

土壤中重金属测定之微波消解前处理

农作物以及中药材中重金属含量越来越受到人们的重视，尤其是 5 月“铬米”事件使得土壤重金属污染问题浮出水面，有报道称国土资源部正在绘制我国土壤重金属污染图，可见，土壤重金属超标问题已经受到国家和政府的强烈关注，“土壤疗毒”必将是近几年环境整治的重点，必然迫切需要快速高效的土壤重金属检测方法，传统的湿法消解样品前处理由于耗时间长等缺点已经不能满足要求，而微波消解具有升温快速，加热均匀，省时环保的优点得到分析工作者的青睐，已经越来越多的应用到样品前处理中。

实验仪器

TANK 微波消解仪（济南海能仪器）；分析天平（万分之一，上海精科）

实验试剂

浓硝酸（65%）；浓盐酸（37%）；氢氟酸（40%）；蒸馏水

实验部分

将采集的土壤样品（一般不少于 500g）混匀后用四分法缩分至 100g，缩分后的土样经风干后，除去土样中的石子和动植物残体等异物。用玛瑙研钵将土壤样品碾压，过 2mm 尼龙筛除去 2mm 以上的沙砾，混匀。上述土样进一步研磨，再过 100 目尼龙筛，试样混匀后备用。



准确称取经风干，粉碎过筛（100 目）的土壤样品 0.1g（精确值 0.0001g）于处理好的微波消解罐中，滴加少量水湿润样品，加入王水（现用现配）8mL，再加入 2mL 氢氟酸，组装消解罐，放入微波消解仪按下列程序进行消解。

消解程序：

阶段	升温时间 min	温度℃	压力 psi	保温时间 min
----	----------	-----	--------	----------

1	8	150	350	2
2	5	200	800	20

消解效果见下图：（注：赶酸之后再转移到玻璃容器内）



由于不同区域土壤基质不同，有些样品消解完全后会有灰白色颗粒存在，经测试并不影响重金属测定结果，如有沉淀存在过滤或取上清液进样。