

# 常规消解与微波消解前处理方法测定 土壤中重金属比较分析

苏补拽,马建疆

(呼和浩特市环境监测站,内蒙古 呼和浩特 010030)

**摘要:**随着我国对土壤重金属污染重视,要求环保监测部门土壤重金属监测提出快速、准确的要求。微波消解解决了常规土壤样品消解方法操作复杂、费事、费力、易引入污染等问题。本文对比研究了2种不同消解方法测定土壤中重金属元素的差异。将电热板消解、微波消解土壤消解预处理方法进行分析比较,分析多种消解方法的优点和缺点,推荐实用、准确、高效、方便快捷的消解预处理方法。

**关键词:**土壤;重金属;微波消解

**中图分类号:**S151.9 **文献标识码:**A **文章编号:**1006—7981(2015)05—0043—02

进入21世纪,随着我国生产力、经济快速发展,人们生活水平有了很大的提高。人们对生活质量的要求随之有了较大的提高。人们对生活质量提出了更高的要求,环保问题成了人们关注的热点。同时人们对环境质量的认知不仅局限于大气、水、噪声。随着近几年土壤污染日趋严重及重金属污染事故的发生,人们对土壤环境质量的重视程度逐年提高。环境监测部门土壤监测工作量大幅提高。对土壤重金属监测提出了快速、准确的要求。而土壤重金属监测第一步对固体土壤样品进行消解。目前大多仍采用土壤电热板常规消解的方法对样品进行预处理,样品处理和试样制备过程费力、费时,样品消解在敞开的四氟乙烯烧杯中消解,会释放出对人体有害的气体,且试剂用量多,存在消解时间长、操作复杂、测定速度慢且最终的测定结果偏低等缺点。微波消解技术是将样品与消解液置于密闭聚四氟乙烯溶样杯中,利用微波加热方式,提高消解液与样品间的化学反应速度,使样品分解速度加快,从而达到彻底分离试样的结果,很好地解决了常规电热板加热湿法消解过程中引发的诸多问题,而本文以微波消解对照电热板消解进行土壤样品中铅、镉重金属的对比实验,用以验证微波消解法对土壤重金属测定的影响。

## 1 土壤重金属测定方法

### 1.1 主要仪器、设备

主要仪器:Ethos A 微波消解仪,意大利;AAS Various6 原子吸收分光光度计(火焰、石墨炉一体机,铅、镉空心阴极灯),德国耶拿公司;电子天平(0.

01mg),瑞士梅特勒托利多公司。

仪器工作条件:铅的测定波长为283.3nm;灯电流为5.0mA;光谱通带宽度为0.8nm;镉的测定波长为228.8nm;灯电流为4.0mA;光谱通带宽度为0.8nm;读出方式均为峰面积,采用氘灯背景校正。石墨炉升温程序(见表1)。

表1 石墨炉升温程序参数表

元素	波长	狭缝宽度	灯电流	干燥温度	灰化温度	原子化温度	清洗温度
铅	283.8nm	0.8nm	5.0mA	105℃	650℃	1500℃	2300℃
镉	228.8nm	0.8nm	4.0mA	105℃	350℃	1150℃	2300℃

微波消解设备工作参数:微波消解时间为10分钟,消解温度为220℃。

主要试剂:Pb、Cd 标准溶液(500mg/L)由国家标准物质中心提供,使用时稀释适当浓度的标准溶液;实验用水均为去离子水,实验用酸均为优级纯酸。本实验土壤样品选择的样品为国家环保局标样,GSS-13。

### 1.2 常规消解方法

常规消解方法参照水和废水的监测分析方法(第四版增补版)中推荐使用的土壤样品消解方法。但考虑到高氯酸是一种强氧化剂,虽然它能彻底分解有机物,但高氯酸直接与有机物接触会发生爆炸,因此,一般只适用于常压消解中。在密闭的微波消解环境中遇到土壤中有有机物是可能会发生剧烈反应。考虑到对比试验的准确性,尽量避免使用不同体系

收稿日期:2014-12-18

作者简介:苏补拽,女,内蒙古人,工程师,从事环境监测监测工作。

的酸消解同一样品,因此在参照消解方法中除去了加入高氯酸的部分。常规消解的大致过程为:准确称取 0.5g 试样 (GSS-13 环保总局标样)于 50ml 聚四氟乙烯坩埚烧杯中,用水湿润后加入 10ml 盐酸,电热板上低温加热,使样品初步分解,待蒸发至约剩 3ml 左右,取下稍冷,然后分别加入 5ml 硝酸, 5ml 氢氟酸,于电热板上中温加热。中途视情况可再加入 3ml 硝酸, 3ml 氢氟酸,重复上述消解过,直至消解完全。当坩埚内容物呈粘稠状时,取下稍冷,然后用水冲洗烧杯内壁,加入 1ml 硝酸微热溶解残渣。然后将烧杯内溶液转移至 50ml 容量瓶中定容,备测。每批样品称取 3 份,并加做双份全程序空白。

1.3 微波消解方法

准确称取土壤样品 0.5000g 于聚四氟乙烯消解瓶中,用去离子水润湿后,加入 6ml 硝酸,2ml 盐酸, 2ml 氢氟酸,放置于仪器上。设置好实验参数,启动程序。待反应结束,将消解液转移至容量瓶中,用 1% 稀硝酸定容待测。每批样品称取 3 份,并加做双份全程序空白。

1.4 样品测定

由于土壤样品中铅、镉含量较低,所以采用石墨炉原子吸收法进行样品测定。安装石墨炉组件及自动进样器,将配好的曲线及消解好的样品置于自动进样器上,调至最佳工作条件,其测量条件见表1。将以不同方法进行消解的样品消解液吸入石墨炉原子吸收分光光度计中,分别对消解液中的 Pb、Cd 含量进行测定分析,根据标准曲线计算出试样含量。测量结果见表 2。

表 2 土壤标样中铅、镉分析结果

元素	标准物质中 金属含量 (mg/kg)	常规电热板消解		微波消解	
		测定值 (mg/kg)	相对标准偏差	测定值 (mg/kg)	相对标准偏差
铅	21.6±1.2	20.5±1.3	12.6%	21.4±0.9	8.4%
镉	0.13±0.010	0.126±0.012	11.3%	0.131±0.006	7.5%

2 实验结果及讨论

土壤矿物中处于难熔晶格体系如硅酸盐结合态的金属,须用含氢氟酸的混酸体系才能完全分解,常规选择的王水—高氯酸消解液体系,无法将土样中 Cr 和 Pb 彻底从土壤中溶出,造成回收率偏低。因此本实验选择硝酸—氢氟酸消解液体系。根据相关研究可知硝酸—氢氟酸体系消解液将土壤样品中的铜、镍、锰、镉、铅等完全消解。实验结果也证明了这点,结果显示两种消解方式 Cr 和 Pb 的平均值均标准样品允许值的范围内,说明样品的消解是比较完全的。但从实验结果也可看出,电热板消解平均值较

标准样品标准值、微波消解平均值低,分析原因主要电热板消解时电热板温度偏低且电热板板面温度分布不均匀,造成土壤样品消解效率偏低;同时采用烧杯敞开消解过程中有时会出现高温气体顶开烧杯盖板造成样品飞溅损失的现象,上述两过程应该是造成电热板常规消解结果偏低的原因。用微波消解样品的平均值与标准样品相关性更好,各元素分析结果较为接近标准值,相对标准偏差基本低于电热板消解,可见微波消解过程的精密度较高。

3 结论

上述系列对比实验的结果表明,采用微波消解与电热板消解都能较准确地测出土壤样品中的重金属含量值,两种方法可等效使用。但通过实际操作可知,电热板消解使用仪器设备相对简单,但操作繁琐、费时、费力,整个消解过程中需要有人值守,否则易造成样品蒸干、飞溅的现象,且操作步骤较多,不可避免的带入认为干扰,影响实验结果;同时消解过程中产生酸雾对实验人员带来危害。而采用微波消解技术,流程短、耗时短、用酸量少、消解温度高且温度恒定,基体干扰减少,消解更彻底,准确度高,精密性好,操作方便,能大大缩短消解时间,可提高工作效率。消解效果也好于电热板消解。微波消解法测定样品此外,由于其通过仪器自动控温控压,减少了操作上的人为误差,更有利于保证测定结果的准确度和重现性。因此,在满足设备问题的前提下,微波消解法对于土壤环境样品而言是首选的消解方法,在土壤环境样品分析的前处理方面值得推广。

[参考文献]

[1] 国家环保总局.水和废水的监测分析方法(第四版增补版)[M].北京:中国环境科学出版社,2002.

[2] GB/T17141—1997,土壤质量铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法[S].

[3] 张芙蕖,蒋晶晶.三种土壤消解方法的对比研究[J].环境科学与管理,2008,(3).

[4] 蔺凯,刘健利.土壤中重金属消解方法的比较[J].安徽农业科学,2013,41(22).

[5] 中国环境监测总站编,土壤元素的近代分析方法[M].北京:中国环境科学出版社,1992.

[6] 张素荣,曹星星.对比不同消解方法测定土壤中重金属[J].环境科学与技术,2004,(27):49~51.

[7] 黄志伟,王宪.土壤重金属含量的微波消解法与电热板消解法测定的应用比较[J].厦门大学学报,2007,46(1).

# 常规消解与微波消解前处理方法测定土壤中重金属比较分析

作者: 苏补拽, 马建疆  
作者单位: 呼和浩特市环境监测站, 内蒙古呼和浩特, 010030  
刊名: 内蒙古石油化工  
英文刊名: Inner Mongolia Petrochemical Industry  
年, 卷(期): 2015 (5)

## 参考文献(7条)

1. 国家环保总局 [水和废水的监测分析方法](#) 2002
2. [土壤质量铅、镉的测定石墨炉原子吸收分光光度法](#) 1997
3. 张芙蕖, 蒋晶晶 [三种土壤消解方法的对比研究](#)[期刊论文]-[环境科学与管理](#) 2008 (3)
4. 蒯凯, 刘建利, 王舒婷, 马志鹏 [土壤中重金属消解方法的比较](#)[期刊论文]-[安徽农业科学](#) 2013 (22)
5. 中国环境监测总站 [土壤元素的近代分析方法](#) 1992
6. 张素荣, 曹星星 [对比不同消解方法测定土壤中重金属](#)[期刊论文]-[环境科学与技术](#) 2004 (z1)
7. 黄志伟, 王宪 [土壤重金属含量的微波消解法与电热板消解法测定的应用比较](#) 2007 (01)

引用本文格式: 苏补拽, 马建疆 [常规消解与微波消解前处理方法测定土壤中重金属比较分析](#)[期刊论文]-[内蒙古石油化工](#) 2015 (5)