

微波消解-土壤标准物质中的砷元素

1 前言

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。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。微波消解技术逐步被科研工作者接受并成为主流的样品前处理方法。由于不同土壤样品间的成分与形态差别较大，我们选择两类土壤标准物质，采用王水进行微波消解，并对砷元素进行分析检测。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 JUPITER 微波消解仪，TK-12 赶酸器，分析天平(十万分之一)，原子荧光分光光度计等



2.2 试剂

硝酸(68%)，盐酸(37%)，硫脲和抗坏血酸混合溶液（称取硫脲、抗坏血酸各 10g，用 100mL 实验用水溶解，混匀，使用当日配制）

2.3 样品

GSS-1a 土壤标准物质 , GSS-3a 土壤标准物质

3 实验方法

3.1 微波消解

称取两种土壤标准物质，质量约为 0.2g（精确至 0.1mg）。将称好的样品，置于消解罐底部，加入 2mL 硝酸和 6mL 盐酸。静置 20min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	时间/min	功率/W
1	150	10	1000
2	180	25	1000

3.2 赶酸定容

冷却后取出消解罐，在赶酸器上于 100℃赶酸 1h。把玻璃小漏斗插于 50mL 容量瓶的瓶口，用慢速定量滤纸将消解后溶液过滤、转移入容量瓶中，实验用水洗涤溶样杯及沉淀，将所有洗涤液并入容量瓶中，最后用实验用水定容至标线，混匀。同时做试剂空白试验。

分取 10.0mL 消解液置于 50mL 容量瓶中，加入 10mL 硫脲和抗坏血酸混合溶液，混匀。室温放置 30min，用实验用水定容至标线，混匀。

4 结果

原子荧光分光光度计检测砷的含量，数据如下：

样品	砷检测值 mg/kg			平均值 mg/kg	RSD%	标准值 mg/kg
GSS-1a	32.7	32.0	33.4	32.7	2.14	33±3
GSS-3a	6.3	6.5	6.4	6.4	1.56	6.2±0.5

实验结果均在标准值不确定度范围之内，RSD 在 2%左右，表明实验平行性良好，满足实验室土壤检测实验的要求。

参考文献

- [1] HJ 680-2013 土壤和沉积物 汞、砷、硒、铋、锑的测定 微波消解原子荧光法