



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-201□

土壤、沉积物 金属元素全量的酸消解
微波消解法

Soils and Sediments distilling Total Metals
by Microwave Acid Digestion Method

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前 言.....	I
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 方法原理.....	1
4 试剂和材料.....	1
5 仪器和设备.....	1
6 样品.....	2
7 样品消解.....	2
8 质量保证和质量控制.....	3
9 注意事项.....	4
附录 A（资料性附录）可供选择的分析方法及粒径	5

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，规范土壤、沉积物中有机物的提取方法，制定本标准。

本标准规定了土壤和沉积物中重金属元素的微波酸消解方法。

本标准首次发布。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：四川省环境监测中心站。

本标准验证单位：江苏南京市环境监测中心站、河南新乡市环境保护监测站、浙江宁波市环境监测站、四川攀枝花市环境监测站和湖南省环境监测中心站。

本标准环境保护部 201□年□□月□□日批准。

本标准自 201□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤、沉积物 金属元素全量的酸消解 微波消解法

1 适用范围

本标准规定了用微波酸消解法提取土壤、沉积物中金属元素。

本方法适用于从土壤、沉积物中铜、铅、锌、镉、镍、铬、砷、汞、硒、钴、钒、铋共12种金属元素的提取。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB 7172	土壤水分测定法
GB/T 17138	土壤质量 铜、锌的测定 火焰原子吸收分光光度法
GB/T 17139	土壤质量 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法
GB/T 17141	土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法
GB 17378.5	海洋监测规范 第5部分：沉积物分析
GB/T 22105.1	土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定原子荧光法
HJ/T 166	土壤环境监测技术规范

3 方法原理

当微波穿过溶液时，能量的传递由溶剂偶极子在交替振荡电场中的再取向以及溶质离子的迁移来完成，即由偶极子旋转和离子传导两种机理所决定。在场的取向作用下产生的热运动加剧了溶剂结构的无序化，形成了“体加热”，在较短的时间内完成样品的消解，将固体样品中的重金属元素释放到溶液中。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的优级纯化学试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水（不含有机物）。

4.1 硝酸， $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

4.2 盐酸， $\rho(\text{HCL}) = 1.18 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

4.3 氢氟酸， $\rho(\text{HF}) = 1.16 \text{ g/mL}$ ，优级纯。

4.4 标准溶液 单元素标准贮备液：铜、铅、锌、镉、铬、镍、砷、汞、硒、钴、钒、铋浓度为 1000 mg/L 或 500 mg/L 。可直接购买市售有证标准溶液，或自配。

5 仪器和设备

5.1 微波消解装置

采用40罐高通量的微波消解装置，能同时进行多个样品的前处理。

5.2 测试干重的仪器

5.2.1 烘箱

5.2.2 干燥器

5.3 研磨筛分器材：可制备< 0.1 mm 的颗粒物

5.4 精密分析天平：精确至 0.0001 g

5.5 氩气，钢瓶气，纯度不低于 99.99%。

6 样品

6.1 采集与保存

按照 HJ/T 166 和 GB 17378.3 中有关要求采集有代表性的土壤、沉积物样品，保存在事先准备的干净布口袋中，密封避光、运回实验室进行下一步处理。

6.2 试样的制备

6.2.1 风干

在干燥阴凉避光的环境中将样品放置于风干盘中，摊成 2-3 cm 的薄层，适时地压碎、翻动，拣出碎石、砂砾、植物残体。

6.2.2 样品粗磨

将风干的样品倒在有机玻璃板上，用木锤敲打，用木棍、木棒、有机玻璃棒再次压碎，拣出杂质，混匀，并用四分法取压碎样，过孔径 0.25 mm 尼龙筛。过筛后的样品全部置无色聚乙烯薄膜上，并充分搅拌混匀，再采用四分法取其两份，一份交样品库存放，另一份作样品的细磨用。

6.3 细磨样品

用于细磨的样品再用四分法分成两份，研磨到全部过孔径 0.15 mm 筛，用于土壤或沉积物中金属元素的分析。

7 样品消解

将处理好的样品装入消解罐中，在相同条件下，取样量少时，样品消解质量更好。对多数情况而言，干燥样的取样量不应多于 0.500 g。如果遇到含量极低的情况，可将称样量提高到 1.000 g，同时消解液用量也要适当增加。

7.1 消解液选择

根据取样量和类型选取相应的消解液。

本方法推荐使用消解液：

(1#) 铜、铅、锌、镉、铬、钴、钒和镍：6 ml 硝酸 (4.1)，2ml 盐酸 (4.2)，2ml 氢氟酸 (4.3) 混合。

(2#) 汞、硒、锑和砷：2ml 硝酸 (4.1)，6ml 盐酸 (4.2) 混合。

7.2 仪器条件

根据仪器的推荐值，我们进行了一些调整，用控温方式来保证反应的进行。温度参数是主要的指标，通过温度的改变，也起到了压力调节的作用，保证难溶物质能够被充分消解，释放被保留在晶格或硅酸盐中的重金属元素。

本方法推荐消解条件见程序 1 与程序 2：

程序 1 微波消解升温程序

升温时间	消解温度	保持时间
7min	室温-120℃	3min
5min	120-160℃	3min
5min	160-190℃	25min

程序 2 微波消解升温程序

升温时间	消解温度	保持时间
7 min	室温-120℃	3min
10min	120-180℃	15min

- 注：1. 程序 1 适合铜、铅、锌、镉、铬、钴、钒和镍，程序 2 适合砷、硒锑和汞；
 2. 仪器冷却时间：15 min，取出后还需放置冷却到室温才能开盖；
 3. 定容体积：50 ml ；
 4. 稀释倍数：10-25 倍。

7.3 操作步骤

对使用 1#消解液的样品，根据含量水平，称取 0.1000-0.5000 g，放入消解罐中，依次加入硝酸-盐酸-氢氟酸，根据反应剧烈程度，放置一定的时间，待反应平稳后加盖拧紧，放入消解盘中，进行微波消解程序 1。程序运行完毕，取出冷却 15-30 分钟，使罐内压力降至常压，开盖。对于不赶酸直接进行分析的将消解液转移至 50 ml PFA 容量瓶，去离子水定容至刻度。分析前根据情况将其稀释适当倍数待测；对于要赶酸的则将消解罐中的溶液转移至聚四氟乙烯坩埚中，电热板或配套的赶酸设备 110-120℃进行赶酸，待尽干时，取下冷却，去离子水定容至 50 ml 普通容量瓶中待测。

对使用 2#消解液的样品，根据含量水平，称取 0.1000-0.5000 g，放入消解罐中，依次加入硝酸-盐酸，根据反应剧烈程度，放置一定的时间，待反应平稳后加盖拧紧，放入消解盘中，进行微波消解。程序运行完毕，取出冷却 15-30 分钟，使罐内压力降至常压，开盖，将消解液转移至 50 ml 容量瓶，去离子水定容至刻度。分析前根据情况将其稀释适当倍数待测。

8 质量保证和质量控制

- 8.1 样品消解前应检查证明所有有关的容器、设备和溶剂空白没有干扰存在。
- 8.2 系统空白检查可通过对空白样品的分析实现。
- 8.3 如果溶剂改变，空白实验需要重新进行，且空白实验是包括前处理每一个步骤的全程序空白试验。
- 8.4 选取多个不同类型的标准样品进行分析，保证方法准确性。
- 8.5 每一批样品应抽取 10%-20%的样品进行平行消解，平行样的测定结果，其相对偏差应为 10%-20%。
- 8.6 每一批样品分析应做 10%-20%的加标样测定，加标回收率控制在 85%-115%之间。

9 注意事项

- 9.1 该方法适用于土壤及沉积物样品中 14 种金属元素的消解，根据与晶体的结合程度不同，汞、硒、锑和砷采用另一套消解液及消解程序。
- 9.2 对于耐氢氟酸的进样装置，可以通过稀释后直接进行分析，如果是石英雾化器，则可通过加入 5ml 2%硼酸 1) 在 150 度的条件下敞口加热 20 分钟中和多余氢氟酸；2) 或再次放入微波炉中于 110-120 度下运行 5 分钟然后定容、稀释分析；也可以通过电热板或其他赶酸装置进行赶酸操作后再定容、稀释分析。
- 9.3 根据样品硅酸盐含量的不同，氢氟酸的量可以在 1-5 ml 之间选择。
- 9.4 一定要将消解后的罐子冷却至室温在开盖，不然会因为罐内压力过高，导致消解液飞溅，造成分析物损失及操作人员身体伤害。
- 9.5 微波酸消解的操作应在通风厨内进行，并应按规定佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣服。
- 9.6 不要用铬酸洗涤相关玻璃器皿。
- 9.7 汞、砷和硒元素在微波消解完成之后需要低温赶酸（溶液不沸腾），否则可能会影响测定。

附录 A

(资料性附录)

可供选择的分析方法及粒径

表 A.1 可供选择的分析方法及粒径

分析项目	分析方法及来源	分析粒径
砷	原子荧光法 《土壤元素近代分析方法》	0.15mm
镉	石墨炉原子吸收法 GB/T17141-1997	
	电感耦合等离子体质谱法	
铬	电感耦合等离子体发射光谱法《土壤元素近代分析》	
	电感耦合等离子体质谱法	
铜	原子吸收法 GB/T17138-1997	
	电感耦合等离子体发射光谱法《土壤元素近代分析》	
	电感耦合等离子体质谱法	
汞	原子荧光法 《土壤元素近代分析方法》	
镍	原子吸收法 GB/T17139-1997	
	电感耦合等离子体发射光谱法《土壤元素近代分析》	
	电感耦合等离子体质谱法	
钒	电感耦合等离子体发射光谱法《土壤元素近代分析》	
	电感耦合等离子体质谱法	
锌	原子吸收法 GB/T17138-1997	
	电感耦合等离子体发射光谱法《土壤元素近代分析》	
铈	原子荧光法 《土壤元素近代分析方法》	
钴	电感耦合等离子体发射光谱法《土壤元素近代分析》	
	电感耦合等离子体质谱法	
硒	原子荧光法 《土壤元素近代分析方法》	
铅	石墨炉原子吸收法 《土壤元素近代分析方法》	
	电感耦合等离子体质谱法	

注：除砷、汞、硒、铈外其他项目可采用几种方法来进行测定，但根据每个项目在样品中的含量的不同，选择不同灵敏度的仪器。例如：土壤中的铅和镉由于在土壤中含量较低，所以尽量采用灵敏度高的石墨炉或电感耦合等离子体质谱仪进行测定。对样品进行前处理，为保证测试结果的准确性，尽量使用工作曲线进行测定。