

# 土壤中微量元素（Pb，Cd）的湿法消解

## 1 引言

通过湿法消解方式进行土壤的消解。本方法在浙江某环保局进行研究，其目的证明用湿法消解能达到消解完全。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器

全自动消解仪(北京普立泰科仪器有限公司),聚四氟乙烯消解管:50 mL。

### 2.2 试剂

浓硝酸，优级纯

高氯酸，优级纯

氢氟酸，优级醇

实验用水为去离子水。

样品：土壤

### 2.3 实验步骤

#### 2.3.1 样品预处理

准确称取样品 0.2 g 和 0.5g，放于消解管中，放置在消解架上。使用的方法为：加入 10ml 硝酸，加热至 120 度维持一小时，冷却后加入 5ml 氢氟酸，加热至 140 度维持一小时，冷却后加入 2ml 高氯酸，加热至 160 度维持一小时，继续升温至 180 度，持续一小时进行赶酸。（对比最早的土壤消解方法，将氢氟酸的量减少了一半，并且改动了起始温度）。

#### 软件编辑实验步骤

步骤	操作	条件
1	加入试剂	HNO3 10.0ml
2	振荡	50% 2min
3	加热	120℃ 60min
4	冷却	10min
5	加入试剂	HF 5.0ml
6	振荡	50% 2min
7	加热	140℃ 60min
8	冷却	10min
9	加入试剂	HClO4 2.0ml
10	振荡	50% 2min
11	加热	160℃ 60min
12	加热	180℃ 60min
13	冷却	30min
14	定容	H2O 50ml

消解时间约共 240min，全程（算上加试剂和冷却时间）共 300min。  
最后一步，可以采用定容，也可采用加入试剂。

### 3 结果与讨论

#### 3.1 样品消化及处理条件的选择

土壤是目前环保领域最为重要的样品之一，涉及到的重金属检测项目很多，常见的有铅、镉，目前很多实验室中微量元素含量检测的前处理方法主要是用手工方法湿法消解，在电热板上手工加入酸并定期观察和摇晃。在北京普立泰科仪器有限公司的全自动消解仪上进行湿法消解，即为将所有人工作过程全部实现自动化，自动加入两种浓酸，避免了人员的危险，自动定容，提高了实验效率。

采用硝酸、氢氟酸和高氯酸的消解方式，首先硝酸沸点是约 120，据此选择消化温度为 120 °C 左右，在此温度下持续一小时时间，让硝酸和样品充分进行反应，加入氢氟酸，使样品能良好的发生飞硅作用，最后使用高氯酸充分和有机物反应。然后升温至 180°C，将高氯酸赶出。

#### 3.2 消解终点

经观察，所剩液体为浅黄绿色透明液体（呈现轻微果冻状，根据有经验的老师观测，比微波消解的终点要更为彻底），说明消解已经完成，可以定容并上机测定。

通过对方法的优化，可以将多种不同类别的样本在同样的条件下进行消解，大大提高了人员的操作效率，也方便了仪器的操作，便于进行批量实验。