



中华人民共和国海洋行业标准

HY/T 132—2010

海洋沉积物与海洋生物体中 重金属分析前处理 微波消解法

Pretreatment guideline of heavy metals analysis in the marine
sediments and organisms—Microwave assisted acid digestion

2010-02-10 发布

2010-03-01 实施

国家海洋局 发布

前 言

本标准由国家海洋局厦门海洋环境监测中心站提出。

本标准由全国海洋标准化技术委员会(SAC/TC 283)归口。

本标准由国家海洋局厦门海洋环境监测中心站负责起草,国家海洋局东海标准计量中心,国家海洋局东海环境监测中心,国家海洋局北海环境监测中心和浙江省海洋监测预报中心参加起草。

本标准主要起草人:董炜峰、黄海波、陈劲毅、周罗明、赵秀玲、刘富平、张成、秦洁。

海洋沉积物与海洋生物体中 重金属分析前处理 微波消解法

1 范围

本标准规定了海洋沉积物和海洋生物体样品中铜、铅、镉、锌和铬的微波消解前处理方法的试剂及配制、仪器和设备、操作步骤、精密度和准确度、质量保证和控制等内容。

本标准适用于海洋沉积物和海洋生物体样品中铜、铅、镉、锌和铬的原子吸收法、ICP-AES、ICP-MS测试的微波消解前处理方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 17378.5 海洋监测规范 第5部分：沉积物分析

GB 17378.6 海洋监测规范 第6部分：生物体分析

USEPA Method 3051A 沉积物、淤泥、土壤和油类样品的微波辅助用酸消解

USEPA Method 3052 硅质基体和有机基体的微波辅助用酸消解

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

标线 standard line

计量容器体积的刻度线。

[GB 17378.5—2007, 定义 3.1]

3.2

蒸至近干 evaporation to dryness

溶剂蒸发至小体积(0.2 mL~0.3 mL)，留有残渣呈润湿状。

[GB 17378.6—2007, 定义 3.1]

4 原理

利用微波快速加热技术，以混合酸消解海洋沉积物与海洋生物体样品，其中海洋沉积物采用硝酸和盐酸混合酸，海洋生物体采用硝酸和过氧化氢混合酸。

5 试剂及配制

除非另有说明，本方法所用试剂为分析纯，水为二次去离子水或等效纯水。

5.1 硝酸(HNO_3): $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ，优级纯，经石英亚沸蒸馏器蒸馏。

5.2 盐酸(HCl): $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ，优级纯。

5.3 过氧化氢(H_2O_2):30%，优级纯。

5.4 硝酸溶液(1+99):1体积的硝酸(见5.1)和99体积的水混合。

5.5 盐酸溶液(1+1):1体积的盐酸(见5.2)和1体积的水混合。

6 仪器和设备

仪器和设备如下:

- 微波消解仪(按 USEPA Method 3051A 或 USEPA Method 3052 要求):具备程序化功率设置功能,输出功率在 600 W~1 200 W 之间,功率偏差在 ± 12 W 范围内;具备温度控制系统,温度性能要求感应温度能够达到 ± 2.5 °C,并在 2 s 内能够自动调节输出功率,最高温不小于 180 °C;温度感应器能准确到 ± 2 °C 内;内罐材质为聚四氟乙烯或含氟聚合物的惰性塑胶材料,容积不小于 45 mL,承压能力不小于 3.04×10^6 Pa;转盘可以旋转且转速不小于 3 r/min;具备压力监控和泄压装置,可在罐内压力超过安全范围时泄压;炉腔耐腐蚀且通风良好,所有电子元件都需有防腐蚀保护;
- 控温电热板;
- 防酸通风橱;
- 石英亚沸蒸馏器;
- 实验室常备仪器和设备。

7 操作步骤

7.1 海洋沉积物样品

操作步骤如下:

- 称取 0.1 g($\pm 0.000 1$ g)~1.0 g(± 0.001 g)沉积物干样(按 GB 17378.5 的有关规定制备)于内罐中,加少许水润湿,加入 9 mL 硝酸(见 5.1)和 3 mL 盐酸(见 5.2)(按 USEPA Method 3051A 规定的用量加入);
- 待反应平稳后,加盖旋紧,放入微波消解仪中,按选定的工作条件消解[设置温度程序为梯度升温:第一步为 120 °C,升温时间 5 min~10 min,保持 5 min;第二步为 175 °C ± 5 °C(按 USEPA Method 3051A 规定的消解温度设定),升温时间 5 min~10 min,保持 15 min~25 min];
- 待罐内温度与室温平衡后,取出,放气,将样品消解液转入聚四氟乙烯容器中,置于电热板上于 120 °C~140 °C 加热赶酸至近干;
- 取下稍冷,加入 1 mL 盐酸溶液(见 5.5)浸提,将溶液及残渣全量转入 25 mL 比色管中,待与室温平衡后加水至 25 mL 标线处,混匀,澄清,消解完毕;

同步制备分析空白。

7.2 海洋生物体样品

操作步骤如下:

- 称取 0.1 g($\pm 0.000 1$ g)~0.5 g(± 0.001 g)生物体干样或称取 0.20 g($\pm 0.000 1$ g)~1 g(± 0.001 g)(按 GB 17378.6 的有关规定制备)生物体湿样于内罐中,加少许水润湿,加入 9 mL 硝酸(见 5.1)(按 USEPA Method 3052 规定的用量加入);
- 待反应平稳后,再加入 1 mL~5 mL 过氧化氢(见 5.3),待反应平稳后加盖旋紧,放入微波消解仪中,按选定的工作条件消解[设置温度程序为梯度升温:第一步为 120 °C,升温时间 5 min~10 min,保持 5 min;第二步为 180 °C ± 5 °C(按 USEPA Method 3052 规定的消解温度设定),升温时间 5 min~10 min,保持 15 min~25 min];
- 待罐内温度与室温平衡后,取出,放气,将样品消解液转入聚四氟乙烯容器中,置于电热板上于 120 °C~140 °C 加热赶酸至近干;
- 取下稍冷,将溶液及残渣全量转入 25 mL 比色管中,待与室温平衡后加硝酸溶液(见 5.4)至 25 mL 标线处,混匀,澄清,消解完毕;

同步制备分析空白。

8 精密度和准确度

海洋沉积物或海洋生物体样品平行样测定至少 6 次,或至少 4 家实验室测定同一海洋沉积物或海洋生物体样品,其精密度和准确度应满足表 1 中的要求。

表 1

测定样品	海洋沉积物					海洋生物体				
测定元素	含量/ 10 ⁻⁶	重复性 标准差/ 10 ⁻⁶	重复性相 对标准差/ %	再现性 标准差/ 10 ⁻⁶	再现性相 对标准差/ %	含量/ 10 ⁻⁶	重复性 标准差/ 10 ⁻⁶	重复性相 对标准差/ %	再现性 标准差/ 10 ⁻⁶	再现性相 对标准差/ %
铜	30.4	0.34	1.1	0.59	2.0	5.01	0.049	1.0	0.043	0.8
铅	24.3	0.29	1.2	0.53	2.2	1.41	0.029	2.0	0.030	2.1
镉	0.195	0.0038	1.9	0.0153	7.7	1.14	0.011	1.0	0.025	2.2
锌	87.8	0.55	0.63	0.61	0.7	28.5	0.59	2.1	0.77	2.7
铬	83.8	0.77	0.92	1.95	2.3	0.606	0.0062	1.0	0.0316	5.1

注:铜、铅、镉和铬采用无火焰原子吸收分光光度法测定,锌采用火焰原子吸收分光光度法测定。

9 质量保证和控制

本方法遵循如下质量保证和控制要求:

- a) 在每批次(小于 10 个)或每 10 个样品中,应至少做 1 个空白分析,空白样品需使用和样品完全一致的消解程序;
- b) 在每批次(小于 10 个)或每 10 个样品中,应至少做 1 个样品的重复消解;
- c) 在每批次(小于 10 个)或每 10 个样品中,应至少添加 1 个内控样同时消解;
- d) 若在样品的前处理过程中,当样品消解过程产生压力太大而造成仪器泄压破坏其封闭系统时,则此批次样品数据不予采用。

10 注意事项

本方法执行中应注意如下事项:

- a) 应使用具备减压装置的微波消解仪;
- b) 操作人员应经过专业培训后方可使用微波消解仪,操作中应注意防辐射措施;
- c) 当加入氢氟酸时,操作人员应佩戴防护手套及面具等,避免含有氢氟酸的溶液与皮肤接触或吸入肺部;样品消解液应赶酸至近干,在赶酸过程中,应多次加入少量硝酸,将氢氟酸赶净;
- d) 微波消解仪的温度感应器应定期校正,方法为:将硅油倒入烧杯中搅拌使各部分温度相同,将温度感应器和一个校正过的温度计放入烧杯中,加热烧杯至温度稳定到 175℃±5℃,同时用温度感应器和温度计测定温度,当两个测量值相差超过 2℃时,则应校正温度感应器,必要时请生产厂家进行维修、校正;
- e) 所有器皿应经硝酸溶液(1+3)浸泡 12 h 以上,用二次去离子水冲洗;
- f) 样品中元素含量低、采用火焰法测定时应增加样品取样量或减少定容体积;样品中元素含量高、采用无火焰法测定时则应减少样品取样量或增加定容体积;
- g) 样品消解液也可经过离心或过滤后上机测定:在 2 000 r/min~3 000 r/min 的转速下离心 10 min,使上层液澄清;或以定性滤纸过滤(过滤器皿应用 10%硝酸进行漂洗后方可使用);
- h) 在单个批次内,微波消解罐中应加入同一种混合酸,且加入的量一致;若有盐酸加入,不应提

前混合,应现用现加;

- i) 消解过程中,所有需要打开微波消解罐的步骤都应在通风系统中进行;
- j) 本方法对海洋沉积物的消解溶出并非全消解,若要求全消解,则在原酸系中应加入 0 mL~5 mL 氢氟酸,当样品中二氧化硅含量大于 70%时,应加入大于 3 mL 的氢氟酸;
- k) 本方法对海洋生物体的消解不完全时,可再加入少量的氢氟酸(0 mL~0.5 mL);
- l) 当消解不稳定或易氧化的海洋生物体样品时,可先加入硝酸经微波消解后,再加入过氧化氢重复进行微波消解。

参 考 文 献

- [1] GB 17378.2 海洋监测规范 第2部分:数据处理与分析质量控制.
 - [2] GB 17378.3 海洋监测规范 第3部分:样品采集、贮存与运输.
 - [3] GB/T 12763.8 海洋调查规范 第8部分:海洋地质地球物理调查.
 - [4] NIEA C303.01T-83 鱼介类酸性消化总则-微波消化/元素分析.
 - [5] NIEA R317.10C 事业废弃物萃出液中重金属检测方法-微波辅助消化法.
-