

微波消解-火焰原子吸收法测定农用地土壤中的铜

1 前言

随着我国经济和社会的发展，我国土壤污染日益严重，已对土地资源可持续利用与农产品生态安全构成威胁。据报道，目前受重金属污染土地达 2000 万公顷，严重污染土地超过 70 万公顷，13 万公顷土地因重金属含量超标而被迫弃耕，全国土壤环境状况总体不容乐观。2018 年 6 月，生态环境部和国家市场监督管理总局发布了《GB 15618-2018 土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准》增加了微波消解的前处理方法，简化了土壤的前处理步骤，通过微波消解方法可快速检测农用地中的金属含量。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MASTER-40 微波消解仪，TK-12 赶酸器，原子吸收光度计，铜空心阴极灯，分析天平(十万分之一)等



2.2 试剂

硝酸(68%)，盐酸(37%)，氢氟酸(40%)，高氯酸(72%)，铜标准溶液，标准土样

3 实验方法

3.1 样品制备

将采集的土壤样品（一般不少于 500 g）混匀后用四分法缩分至约 100 g。缩分后的土经风干（自然风干或冷冻干燥）后，除去土样中石子和动植物残体等异物，用木棒研压，通过 2 mm 尼龙筛（除去 2 mm 以上的砂砾），混匀。用玛瑙研钵将通过 2 mm 尼龙筛的土样磨至全部通过 100 目（孔径 0.149 mm）尼龙筛，混匀后备用。

3.2 取样

称取 3 组样品质量为 0.2g（精确至 0.1mg）

标准土样 3 组质量为 0.2g（精确至 0.1mg）

3.3 消解

分别加入 6mL 浓硝酸、2mL 浓盐酸和 2mL 的氢氟酸，同时做试剂空白，室温静置一段时间，待其反应完全后，则组装消解罐，按照如下设置参数进行消解：

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	800
2	180	5	800
3	210	30	800

最高压力 2.5MPa 以内。

3.4 赶酸定容

消解完成，冷却后取出消解罐，加入 2mL 高氯酸，180℃赶至开始冒白烟，再加入 3mL 硝酸赶至近干。冷却、转移，样品定容至 50mL，标土定容至 100mL，溶液无色澄清透明。

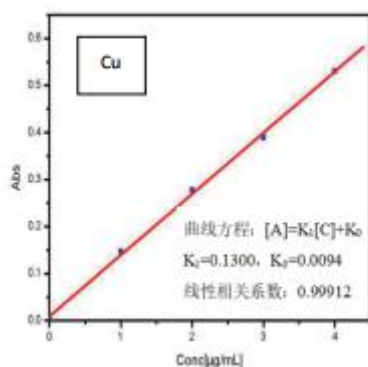
使用原子吸收检测前，使用滤纸对待测液进行过滤。

3.5 配置标准溶液

分别精密移取 0.0mL、0.1mL、0.2mL、0.3mL、0.4mL 铜标准溶液置于 5 个 100mL 容量瓶中，用质量分数 1%硝酸溶液稀释至刻度，得到每 1mL 溶液含铜分别为 0μg、1μg、2μg、3μg、4μg 的系列标准溶液。

3.6 标准曲线

波长 324.7nm，光谱带宽 0.2nm，滤波系数 0.3，灯电流 3mA，计算方式为连续法。



4 结果

元素	项目	样品	标准土样	均称值，不确定度区间及回收率
铜	含量μg/g	12.6	147.8	144±6 回收率：103.3%
		12.2	147.9	
		12.1	150.4	
	均值μg/g	12.3	148.7	
	RSD/%	2.2	1.0	

土壤样品中铜含量为 12.3ppm，测量结果的 RSD=2.2%，表明重复性较好。标准品回收率为 103.3%，证明此用此方法处理土壤样品，元素损失较少。

参考文献

[1] GB 15618-2018 土壤环境质量 农用地土壤污染风险管控标准

[2] GBT 17138-1997 土壤质量 铜、锌的测定 火焰原子吸收分光光度法

注意事项

土壤样品一定要进行烘干、粉碎、过筛处理；要用试剂做为空白，不可用纯水；添加试剂时，最后加氢氟酸，赶酸时要加入高氯酸将氢氟酸赶尽。