

土壤分析中金属元素的消解方法

阮善菊¹, 茆翠萍²

(1. 马鞍山市环境监测中心站, 安徽 马鞍山 243011; 2. 芜湖市环境监测中心站, 安徽 芜湖 241001)

中图分类号: O 652.6

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2000)04-0035-01

测定土壤中重金属, 前处理方法大多采用浓酸敞口消解法, 但该方法消化时间长、烟雾大、易损失。采用氢氟酸组合在高温高压下用消解瓶密闭消解, 消化时间短、对环境污染小(无烟雾)、无损耗。

1 试验

1.1 敞口 王水-HClO₄ 消解(酸体系 1)

称取土样 0.500 g, 于 500 mL 烧杯中, 用少量水湿润, 加王水 5 mL, 加热保持微沸, 至有机物剧烈反应后, 加 HClO₄ 1 mL, 继续加热至土样呈灰白色, 用 0.2 mol/L HNO₃ 溶解, 滤于 50 mL 容量瓶中, 定容, 用原子吸收法测定。此法为方法 1。

1.2 高压 HNO₃-HClO₄-HF 消解(酸体系 2)

称取土样 0.500 g, 于高压消解瓶(定制)中, 加 HNO₃、HClO₄、HF 各 2 mL, 放入 200 °C 马福炉中恒温 2 h 后取出, 过滤于 50 mL 容量瓶中, 定容, 用原子吸收法测定。此法为方法 2。

2 结果与讨论

2.1 两种消解方法的比较

用方法 1 和方法 2 对同一样品测定, 结果列表 1。

表 1 两种消解方法测定结果 mg/kg

| 方法 | 样品 | Cu | Pb | Cd |
|------|----|--------|-------|------|
| 方法 1 | 1 | 30.47 | 56.75 | 1.56 |
| | 2 | 157.95 | 72.93 | 4.67 |
| | 3 | 103.55 | 84.01 | 3.48 |
| | 4* | 117.79 | 69.80 | 1.26 |
| 方法 2 | 1 | 35.70 | 59.50 | 1.86 |
| | 2 | 160.74 | 76.22 | 5.61 |
| | 3 | 108.25 | 86.39 | 4.45 |
| | 4* | 121.30 | 74.40 | 1.46 |

* 4 为控制样, Cu: 120.0 ± 10; Pb: 72.5 ± 5.0; Cd: 1.40 ± 0.30。

2.2 同 酸消解体系与不同消解方式比较

以 4 号控制样分别用酸体系 1 和酸体系 2 同时对敞口式和高压式进行了比较, 结果列表 2。

表 2 两种酸消解体系与两种消解方式比较 mg/kg

| 消解方式 | Cu | | Pb | | Cd | |
|------|-------|-------|------|------|------|------|
| | 酸 1 | 酸 2 | 酸 1 | 酸 2 | 酸 1 | 酸 2 |
| 敞口 | 117.2 | 115.5 | 68.8 | 69.2 | 1.27 | 1.30 |
| 高压 | 120.1 | 120.7 | 74.6 | 76.6 | 1.46 | 1.48 |

表 1 和表 2 表明, 敞口方式或高压方式, 用不同的酸解体系对结果没有明显影响, 但高压式中使用氢氟酸, 溶液澄清度要比王水、高氯酸好。酸解体系 2 在高压消解方式中, 样品分解比较完全, 结果更接近给定值; 而在敞口方式中, 氢氟酸常在酸解过程中挥发不完全, 且易沾污玻璃器皿。

2.3 精密度和加标回收率

用方法 1 和方法 2 对 4 号控制样作精密度和加标回收测定。相对标准差: 方法 1 Cu 9.0%, Pb 2.2%, Cd 1.6%; 方法 2 Cu 4.1%, Pb 0.8%, Cd 0.6%。加标回收率: 方法 1 Cu 88%, Pb 80%, Cd 85%; 方法 2 Cu 95%, Pb 80%, Cd 90%。可见方法 2 的精密度和加标回收率均较方法 1 好。

从方法 1 和方法 2 的操作步骤和消解效果看, 方法 2 具有下列优点(表 3)。

表 3 方法 1 与方法 2 的比较

| 方法 1 | 方法 2 |
|-------------|----------------|
| 温度较低, 消解不彻底 | 温度高, 压力大, 消解彻底 |
| 容易被环境、容器所污染 | 密闭条件下消解, 可避免沾污 |
| 易造成损失, 回收率低 | 可避免损失, 回收率高 |
| 不易控制消解温度 | 可严格控制消解温度 |
| 时间长, 操作繁杂 | 时间短, 操作简单 |

收稿日期: 2000-04-27; 修订日期: 2000-06-16

第一作者简介: 阮善菊(1963-), 女, 安徽无为, 工程师, 学士, 已发表论文 3 篇。