

微波消解-原子吸收分光光度法 检测土壤重金属含量整体解决方案

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 万公顷土地因镉含量超标而被迫弃耕，全国土壤环境状况总体不容乐观。

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。目前常用的消解方法有湿法消解、干灰化法和微波消解等。前两种方法耗费时间长，不能保证消解效果，也有可能造成待测元素损失，同时湿法消解所用挥发性酸易形成酸雾，污染环境，易对实验操作者造成伤害。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。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

TANK PLUS 微波消解仪、PG 原子吸收光度计、赶酸仪、玻璃仪器等；

2.2 试剂

高氯酸 (70%, GR)、硝酸 (70%, GR)、盐酸 (37%, GR)、氢氟酸 (40%, GR)
镉标液、铜标液、铬标液、镍标液、铅标液、锌标液

3 实验方法

3.1 样品采集与制备分别采集农用地和建设用地土壤样品，共 10 组。将采集的土壤样品

混匀后用四分法缩分至约 100 g。缩分后的土样经干燥后，除去土样中石子和动植物

残体等异物，经过粗磨，细磨至过孔径 15mm（100 目）筛，混匀后备用。样品预处理过程应避免玷污和待测元素损失。土壤的干燥方法可使用自然风干、冷冻干燥、或微波辅助干燥，微波辅助干燥可将干燥时间缩短为自然干燥的 1/4 以上。

选择标准土样-黄红壤 GBW07405(GSS-5)作为质控样。

3.2 微波消解

实验采用的土壤样品前处理方法为参照国内外相关标准，结合经验及实际情况优化后的消解方法。

每组样品称取 3 个平行样，取样量 0.2g。另准备空白样品和标准土样。每个消解罐内加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，组装消解罐，按照如下程序设定进行微波消解：过程最高压力 2.5MPa 以内。

阶段	温度/°C	升温时间/min	保温时间/min	压力/psi
1	150	7	1	200
2	180	5	2	300
3	210	5	20	400

3.3 赶酸定容

消解完成，冷却后取出消解罐，加入 2mL 高氯酸，180°C 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。

3.4 原子吸收光谱检测 仪器参数参考相关检测标准进行设置，绘制标准曲线，然后进行实际样品和标准土壤样品的含量检测。

4 结果与讨论

检测结果表明，不同地区土壤样品中的金属元素含量存在差异，相同地区不同类型土壤中的金属元素也存在较大差异；三次取样的检测结果平行性良好，标准样品的实测值也在标称值的不确定度区间之内，元素回收率95%~103%，检测结果精密度和准确度令人满意，说明该微波消解方法适用于土壤重金属检测的前处理工作。

参考文献

- [1] GB 36600-2018 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）
- [2] GB 36600-2018 土壤环境质量 建设用地土壤污染风险管控标准（试行）
- [3] HJ 832-2017 土壤和沉积物 金属总量的消解 微波消解法
- [4] GB/T 17141-1997 土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法
- [5] GBT 17138-1997 土壤质量 铜、锌的测定 火焰原子吸收分光光度法
- [6] HJ 491-2009 土壤 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法
- [7] GBT 17139-1997 土壤质量 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法