量。

### 3. 大田土壤的实测比较

为进一步验证 1N 盐酸浸提法与湿式消化法的测试差异,我们对北京市清灌区与污灌区小麦、水稻、菜园土壤进行了实测比较(见表 2)。

表 2 两种测试方法对大田土壤的实测结果 (ppm) 及其比较

| 地 区          | 样品数 | 平均值 ( $\bar{X}$ )<br>标准差 ( $S$ ) | 硝酸-王水<br>湿式消化法 | 1N 盐 酸<br>浸提法 | 两种测试方法<br>“ $t$ ” 值比较   |
|--------------|-----|----------------------------------|----------------|---------------|-------------------------|
| 北京市清灌区土壤     | 10  | $\bar{X}$                        | 0.051          | 0.048         | $t_{0.05}^{10} = 2.262$ |
|              |     | $S$                              | 0.021          | 0.023         | $0.53 < 2.262$          |
| 首钢污灌区土壤      | 12  | $\bar{X}$                        | 0.343          | 0.386         | $t_{0.05}^{12} = 2.20$  |
|              |     | $S$                              | 0.200          | 0.202         | $2.11 < 2.20$           |
| 北京市东郊污灌区土壤   | 11  | $\bar{X}$                        | 0.540          | 0.570         | $t_{0.05}^{11} = 2.28$  |
|              |     | $S$                              | 0.308          | 0.306         | $1.71 < 2.28$           |
| 北京市化工五厂污灌区土壤 | 6   | $\bar{X}$                        | 4.85           | 4.72          | $t_{0.05}^6 = 2.57$     |
|              |     | $S$                              | 4.32           | 4.09          | $0.63 < 2.57$           |

由表 2 可见,用硝酸-王水湿式消化法与用 1N 盐酸浸提法对北京市含镉量极低的常年清灌地和含镉量不等的三大污灌区数十个土壤样品的测定表明。两种方法的测试结果极其相近,经过“ $t$ ”值计算,差异极不显著,说明两种测试方法可以互换。

硝酸-王水湿式消化法是目前公认的测

定土壤中全镉的前处理方法,但根据实验表明,1N 盐酸浸提法在北京土壤上完全可以代替它,其优点为(1)操作极为简便、快速,样品的处理时间由湿法的三小时(浸泡时间不计)缩短到一小时;(2)耗酸极少(不到湿法的百分之一),可用二级品,因此分析成本大大降低;(3)不需要特殊的专用设备,如通风橱、沙

浴、电炉、排风机等;(4)不存在对周围环境的酸污染和对设备的腐蚀问题;(5)由于不接触浓酸(尤其是高氯酸),对操作人员无危害和危险;(6)必要时可以增加样品的处理量来提

高仪器的检出下限。由于1N盐酸浸提法测定土壤中全镉具有以上的优点,我们认为此法对北京土壤是适用的,而对于其它地区和类型土壤是否适用,还有待于试验。

## LZ3 系列函数记录仪功率管的简易保护法

姚渭溪

(中国科学院环境化学研究所)

我们在使用LZ3系列函数记录仪的过程中,发现该仪器的早期产品的四只输出级功率管3AD6C易损坏。当用四只二极管组装成一个保护装置以后,上述故障就不再产生。

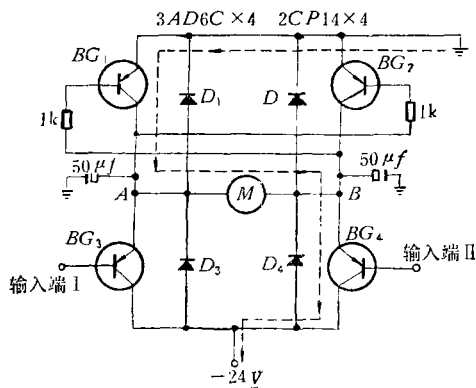
二极管保护装置比较简易,其工作原理可从下图来分析。

由前置放大级输送来的信号,分别送到输入端I、II。如果送到输入端I是高电位时,则送到输入端II便是低电位。这时,由于 $BG_1$ 、 $BG_4$ 的 $V_{be} < 0$ , $eb$ 结处于正偏压而导通,

而 $BG_2$ 、 $BG_3$ 的 $V_{be} > 0$ , $bc$ 结处于反偏压而截止,电路中电流将由:地 $\rightarrow BG_1 \rightarrow A$ 点 $\rightarrow$ 电机 $M \rightarrow B$ 点 $\rightarrow BG_4 \rightarrow -24$ 伏电源,如上图虚线所示。电机 $M$ 的电枢由于通过了电流而旋转,带动记录笔画出图线来。同理,如果送到输入端I是低电位时,则送到输入端II便是高电位,恰好与上述情况相反。电路中电流将由:地 $\rightarrow BG_2 \rightarrow B$ 点 $\rightarrow M \rightarrow A$ 点 $\rightarrow BG_3 \rightarrow -24$ 伏电源。流过电机 $M$ 的电流也恰与上述方向相反。

但是,电机 $M$ 是一个电感性负载,在突然断电或电流改变方向时,电机的电感所感应的电压,瞬时比24伏可能要高很多。虽然电机两端各接有一个50微法的电介电容,以吸收一部分瞬间的尖峰电压,但是因为电介电容分布电感较大,对高频分量吸收不掉,而3AD6C管耐压只有30伏,所以易被瞬间电压击穿而产生故障。

当在 $BG_1$ — $BG_4$ 四只晶体管的两端,各反相并联一支二极管2CP14 $D_1$ — $D_4$ (或2CP15—20),电机所产生的瞬间电压,便可由二极管来泄放,使功率管得到保护。采用这种简便装置后,一年来3AD6C管就没有发生损坏。



LZ3 函数记录仪功率级电路原理图