

## 污水中金属元素总量的全自动消解参考方法

### 1 引言

参照 HJ 677-2013 的消解方法，建立水质样品的消解方法。通过全自动消解仪进行污水的先浓缩，后消解，自动、智能、安全的完成大批量水样的消解。方法中讨论了消解条件的优化，同时介绍了**加快消解**的仪器型号选择。

### 2 实验部分

#### 2.1 仪器

全自动消解仪(北京普立泰科仪器有限公司生产)

仪器型号：ST 32 聚四氟乙烯消解管:100 mL 或仪器型号：ST 60 聚四氟乙烯消解管：50mL

#### 2.2 试剂

浓硝酸，优级纯

双氧水，优级纯

实验用水为去离子水。

样品：污水

#### 2.3 实验步骤

##### 2.3.1 样品预处理

准确移取样品 50.0mL 放于消解管中，放置在消解架上。使用的方法为：加入 5ml 硝酸、高氯酸来固定水样中金属元素，加热到 120 度浓缩水样，待全部水样浓缩至 5mL 时，加入硝酸、高氯酸再消解，在消解完毕后将温度升至 180 度赶酸，赶酸至小于 1mL 时，消解结束。

软件编辑实验步骤

步骤	操作	条件	
1	加入试剂	HNO <sub>3</sub>	5.0mL
2	振荡	70%	2min
3	加热到	95℃	
4	加热	95℃	保持 150~200min (确定浓缩时间)
5	加入试剂	HNO <sub>3</sub>	5.0mL
6	振荡	70%	2min
7	加热	95℃	保持 60
8	加入试剂	HNO <sub>3</sub>	5.0mL
9	振荡	70%	2min
10	冷却		10min
11	加入试剂	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	3.0mL
12	加热	95℃	保持 30
13	冷却		5min

14	加入试剂	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	1.0mL
15	加热	95℃	保持 30
16	定容	H <sub>2</sub> O	50mL

### 3 结果与讨论

#### 3.1 样品消化及处理条件的选择

污水样品是目前环保领域最为重要的样品之一，涉及到的重金属检测项目很多，常见的有铅、镉，目前很多实验室中微量元素含量检测的前处理方法主要是用手工方法湿法消解，在电热板上手工加入酸并定期观察和摇晃。废水的消解，主要一部分时间浪费水的浓缩，由于污水样品个体间差异较大，所以在前期污水浓缩时蒸发速度会有明显差异，为了避免样品在浓缩过程中浓缩干的现象，利用北京普立泰科仪器有限公司生产的全自动消解仪在实验方法上进行优化。实验中，在污水样品浓缩前先加入硝酸固定金属元素，利用液体沸点的不同，使用 95 度浓缩水样，尽可能保证同一批处理的水样在浓缩过程中不会干涸。

纯水的沸点在 100 度沸腾，方法中使用 120 度浓缩水样，目的是为了加快水的浓缩速度，由于水样中掺入一定的酸，使得水的沸点在理论上有所抬高，所以使用略高于水的沸点温度浓缩水样。

实验中在浓缩水样前先加入硝酸，由于水、硝酸的沸点不同，在 95 度下，水比硝酸更容易蒸发掉，从而达到先浓缩的目的。

**加快消解：**100mL 消解管比 50mL 消解管增加了液体挥发的表面积，从而使得消解速度加快。ST 32 比 ST 60 先消解完成。

#### 3.2 消解终点

经观察，所剩液体为透明液体，说明消解已经完成，可以定容并上机测定。通过对方法的优化，可以将污水进行消解，提高了人员的操作效率，便于进行批量实验。

