

微波消解-土壤标准物质中的金属元素

1 前言

由于土壤成分的复杂性，土壤重金属元素分析需要进行样品前处理。微波消解方法操作简单，消解速度快，大大缩短了检验周期，提高了分析效率，消解效果好，有效改善实验人员的工作环境，分析结果的精密度、准确度及回收率均能得到有效保障。微波消解技术逐步被科研工作者接受并成为主流的样品前处理方法。由于不同土壤样品间的成分与形态差别较大，我们选择五类土壤标准物质，采用三酸法进行微波消解，并对多种金属元素进行分析检测。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK 微波消解仪，TK-20 赶酸器，分析天平(十万分之一)，原子吸收分光光度计等



2.2 试剂

硝酸(68%)，盐酸(37%)，氢氟酸(40%)

2.3 样品

GSS-22 , GSS-23 , GSS-26 , GSS-30 , GSS-33

3 实验方法

3.1 微波消解

称取五种土壤标准物质，质量约为 0.2g（精确至 0.1mg）。将称好的样品，置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 2mL 氢氟酸。静置 30min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	压力/Mpa	升温时间/min	保温时间/min
1	150	2	7	2
2	180	2.5	5	2
3	200	3	5	30

3.2 赶酸定容

冷却后取出消解罐，在赶酸器上于 150℃赶酸至近干。消解罐放冷后，将消化液转移至 10mL 容量瓶中，用少量水洗涤消解罐 2 次~3 次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度，混匀备用。同时做试剂空白试验。

4 结果

原子吸收分光光度计检测铜、锌、镍、镉的含量，数据如下：

元素	镍/mg/kg	铜/mg/kg	锌/mg/kg	镉/mg/kg
GSS-22 实测	25.7	17.5	60.9	0.07
GSS-22 范围	26±1	18.3±0.8	59±2	0.065±0.012
GSS-23 实测	38.9	30.7	98.5	0.15
GSS-23 范围	38±1	32±1	97±3	0.15±0.02
GSS-26 实测	26.6	18.7	63.3	0.14

GSS-26 范围	26±1	19.1±0.6	62±2	0.14±0.01
GSS-30 实测	19.8	26.0	95.1	0.27
GSS-30 范围	20±2	26±2	92±3	0.26±0.02
GSS-33 实测	32.7	24.2	71.6	0.14
GSS-33 范围	32±1	25±2	69±4	0.14±0.01

实验发现除 GSS-23 的铜元素检测值略低于不确定度范围，GSS-30 的锌元素检测值略高于不确定度范围，其余样品的四类元素检测结果均在标准值不确定度范围之内，满足实验室土壤检测实验的要求。

参考文献

- [1] HJ 491-2019 土壤和沉积物 铜、锌、铅、镍、铬的测定 火焰原子吸收分光光度法
- [2] HJ 832-2017 土壤和沉积物 金属元素总量的消解 微波消解法