

微波消解在 EPA3052 中的应用

一、前言

美国环保署（EPA）3052 标准详细描述了微波辅助酸消解硅酸盐和有机基质的方法，适用于多种基质中多种元素的分析，包括无机分析领域中的金属、非金属及类金属的检测。EPA 3051A 更侧重于提取样品中的金属元素，适用于沉积物、污泥、土壤和油类等基质，消解体系相对简单，主要使用硝酸，可选添加盐酸。而 EPA 3052 则旨在实现样品的完全分解，适用于更广泛的基质，包括硅酸盐和有机基质，消解体系中加入了氢氟酸，以确保硅酸盐矿物的完全溶解，适用于需要完全溶解样品的分析。在实际应用中，选择哪种方法取决于具体的样品类型、分析目的以及所需的元素检测范围。以土壤样品为例，在重金属检测实验中根据检测元素的不同和样品成分的差异，选择不同的消解方案对其进行微波消解实验。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

新仪 TANK 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等



2.2、试剂

硝酸（68%），盐酸（37%），氢氟酸（40%），过氧化氢（30%）

三、实验方法

3.1、样品制备

将采集的土壤样品（一般不少于 500 g）混匀后用四分法缩分至约 100 g。缩分后的土样经风干（自然风干或冷冻干燥）后，除去土样中石子和动植物残体等异物，用木棒（或玛瑙棒）碾压，通过 2 mm 尼

龙筛（除去 2 mm 以上的砂砾），混匀。用玛瑙研钵将通过 2 mm 尼龙筛的土样研磨至全部通过 100 目尼龙筛，混匀后备用。

3.2、方法一（适用汞、砷元素检测）

称取样品 0.2~0.5g（精确至 0.1mg）置于消解罐中，加入 2mL 硝酸和 6mL 盐酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照下表设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	2
2	180	20

3.3、方法二（适用铅、镉、铬、铜、锌、镍元素检测）

称取样品 0.2~0.5g（精确至 0.1mg）置于消解罐中，加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照下表设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	2
2	180	2
3	210	40

3.4、方法三（适用有机质含量高的样品）

称取样品 0.2~0.5g（精确至 0.1mg）置于消解罐中，加入 6mL 硝酸、2mL 过氧化氢和 2mL 氢氟酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照下表设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	2
2	180	2
3	210	30

3.5、方法四（适用无机盐含量高的样品）

称取样品 0.2~0.5g（精确至 0.1mg）置于消解罐中，加入 2mL 硝酸、6mL 盐酸和 2mL 氢氟酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照下表设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	2
2	180	2
3	200	30

四、结果与讨论

实验中氢氟酸的添加量根据样品中硅含量不同做出调整，如果已知样品中二氧化硅的大致含量，可根据化学计量原因将氢氟酸的用量调整到 0~5 mL。二氧化硅含量较高的样品（>70%）可能需要更高浓度的氢氟酸（>3 mL）。而二氧化硅含量较低的样品（<10%至 0%）可能需要较少的氢氟酸（0.5 mL 至 0 mL）。如果氢氟酸浓度是分析技术（如 ICP 方法）需要考虑的因素，可加入硼酸以使氟化物络合，从而保护石英等离子体炬。如果消解后的样品含有颗粒物，可能会堵塞雾化器或干扰样品注入仪器，可对样品进行离心、静置或过滤。

五、参考标准

EPA 3051A 微波辅助酸消解沉积物、污泥、土壤和油类

EPA 3052 微波辅助酸消解硅酸盐和有机基质

HJ491-2009 土壤 总铬的测定

HJ 832-2017 土壤和沉积物 金属元素总量的消解 微波消解法

HJ 803-2016 土壤和沉积物 12 重金属元素的测定 王水提取-电感耦合等离子体质谱法