

TANK PLUS 微波消解仪土壤重金属检测方案

1 前言

随着经济和社会的发展，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。

土壤成分的复杂性，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。

由于不同土壤样品间的成分与形态差别较大，本文对消解温度、消解时间、消解溶剂选择及后续处理方案进行了系统研究及优化。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

TANK PLUS 微波消解仪、原子吸收光度计、TK20 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

在黑龙江、河南、山东等典型区域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沾污和待测元素损失。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。

土壤样品类型	采样区域
农用地	黑龙江、河南、山东、广西、陕西
建设用地	黑龙江、河南、山东、广西、陕西

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新仪应用实验室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/℃	压力/MPa	升温时间/min	保温时间/min
1	150	2	7	1
2	180	3	5	2
3	210	3	5	20

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℃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 原子吸收分光光度计检测

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

土壤样品和标准土壤检测结果如下：

4.1 农用地土壤样品重金属含量检测结果（ $\mu\text{g/g}$ ）

元素	项目	黑龙江	山西	广西	山东	河南	标准土样	标称值、不确定度区间及回收率
铅	含量	24.1	26.5	22.4	20.4	24.6	526.7	552±29 回收率：95.9%
		23.7	26.1	21.3	19.1	23.3	532.4	
		24.5	25.8	21.7	18.8	23.9	528.6	
	均值	24.1	26.1	21.8	19.4	23.9	529.2	
	RSD(%)	1.7	1.3	2.6	4.4	2.7	0.55	

镉	含量	0.27	0.48	0.12	0.31	0.28	0.44	0.45±0.06 回收率：102.2%
		0.26	0.51	0.13	0.31	0.29	0.46	
		0.26	0.50	0.12	0.34	0.30	0.47	
	均值	0.26	0.50	0.12	0.32	0.29	0.46	
	RSD(%)	2.2	3.1	4.7	5.4	3.4	3.3	
铬	含量	40.7	66.7	39.2	67.1	32.6	111.4	118±7 回收率：96.7%
		40.1	65.4	38.9	66.4	33.5	116.3	
		42.1	66.1	39.1	66.8	33.7	114.5	
	均值	41.0	66.1	39.1	66.8	33.3	114.1	
	RSD(%)	2.5	0.9	0.4	0.5	1.8	2.2	
镍	含量	29.2	35.0	6.3	23.6	19.0	40.8	40±4 回收率：100.75%
		30.1	36.5	6.5	24.4	19.1	40.2	
		30.1	36.1	6.9	24.2	18.7	39.9	
	均值	29.8	35.9	6.6	24.1	18.9	40.3	
	RSD(%)	1.7	2.2	4.7	1.7	1.1	1.1	
铜	含量	22.2	20.6	28.7	12.6	10.0	147.8	144±6 回收率：103.3%
		21.6	21.8	29.1	12.2	11.1	147.9	
		21.1	20.8	30.2	12.1	10.7	150.4	
	均值	21.6	21.1	29.3	12.3	10.6	148.7	
	RSD(%)	2.5	3.1	2.6	2.2	5.3	1.0	
锌	含量	115.7	112.7	109.2	93.7	101.3	491.1	494±29 回收率：98.5%
		118.5	109.5	109.7	94.0	103.2	480.2	
		113.2	110.2	108.0	95.8	102.4	488.6	
	均值	115.8	110.8	109.0	94.5	102.3	486.6	
	RSD(%)	2.3	1.5	0.8	1.2	0.9	1.2	

建设用地土壤样品重金属含量检测结果 ($\mu\text{g/g}$)

元素	项目	黑龙江	山西	广西	山东	河南	标准土样	标称值、不确定度区间及回收率
铅	含量	22.4	25.6	32.4	25.1	23.7	526.7	552±29 回收率：95.9%
		21.8	25.1	31.5	24.9	23.5	532.4	
		21.2	24.0	33.1	23.7	24.6	528.6	
	均值	21.8	24.9	32.3	24.6	23.9	529.2	
	RSD (%)	2.7	3.3	2.5	3.1	2.4	0.55	
镉	含量	0.30	0.52	0.30	0.31	0.40	0.44	0.45±0.06 回收率：102.2%
		0.29	0.50	0.29	0.31	0.39	0.46	
		0.28	0.51	0.28	0.32	0.39	0.47	
	均值	0.29	0.51	0.29	0.31	0.39	0.46	
	RSD (%)	3.4	2.0	3.4	1.8	1.5	3.3	
铬	含量	26.6	65.1	46.3	74.3	55.1	111.4	118±7 回收率：96.7%
		26.3	66.0	45.9	72.4	55.2	116.3	
		27.6	64.3	45.0	72.3	54.5	114.5	
	均值	26.8	65.1	45.7	73.0	54.9	114.1	
	RSD (%)	2.5	1.3	1.5	1.5	0.7	2.2	
镍	含量	20.2	36.3	9.6	32.7	27.1	40.8	40±4 回收率：100.75%
		20.7	36.8	9.6	32.8	27.9	40.2	
		20.6	35.6	9.7	33.0	27.6	39.9	
	均值	20.5	36.2	9.6	32.8	27.5	40.3	
	RSD (%)	1.3	1.7	0.6	0.5	1.5	1.1	
铜	含量	20.5	18.4	16.8	20.5	12.6	147.8	144±6 回收率：103.3%
		20.2	18.1	17.2	19.9	12.2	147.9	
		20.6	17.9	16.5	20.9	12.2	150.4	
	均值	20.4	18.1	16.8	20.4	12.3	148.7	
	RSD (%)	1.0	1.4	2.1	2.5	1.9	1.0	

锌	含量	103.5	87.2	74.2	94.0	90.5	491.1	494±29 回收率：98.5%
		101.0	87.0	73.0	90.0	88.7	480.2	
		104.0	85.5	75.0	93.7	89.3	488.6	
	均值	102.8	86.6	74.1	92.6	89.5	486.6	
	RSD (%)	1.6	1.1	1.4	2.4	1.0	1.2	

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，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] GB/T 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] GB/T 17139-1997 土壤质量 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法
- [8] 魏向利 雷用东 马小宁 王静 赵泽 安徽农业科学 2014，42(11)：3243-3244，3247
- [9] 任海仙 王迎进 分子科学学报 2009，25(3):213-216
- [10] 刘锟 周晓雪 化学工程师 2015，8：27-30