

## 监测与评价

## 测定土壤中铜的前处理方法比较

## ——微波消解法和湿法快速消解法

申礼鹏<sup>1,2</sup>, 谢 毫<sup>1,2</sup>, 陆春辉<sup>1,2</sup>, 葛沐锋<sup>1,2</sup>(1. 煤矿生态环境保护国家工程实验室, 安徽淮南 232001;  
2. 煤炭开采国家工程技术研究院, 安徽, 淮南 232001)

**摘要:**为优化原子吸收光谱法对土壤重金属元素含量的测定, 针对微波消解和湿法快速消解两种前处理方法进行实验研究。结果表明, 两种消解方法对分析结果都具有较高的准确性和重现性, 湿法快速消解引入的本底较小, 在测试效率、消解时间、试剂消耗、器皿用量、安全性等方面优于微波消解。

**关键词:**微波消解; 湿法快速消解; 原子吸收光谱仪; 土壤; 铜

**中图分类号:** X83      **文献标识码:** A      **文章编号:** 1006-8759(2018)02-0045-03

COMPARISON OF PRETREATMENT METHODS FOR  
DETERMINATION OF COPPER IN SOIL

## ——MICROWAVE DIGESTION AND RAPID WET DIGESTION

SHEN Li-peng<sup>1,2</sup>, XIE Hao<sup>1,2</sup>, LU Chun-hui<sup>1,2</sup>, GE Shufeng<sup>1,2</sup>(1. National Engineering Laboratory of Coal Mine Ecological Environment Protection,  
Huainan 232001, China; 2. National Engineering Research Institute of Coal Mining,  
Huainan 232001, China)

**Abstract:** To optimize the measurement of heavy metal elements in soil by atomic absorption spectrometry, two pretreatment methods (microwave digestion and rapid wet digestion) were studied and compared. The results showed that these two digestion methods both had high accuracy and repeatability. However, rapid wet digestion introduced lower background, and had advantages over microwave digestion regarding test efficiency, digestion time, reagent consumption, utensils used and safety.

**Key words:** Microwave digestion; Rapid wet digestion; Atomic absorption spectrometer; Soil; Copper.

土壤是经济社会可持续发展的物质基础, 关系人民群众身体健康, 关系美丽中国建设, 保护好土壤环境是推进生态文明建设和维护国家生态安全的重要内容。当前, 我国土壤环境总体状况堪忧, 部分地区污染较为严重, 已成为全面建成小康社会的突出短板之一<sup>[1]</sup>。为切实加强土壤污染防治, 逐步改善土壤环境质量, 全面掌握土壤污染情

况尤为重要。土壤重金属监测为其重要环节, 样品的前处理方法又是准确测定的重要环节<sup>[2]</sup>。传统的消解方法有湿法消解, 此法因为硝酸、盐酸等消解酸体系与有机物的反应比较剧烈, 并有可能释放出对人体有害的气体, 化验人员在消解过程中易受到酸的伤害, 且存在消解时间长、操作复杂、测定速度慢等缺点<sup>[3]</sup>。如何能够使用更少的器皿、更少的酸、更少的时间, 安全准确地完成土壤消解。微波消解技术是利用微波能促进极性分子间高速碰撞与摩擦的原理, 利用微波加温、加压, 提高消

收稿日期: 2017-09-13

基金项目: 安徽省科技攻关项目(1604a0802115)。

第一作者简介: 申礼鹏(1988~), 男, 助理工程师, 主要从事煤矿生态环境保护方面环境监测工作。

解液与样品间的反应速度,从而达到彻底分离试样的结果。湿法快速消解是结合硝酸、盐酸和氢氟酸的理化性质,进一步改进的快速消解方法。通过对比微波消解和湿法快速消解,分析优缺点,推荐方便、快捷、准确的消解方法。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器和试剂

**主要仪器:**AE200 电子天平,密理博超纯水机、电热恒温鼓风干燥箱、BHW-09C-12 型恒温加热器、铂金埃尔默 AA800 原子吸收光谱仪(火焰法)、CEM 微波消解仪。

**主要试剂:**铜标准溶液(GSB04-1725-2004 标准物质,国家有色金属及电子材料分析测试中心和质控溶液(批号为 200929,环保部标准样品研究所);国家标准物质 GBW07408 (GSS-8)和 GBW07427(GSS-13),实验用水均为去离子水,硝酸、盐酸、氢氟酸(均为优级纯)。

**主要耗材:**50ml 塑料刻度离心管(PP 材料,耐高温)、烧杯、称量纸、滤纸等。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 微波消解

准确称取 0.2500 g 左右的土壤标准样品置于微波消解罐内,用少量实验用水湿润。在通风橱中分别加入 4 ml 硝酸、2 ml 盐酸和 2 ml 氢氟酸,混匀,使样品与酸充分接触。然后放入微波消解仪中,按照表 1 微波消解升温程序进行消解。待微波消解结束后,依次取出,将微波消解罐放入恒温加热器中进行赶酸,赶至尽干,将消解后的溶液过滤、转移到 50 ml 塑料容量瓶中,最后用超纯水定容至标线,混匀,待测<sup>[4]</sup>。

#### 1.2.2 湿法快速消解

准确称取约 0.2500 g GSS-8 和 GSS-13 样品分别放于 50 ml 带刻度离心管中,加少量水湿润样品,然后再分别加入 1.0 mL 盐酸+1.0 mL 硝

表 1 微波消解升温程序

步骤	升温时间 (min)	目标温度	保持时间 (min)	功率(W)
1	5	120	-	1 600
2	5	160	5	1 600
3	8	210	20	1 600

酸+2 mL 氢氟酸,盖上盖子(不要盖紧),在 120 度恒温加热器上加热约 60 min,取下稍冷,用去离子水定容至 50 mL,摇匀,静置约一小时后上机分析<sup>[5]</sup>。两种前处理的比较见表 2。

表 2 两种前处理操作步骤、时间和试剂比较

消解方式	微波消解	湿法快速消解
称样时间	一样	一样
消解时间	60 min 微波消解 60-120 min 赶酸	60 min 消解 沉淀约 30-60min
定容时间	一样	一样
器皿清洗时间	微波消解罐 (聚四氟乙烯烧杯) 塑料管	仅塑料管
酸/个样品	4mL 硝酸+2mL 盐酸+2mL 氢氟酸	1mL 盐酸+1mL 硝酸+2mL 氢氟酸

### 1.2.3 标准曲线

将单元素铜标准储备溶液(1 000  $\mu\text{g/mL}$ )逐级稀释到 10  $\mu\text{g/mL}$ ,然后分别配置 0.00、0.20、0.40、0.80、1.00、2.00  $\mu\text{g/mL}$  的标准溶液,用其绘制标准曲线。

### 1.2.4 样品测定

按照 GB/T 17138-1997《土壤质量 铜、锌的测定 火焰原子吸收分光光度法》用原子吸收光谱仪火焰法测定样品。设定仪器推荐的波长、灯电流等,并对 AA800 仪器进行性能检查及优化,以保证测定结果的准确度及精密度。仪器及铜灯充分预热后,开始测定。每批样品至少制备两个全程序空白。先测量标准曲线,校正系数至少达到 0.999,之后进行全程序空白及样品测定,测定结果详见表 3。

## 2 结果与分析

### 2.1 测定结果

实验中分别对 GBW07408、GBW07427 两种土壤成分标准物质进行 6 次平行测定,结果见表 3。

表 3 两种土壤成分标准物质测定结果

标样名称	证书标准值 (mg/kg)	前处理方法	测定值(mg/kg)						平均值 (mg/kg)	RSD (%)
			1	2	3	4	5	6		
GBW07408	24.3±1.2	微波消解	23.9	24.9	25.4	25.0	24.5	24.6	24.7	2.1
		湿法快速消解	24.8	25.1	25.0	24.7	23.4	23.2	24.4	3.5
GBW07427	21.6±0.8	微波消解	20.9	22.0	21.6	21.2	22.3	21.4	21.6	2.4
		湿法快速	21.8	22.1	21.1	20.9	22.4	20.9	21.5	3.0

在预处理河段均匀泼洒复合菌、高效微生物及生物营养液,同时启动水体增氧设施,药物使用量根据当天水流量和目标水体  $\text{COD}_{\text{Cr}}$ 、 $\text{NH}_3\text{-N}$ 、 $\text{TN}$ 、 $\text{TP}$  等指标作适当调整。随着水体好转将药物剂量使用量减量。水生态修复是利用高效微生物强化处理后,对水生态中各个缺失的生物链环节进行修补,由于水体生态环境的改善,一些原生动物、藻类、浮游动植物和有益土著生物开始大量繁衍,生物多样性开始逐步恢复。水体生态进入良性循环,会越来越好。这样也会促进淤泥层底栖生物种群的多元化和丰富化,从而不断削减淤泥中的有机质和无机物,从而改善并且削减底泥。根据需要还可以引进相关水生动植物,随着生物多样性的形成与淤泥的削减,使水体生态在人为操控的推动下,进入自我调节过程,形成初步的食物链循环和较为健康的生态系统。

### 3.2.5 水生态调节技术

根据水源污染状况和水量,每天投加高效微生物和微生物培养液,每周向预处理段均匀泼洒一定量复合微生物菌剂,根据水流量和污水  $\text{COD}_{\text{Cr}}$ 、 $\text{NH}_3\text{-N}$ 、 $\text{TN}$  等指标适当调整复合微生物菌比例或采用其处理措施。经过水生态调节技术处理之后,生物种群得到了极大的丰富。但各生物群

的数量比需要优化并调整,我们在保证生物多样性的基础上,进一步调节相关生物种群,以便有效抑制有害微生物的危害,加强有益微生物的数量及种群,进一步改善和稳定水质。从而形成完善的食物链循环和健康的生态系统,增强水体的自净能力及物质循环,最终实现提高水质指标和水体变清、变活的目标。

## 4 污水生态治理效果

采用污水生态治理后,污水通过微生物、藻类、水生动植物等的自净功能,不但可以大量去除污水中的污染物,达到国家节能减排的目标,满足国家标准的不断变化要求。在水生生态圈形成自然生态圈,有效协调平衡后,方便管理,大大降低了污水处理成本,避免了大量的设备及药剂的投入,节省了污水处理及管理费用,生态处理后利用生物自净,创造了易于生物生存的环境,污染物被生物吸收净化,节省了排污费,为企业带来了经济效益。

生态治理后形成了生物易生生态圈,加之人工造一些景点,布置健身器材等,美化了环境,将原来的污染区变成了风景区,给人们休闲、娱乐带来一个好场所,带来良好的环境效应和社会效应。

(上接第46页)

## 2.2 准确度和精密度比较

通过对土壤标准样品的测定结果可以看出,两种消解方法测定结果与标准样品的推荐值较吻合,说明其准确度和结果可靠。 $\text{RSD}$  都符合测定要求,说明两种方法对分析结果有较高的再现性,精密度高。

## 3 结论

通过比较,测定土壤中铜时采用湿法快速消解所需要的时间较少,试剂消耗量相对较少,所需器皿较少。

湿法快速消解引入的本底小,可能造成的污染和损失也小,准确性和重现性也符合要求。

湿法快速消解比微波消解更具有高效、安全

等优点。

湿法快速消解在测定土壤铜时能符合要求,但能否测定铅、锌、镉、铬、镍等其它元素还需要验证。

## 参考文献

- [1] 《土壤污染防治行动计划》国发[2016]31号.
- [2] 胡珊珊,钱秀芳.微波消解技术在土壤重金属元素测定中的应用[J].安徽师范大学学报(自然科学版),2010,33(4):363-366.
- [3] 刘冬莲,刘会媛,刘征原.微波消解技术在环境分析中的应用[J].唐山师范学院学报,2006,28(5):42-44.
- [4] 许海,王洁琼,徐俊,等.土壤重金属测定不同消解方法的比较[J].常州工学院学报,第21卷第2期,2008年4月:70-74.
- [5] 佳丽,肖国栋,等.湿法快速消解-石墨炉原子吸收光谱法测定藏力康胶囊中镉的含量.中药新药与临床药理,2014年9月,619-621.