

微波消解土壤标准物质及铅含量的检测

1 前言

随着工业技术的发展，重金属被广泛应用，如果处置不当，过量的重金属可能会对周边土壤造成污染，因此对土壤中所含的重金属含量进行定期的监测具有重要的意义。铅是一种有毒重金属元素，重金属进入环境后不能被轻易降解，是环境长期、潜在的污染物，因此保证土壤中铅测定方法科学、合理、有效是非常必要的。我们采用微波消解法作为土壤标准物质前处理的方法，对土壤标准物质进行了快速消解，实现了对土壤标准物质中的有害铅元素的准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK PLUS 微波消解仪，赶酸器，原子吸收光谱仪，分析天平(十万分之一)等



2.2 试剂

硝酸(68%)，盐酸(37%)，氢氟酸(40%)

3 实验方法

3.1 样品状态



暗棕壤

3.2 酸体系探究

土壤标准物质主要成分含有二氧化硅，有机质，金属氧化物等，使用强酸性、氧化性的逆王水以及溶解硅元素的氢氟酸进行消解。

3.3 实验过程

使用硝酸、盐酸和氢氟酸作为实验的消解试剂 称取土壤标准物质样品 0.2g (精确至 0.1mg) 于消解罐中，加入 6mL 硝酸、2mL 盐酸、2mL 氢氟酸，静置 5min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行实验：

| 阶段 | 爬坡时间/min | 压力/MPa | 温度/°C | 保温时间/min |
|----|----------|--------|-------|----------|
| 1 | 7 | 3.5 | 150 | 2 |
| 2 | 3 | 3.5 | 180 | 2 |
| 3 | 3 | 3.5 | 200 | 40 |

实验结束后，待冷却至 60°C 以下，将罐架转移至通风橱，缓慢打开罐盖，150°C 赶酸至剩余液体约 1mL，加水定容至 50mL 容量瓶，过滤沉淀使用石墨炉原子吸收光谱仪测试土壤标准物质中铅的含量。

3.4 测试结果

| 罐位 | 取样量/g | Pb含量/ 10^{-6} |
|----|--------|-----------------|
| 1 | 0.2020 | 334.0 |
| 2 | 0.2012 | 349.4 |
| 3 | 0.2026 | 342.3 |
| 4 | 0.2012 | 337.7 |
| 5 | 0.2027 | 339.3 |
| 空白 | / | / |
| 标准 | / | 339 ± 12 |

测试结果显示土壤标准物质中铅元素的含量在标准值的范围内。

4 结果

使用硝酸、盐酸和氢氟酸对土壤标准物质样品进行消解实验，取样量 0.2g，最高实验温度 200℃，保温 40min，石墨炉原子吸收光谱仪测试土壤标准物质样品中铅元素的含量在标准值的范围内，测试结果符合要求。