

DOI: 10.13718/j.cnki.xdzk.2016.11.024

# 王水加辅助酸微波消解—原子荧光测定土壤砷、硒<sup>①</sup>

李 艳<sup>1</sup>, 程永毅<sup>1</sup>,  
陈可雅<sup>2</sup>, 苏婷婷<sup>1</sup>, 谢德体<sup>1</sup>



了解通信作者  
谢德体的更多成  
果, 请扫二维码

1. 西南大学 资源环境学院, 重庆 400716; 2. 重庆市沙坪坝区环境监测站, 重庆 400038

**摘要:** 采用标样法, 研究微波消解条件下, 王水加辅助酸(双氧水、高氯酸、氢氟酸)消解土壤, 氢化物原子化—原子荧光法测定土壤全 As、全 Se 的最佳消解酸体系和方法. 含 HF 或氯化物的消解液对 As 和 Se 的测定有强烈的非原子荧光干扰; 加 HClO<sub>4</sub> 处理, 因在正常的微波消解和赶酸条件下均无法完全去除, 其残留物可能对待测元素的还原—氢化物生成过程发生阻碍而产生严重干扰; 而王水加 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 辅助氧化处理, 既保证土壤矿物完全被打开, 又能彻底氧化有机质, 同时也避免了氧化剂残留对后续还原反应的干扰, 采用土壤标样做回收率测定, As、Se 的回收率分别为 102%、112%, 标准偏差和变异系数均满足土壤微量元素测定要求.

**关键词:** 微波消解; 土壤; 砷; 硒; 原子荧光法

**中图分类号:** S153.6

**文献标志码:** A

**文章编号:** 1673-9868(2016)11-0155-06

相对于“干法灰化”或“碱融法”, “湿法消解”对于不同性质样品的适应性, 测定元素种类的针对性, 后续测定方法的选择性等, 均具有突出的优点. 而湿法消解回收率的高低, 消解液对后续测定方法的适用性、干扰因素等的影响, 取决于消解用酸的组合和加热方式. 在现代分析技术中, 湿法消解结合微波技术所构成“微波消解法”, 因具有加热平稳、温度和时间控制精确, 密封加压、低温消解、环境污染小、操作简便的特点<sup>[1-4]</sup>, 已在各类样品金属、半金属元素, 特别是重金属元素分析测定中广泛应用<sup>[5-10]</sup>; 特别是针对非矿物类样品中易挥发性元素 Hg、Se 等, 采用硝酸+高氯酸组合, 结合微波消解, 氢化物原子化—原子荧光光度法测定, 因其低温、密封消解的特点, 使其更具有突出优势<sup>[11-12]</sup>, 从已取得的大量研究成果看, 不但测定回收率高, 重现性好, 其测量下限更可达  $\mu\text{g}/\text{kg}(\text{ppb})$  甚至  $\text{ng}/\text{kg}(\text{ppt})$  级. 但是, 就土壤样品而言, 在不损失待测组分的前提下, 确保样品中所存在的大量硅酸盐类矿物和有机物被全部打开, 则是消解是否彻底的关键<sup>[13-14]</sup>. 一般认为, 在以原子发射或吸收光谱为测定方法的前提下, 王水+HF 组合, 利用 HF 可简单快速地达到彻底分解硅酸盐矿物, 释放所有金属(或半金属)元素的目的<sup>[15-16]</sup>. 然而, 该处理制取的土壤消化溶液用“氢化物原子化—原子荧光光度法”测定 As、Hg、Se 等元素时, 则产生了严重问题, 尤其对 As 的测定影响较大<sup>[17]</sup>. 究其原因, 焦点在于以王水为消解酸体系下, 加 HF 处理所产生的化合物或残留物是否对氢化物原子化—原子荧光光度法测定过程产生干扰. 为进一步规范“微波消解—氢化物原子化—原子荧光光度法”测定 As、Se 技术规程, 本文采用“标样法”, 以王水为消解酸体系, 研究不同辅助酸下, 微波消解土壤样品, 氢化物原子化—原子荧光光度法测定 As、Se; 并结合回收率及精密度比较, 确定该测定条

① 收稿日期: 2015-06-03

基金项目: 国家水体污染控制与治理科技重大专项项目(2012ZX07104-003).

作者简介: 李 艳(1993-), 女, 云南曲靖人, 硕士研究生, 主要从事土壤化学及矿物研究.

通信作者: 谢德体, 土壤学教授.

件下的最佳消解酸体系和方法.

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器与试剂

#### 1.1.1 试剂

硝酸、盐酸、高氯酸、过氧化氢、氢氟酸、氢氧化钾、硼氢化钾、抗坏血酸等均为 GR 级试剂；5% 硫脲—抗坏血酸混合液(临用时现配)，1.5% 硼氢化钾—0.5% 氢氧化钾(临用时现配)；砷、硒标准储备液均为 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ (用时稀释)；

砷标准系列：将标准储备液逐级稀释到所需质量浓度至 100 mL 容量瓶，加入 10 mL 浓盐酸，10 mL 5%~5% 硫脲—抗坏血酸混合液，纯水定容；

硒标准系列：将标准储备液逐级稀释到所需质量浓度至 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 浓盐酸后用纯水定容。

#### 1.1.2 仪器设备

M-stone 微波消解器，VB-24 型赶酸器，北京普析 PF-3 多通道原子荧光光度计。

### 1.2 供试样品

国家标准土壤样品 GBW07402(GSS-02)，标准值：砷  $13.7 \pm 1.8 \text{ mg}/\text{kg}$ ；硒  $0.160 \pm 0.04 \text{ mg}/\text{kg}$

### 1.3 试验设计与方法

#### 1.3.1 消解酸体系

以正、反“王水”作为基础酸，配比不同辅助酸(双氧水、高氯酸、氢氟酸)对样品进行消解处理，如表 1。

表 1 微波消解体系下不同处理酸体系组成

处理编号	消解酸组成及用量/mL				
	HNO <sub>3</sub>	HCl	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	HClO <sub>4</sub>	HF
1	9.0	3.0	—	—	—
2	3.0	9.0	—	—	—
3	3.0	9.0	2.0	—	—
4	3.0	9.0	—	2.0	—
5	6.0	2.0	—	—	2.0

#### 1.3.2 微波消解条件

按预消解、加热升温消解、赶酸 3 个过程进行。各过程微波消解器技术条件如表 2。

表 2 微波消解系统的工作条件

消解步骤	功率/W	升温时间/分	温度/℃	保持时间/分
预消解	600	10	140	10
加热升温、消解平衡	800	10	180	30

#### 1.3.3 试验步骤

1) 准确称取 0.4000g 左右土壤样品于聚四氟乙烯消解内罐中，按照表 1 中不同酸体系设计，加入浓硝酸、浓盐酸和辅助酸，过夜或静置 4 h 后，插入加热赶酸器内，120  $^{\circ}\text{C}$  加热预消解 20 min，待冷却至 80  $^{\circ}\text{C}$  以下后取出，加盖旋紧，放入微波消解器，按表 2 中微波消解设置进行消解。消解完成待冷却后取出，旋开罐盖，赶酸器 120  $^{\circ}\text{C}$  条件下赶酸 1 h，用 3 mol/L HCl 将消解液转移至 50 mL 容量瓶中，冷却、定容、摇匀后用于元素测定。同时做空白对照。

2) 砷的测定：取 2.00 mL 澄清消解液于 25 mL 容量瓶中，加 5% 硫脲—5% Vc 混合液 5 mL，定容、摇匀，静置 30 min，待还原完全后，以 1.5%  $\text{KBH}_4$  溶液为还原剂，2% HCl 为载流液，在 PF 多通道原子荧光仪上测定。

3) 硒的测定：前处理液中，酸体系能满足硒的检测酸度  $1 \sim 3 \text{ mol}/\text{L} [\text{H}^+]$ ，因此，可直接采用原液在 1.5%  $\text{KBH}_4$  溶液为还原剂，2% HCl 为载流液的背景下，做原子荧光仪测定。

## 2 结果与讨论

### 2.1 不同酸体系处理效果

与其它纯有机或无机类样品不同, 土壤中同时包含复杂的有机组分和各种无机矿物. 一般来说, 用“王水”(HNO<sub>3</sub>+HCl)作为消解酸, 既能氧化分解土壤有机质, 又能打开土壤中绝大多数无机矿物或组分, 特别在针对土壤中易挥发元素如 Hg、Se 测定时, 因王水体系消解所需的温度较低(≤200 °C), 宜于避免待测元素(如 Se、Hg)的挥发损失, 而该温度条件, 也最有利于用“微波消解”装置处理样品. 但是, 该消解酸体系可能存在以下问题: 1) 王水虽然具有同时处理有机和无机组分的能力, 但针对土壤有机质质量分数较高的样品, 常规用量下的“正王水”(HNO<sub>3</sub>: HCl = 1: 3)因氧化剂比例较低, 难于将土壤有机组分氧化完全; 2) 如果采用“反王水”(HNO<sub>3</sub>: HCl = 3: 1), 虽能保证有机组分的分解, 但对土壤无机矿物的溶解则嫌不足; 3) 针对土壤中的各种硅酸盐矿物, 王水可能存在分解能力不足, 或者分解速度较慢的问题. 而解决问题的办法, 一是添加辅助氧化剂, 如 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>、HClO<sub>4</sub> 等; 二是加入对硅酸盐具有特效分解性的 HF.

#### 2.1.1 各组合酸体系消解后的表现效果

各组合酸体系按上文实验步骤第一步处理后, 消化液及残渣外观如表 3. 从消化液外观上, 各处理消化结果基本正常; 其中, 1 号处理颜色较深, 缘于 HNO<sub>3</sub> 比例大, 而加 HF 的 5 号处理, 因 HF 与硅生成气态的 SiF<sub>4</sub>, 其结果是残渣量大大降低.

表 3 不同酸组合经微波消解后的处理效果 (n=7)

编号	消解酸体系/mL					溶液颜色	残渣颜色	消解评价
	HNO <sub>3</sub>	HCl	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	HClO <sub>4</sub>	HF			
1	9	3	—	—	—	橘黄色	灰棕色	完全
2	3	9	—	—	—	淡黄色	灰白色	完全
3	3	9	2	—	—	淡黄色	灰白色	完全
4	3	9	—	2	—	淡黄色	灰白色	完全
5	6	2	—	—	2	黄色	量少、灰白色	较完全

#### 2.1.2 各组合酸体系消解液 As、Se 的测定结果

不同消解酸体系下对供试的土壤标样处理后, “氢化物原子化器—原子荧光法”As 和 Se 的测定结果、回收率、标准差及变异系数如表 4.

表 4 不同消解酸体系对标准土样全量 As、Se 测定结果 (n=7)

处理	As				Se			
	平均值/ (mg·kg <sup>-1</sup> )	标准偏差	回收率/ %	CV/ %	平均值/ (mg·kg <sup>-1</sup> )	标准偏差	回收率/ %	CV/ %
1	11.7	2.63	84.9	22.5	0.194	0.017	97.0	8.76
2	12.7	0.88	93.1	6.93	0.238	0.009	119	3.78
3	13.9	0.52	102	3.74	0.224	0.011	112	4.50
4	9.50	0.11	70.3	1.16	0.166	0.009	82.8	5.42
5	19.9	1.79	145	8.99	0.300	0.200	150	18.2
标准值	13.7(平均值)				0.200(高限值)			

由表 4, 处理 1 测定回收率偏低, 变异系数、标准差结果均不理想; 其原因可能来自 2 个方面, 一是反王水中 HCl 比例相对较低, 土壤矿物分解欠完全; 二是因土壤有机质质量分数较低, 大量未消耗的 HNO<sub>3</sub> 即使经排酸处理后仍有较多残留, 而这部分具有强氧化能力的 HNO<sub>3</sub> 残留则可能对 As、Se 的还原、生成氢化物过程带来一定干扰<sup>[18]</sup>.

处理 2、3 从回收率、标准差、重现性, 均达到和满足土壤中 As、Se 测定的要求; 其中, 处理 3 的效果较处理 2 更优. 这表明, 采用正王水处理, HCl 比例增加, 更利于土壤矿物的打开, 提高元素测定回收率; 同时, 也可有效地避免大量的氧化剂残留物(HNO<sub>3</sub>)对后续“氢化物原子化—原子荧光法”测定所带来的干扰. 但另一方面, HNO<sub>3</sub> 比例的降低, 不利于土壤有机质的灰化分解, 特别是有机质质量分数较高的土壤样

品, 仅用正王水可能会因有机质灰化不完全而导致测定回收率降低. 处理 3 采用正王水处理的基础上加适量(2 mL)30%双氧水( $H_2O_2$ )作为辅助氧化剂, 以保证有机质能被彻底灰化; 同时, 因双氧水在加热条件下的自发歧化反应而自然分解, 而土壤消化液中大量的  $Fe^{3+}$  对该反应具有强烈的催化作用, 使得残留的双氧水在赶酸过程中很容易被分解去除, 因而可避免其对后续测定的干扰.

处理 4 在正王水基础上用  $HClO_4$  作为辅助氧化剂, 但回收率远低于其它处理, 其原因可能仍归就于消化残留的  $HClO_4$  对 As、Se 氢化物原子化过程的干扰. 与双氧水不同, 在无还原性物质和温度不太高( $<250\text{ }^\circ\text{C}$ )的条件下,  $HClO_4$  十分稳定; 因而, 除非样品中含足量的有机物, 能保证将加入的  $HClO_4$  消耗完全, 否则, 在常规温度下即使长时间赶酸处理也难于去除<sup>[19]</sup>(采用过高温度将导致 Se 的损失).

处理 5 在反王水基础上加 HF, 目的是在保证土壤有机物被彻底灰化的同时, 土壤中硅酸盐矿物能被完全打开, 但该处理测定回收率 As 达到 145%, Se 达 150%, 表明方法存在严重的系统误差. 由于 As、Se 两元素同时出现正向偏差误差, 其来源必定与 HF 的使用有关, 而干扰应该出现在待测元素的氢化物原子化过程, 或原子荧光测定阶段; 其中, 最大可能发生在“原子荧光测定”阶段, 即: HF 或 HF 与待测液中共存物的反应产物在 As、Se 原子光谱的激发下可能产生“非原子态荧光”而干扰 As、Se 的原子荧光测定.

## 2.2 加 HF 处理对 As、Se 原子荧光测定干扰的对比性研究

目前, 尚无 HF 气体能产生荧光的证据, 因此, 加 HF 处理对 As、Se 氢化物原子化—原子荧光测定产生干扰的切实原因尚不得而知. 为证实该干扰的确实存在, 笔者进行了下述对比研究:

1) 取 25  $\mu\text{g/L}$  的 As、Se 混合标液 4 mL 于 20 mL 塑料试管中, 共设 4 组, 每组 7 次平行; 对照组不加 HF 处理, 1、2、3 组依次加入 0.2、0.4、0.6 mL 15% HF, 摇匀. 所有各组分别加 2 mL 浓 HCl, 4 mL 5% 硫脲—5% Vc 混合液, 纯水定容(As、Se 质量浓度均为 5  $\mu\text{g/L}$ )、摇匀后, 以 1.5%  $KBH_4$  溶液为还原剂, 2% HCl 为载液, 做原子荧光测定, 读取测定荧光值, 结果如表 5.

表 5 HF 不同用量(mL)下 As、Se 仪器测定的荧光值( $n=7$ )

处理	As		Se	
	平均值	标准偏差	平均值	标准偏差
对照	3681.44	25.30	857.36	9.26
1	荧光值溢出	—	1 065.48	45.68
2	荧光值溢出	—	1 126.30	75.64
3	荧光值溢出	—	1 235.14	45.46

由表 5, HF 酸对 As、Se 标准物质的“氢化物原子化—原子荧光法”测定会产生极其严重的干扰; 其中, 对 As 的干扰较 Se 更为严重. 这也可能说明, 在该测定条件下, 部分被汽化的 HF 在 As( $\lambda=193.7\text{ nm}$ )和 Se( $\lambda=196.0\text{ nm}$ )的原子光谱激发下产生了非原子荧光, 而激发光源的中心波长更加接近于 As 的原子光谱波长.

2) 为证明经正常微波消解、赶酸处理后, HF 的干扰仍然存在, 笔者进一步做了下述对比处理: 取 100  $\mu\text{g/L}$  的 As、Se 混合标液 2.5 mL, 0.100 g 石英砂(GR 级)于聚四氟乙烯消解内罐中, 设对照组和 4 个处理组、7 次平行, 1、2、3、4 组均按“表 3、处理 5”分别加入  $HNO_3$ 、HCl、HF; 对照组按“表 3、处理 2”只加  $HNO_3$ 、HCl(反王水). 各组按土壤样品相同的消解步骤进行静置、预消解, 至微波消解完成后, 对照组按常规 1 小时赶酸, 1、2、3、4 组依次用 0.5、1.0、1.5、2.0 h 赶酸; 所有处理完成后用 3 mol/L HCl 将消解液移入 50 mL 容量瓶, 冷却、定容、摇匀后按规定程序做原子荧光测定, 读取荧光值. 结果如表 6.

表 6 加 HF—微波消解—赶酸处理后 As、Se 仪器测定荧光值( $n=7$ )

赶酸时间/ h	As		Se	
	平均值	标准偏差	平均值	标准偏差
对照	3 267.20	50.30	942.57	37.12
0.5	荧光值溢出	—	2 597.90	33.04
1	荧光值溢出	—	2 515.82	39.78
1.5	荧光值溢出	—	2 294.65	33.76
2	荧光值溢出	—	2 277.13	39.84

由表 6, HF 对 As、Se 测定的干扰并不随微波消解和赶酸时间的增加而明显减弱, 对 Se 的测定来说甚至有增大的趋势. 这表明在本研究规定的微波消解和赶酸条件下, 消解液中残留的 HF 并不能完全排净, 即使微量的残留, 也将对测定带来极大干扰; 同时, 从加石英砂处理, Se 的干扰荧光值明显增大的现象表明, HF 与 Si 的反应产物( $\text{SiF}_4$ )也可能对 As、Se 原子荧光测定产生干扰.

### 3 结 论

1) 正王水 +  $\text{H}_2\text{O}_2$ —微波消解在避免易挥发金属元素挥发损失的同时, 能保证土壤矿物和土壤有机质被完全消解(特别是高有机质土), 消解液中残留物对 As、Se“氢化物原子化—原子荧光测定”无干扰, 标准样品测定回收率分别达 102%、112%, 测定重现性好.

2) 反王水—微波消解尽管能保证土壤有机质消解, 但可能因土壤矿物未能彻底打开而导致回收率降低; 同时, 大量残留的  $\text{HNO}_3$  可能对后续 As、Se 还原生成氢化物过程产生干扰而使测定精密度和重现性变差.

3) 正王水 +  $\text{HClO}_4$  消解液中, 因  $\text{HClO}_4$  在常规微波消解、排酸条件下不易排尽, As、Se 的氢化物过程将受到  $\text{HClO}_4$  的严重干扰.

4) HF 或 HF 与硅的化合物在 As、Se 的原子光谱激发下可能产生非原子荧光而强烈干扰 As、Se 的原子荧光测定, 正王水 + HF 微波消解土壤, 即使经长时间赶酸处理, 该强烈干扰仍然存在; 其中, 对 As 的干扰远强于对 Se 的干扰.

### 参考文献:

- [1] 王子宇. 微波技术基础 [M]. 北京: 北京大学出版社, 2003.
- [2] BURT R, WILSON M A, MAYS M D, et al. Major and Trace Elements of Selected Pedons in the USA [J]. *Journal of Environment Quality*, 2003, 32(6): 2109—2121.
- [3] 任海仙, 王迎进. 微波消解—火焰原子吸收光谱法测定土壤中重金属元素的含量 [J]. *分子科学学报*, 2009, 25(3): 213—216.
- [4] 吴 磬, 黄 莺. 微波消解测定土壤金属预处理的优化 [J]. *西南师范大学学报(自然科学版)*, 2013, 38(11): 132—135.
- [5] 潘月鹏, 王跃思, 杨勇杰, 等. 区域大气颗粒物干沉降采集及金属元素分析方法 [J]. *环境科学*, 2010, 31(3): 553—559.
- [6] WONG C S C, LI X D, THORNTON L. Urban Environmental Geochemistry of Trace Metals [J]. *Environment Pollution*, 2006, 142(1): 1—16.
- [7] BALABA R S, SMART R B. Total Arsenic and Selenium Analysis in Marcellus Shale, High-Salinity Water, and Hydrofracture Flowback Wastewater [J]. *Chemosphere*, 2012, 89(11): 1437—1442.
- [8] NIEDZIELSKI P, SIEPAK M, SIEPAK J, et al. Determination of Different forms of Arsenic, Antimony and Selenium in Water Samples Using Hydride Generation [J]. *Polish Journal of Environmental Studies*, 2002, 11(3): 219—224.
- [9] 刘兴艳, 朱静平, 周 浩, 等. 原子荧光测定苹果中的微量硒 [J]. *西南大学学报(自然科学版)*, 2006, 28(1): 106—110.
- [10] 徐作英, 严 伟, 刘 菲, 等. 四川道地药材: “川麦冬”中铅、砷、汞的含量测定及安全性评价 [J]. *四川师范大学学报(自然科学版)*, 2012, 35(3): 396—399.
- [11] SANCHEZ-RODAS D, CORNS W T, CHEN B, et al. Atomic Fluorescence Spectrometry: a Suitable Detection Technique in Speciation Studies for Arsenic, Selenium, Antimony and Mercury [J]. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 2010, 25(7): 933—946.
- [12] 刘绍璞, 刘林丰, 刘忠芳, 等. Pd(II)与还原性辅酶 I 和溶菌酶相互作用的荧光和共振瑞利散射光谱研究 [J]. *西南大学学报(自然科学版)*, 2013, 35(11): 1—13.
- [13] 中国环境监测总站. 土壤元素的近代分析方法 [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1992.
- [14] 鲁如坤. 土壤农业化学分析方法 [M]. 北京: 中国农业科技出版社, 1999.

- [15] 王 刚, 胡跃城, 孙英杰, 等. 微波消解—可见分光光度法测定土壤中的总铬 [J]. 光谱实验室, 2011, 28(5): 2662—2656.
- [16] WANG C F, YANG J Y, KE C H. Multi-Element Analysis of Airborne Particulate Matter by Various Spectrometric Methods After Microwave Digestion [J]. Analytical Chimica Acta, 1996, 320(2—3): 207—216.
- [17] 褚卓栋, 肖亚兵, 刘文菊. 高压密闭消解土壤砷、汞、铅和镉酸体系比较 [J]. 中国环境监测, 2009, 25(5): 57—61.
- [18] 邓 勃. 应用原子吸收与原子荧光光谱分析 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2001.
- [19] 国家环境保护总局. 土壤环境监测技术规范: HJ/T166-2004 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2004.

## Determination of Soil Arsenic and Selenium by Atomic Fluorescence Under Microwave Digestion with Aqua Regia plus Assisted Acid

LI Yan<sup>1</sup>, CHENG Yong-yi<sup>1</sup>, CHEN Ke-ya<sup>2</sup>,  
SU Ting-ting<sup>1</sup>, XIE De-ti<sup>1</sup>

1. School of Resources and Environments, Southwest University, Chongqing 400716, China;

2. Environmental Monitoring Station of Shapingba, Chongqing 400038, China

**Abstract:** In this paper, it used the method of standard sample, combined with microwave digestion system, digestion soil at aqua regia plus auxiliary acid (hydrogen peroxide, perchloric, hydrofluoric acid) system, determining the whole Arsenic and Selenium in the solution by Hydride Generation-Atomic Fluorescence spectrometry to choose the best digestion acid system and method. The results showed that: digestion solution contained HF for the determination of As and Se by AFS has a strong interference; after adding HClO<sub>4</sub>, because in the normal microwave digestion and exclude the acid conditions which could not completely be removed, the residues might be obstacle the reduction and hydride generation process of determined elements as to bring Serious interference; while aqua regia plus H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> assisted oxidation process, that ensured the mineral soil was completely open, also made organic matter thorough oxidation, and avoided residual oxidant affect subsequent reduction reaction. Using soil standard sample made recoveries, As and Se recoveries were 102%, 112% respectively, standard deviation and coefficient of variation are satisfied the measured requirements of trace elements in the soil.

**Key words:** microwave digestion; soil; arsenic; selenium; Atomic Fluorescence

责任编辑 陈绍兰

实习编辑 包 颖

