



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 832-2017

土壤和沉积物 金属元素总量的消解 微波消解法

Soil and sediment - Digestion of total metal elements - Microwave
assisted acid digestion method

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境出版社出版的正式标准文本为准。

2017-07-18 发布

2017-09-01 实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

前 言.....	ii
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 样品的消解.....	2
8 精密度和准确度.....	3
9 质量保证和质量控制.....	3
10 注意事项.....	3
附录 A（资料性附录） 方法的精密度和准确度	4

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，规范土壤和沉积物中金属元素的消解方法，制定本标准。

本标准规定了土壤和沉积物中 17 种金属元素总量的微波消解法。

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环境监测司、科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：四川省环境监测总站。

本标准验证单位：南京市环境监测中心站、新乡市环境保护监测站、宁波市环境监测中心、攀枝花市环境监测中心站、成都市环境监测中心站和湖南省环境监测中心站。

本标准环境保护部 2017 年 7 月 18 日批准。

本标准自 2017 年 9 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

土壤和沉积物 金属元素总量的消解 微波消解法

警告：微波酸消解的操作过程须在通风橱内进行，应佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了土壤和沉积物中金属元素总量的微波消解法。

本方法适用于土壤和沉积物中砷(As)、钡(Ba)、铍(Be)、铋(Bi)、镉(Cd)、钴(Co)、铬(Cr)、铜(Cu)、汞(Hg)、锰(Mn)、镍(Ni)、铅(Pb)、铈(Sb)、硒(Se)、铊(Tl)、钒(V)和锌(Zn)等17种金属元素总量的消解。若通过验证，本方法也适用于其他金属元素总量的消解。

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 17378.3 海洋监测规范第三部分：样品采集、贮存与运输
HJ/T 166 土壤环境监测技术规范

3 方法原理

土壤或沉积物样品和酸的混合物吸收微波能量后，使酸的氧化反应活性增加，在高温、高压条件下将样品中的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。

4.1 实验用水：新制备的二次去离子水或亚沸蒸馏水，电阻率 $\geq 18\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ (25℃)。

4.2 硝酸： $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42\text{g/ml}$ 。

4.3 盐酸： $\rho(\text{HCl}) = 1.19\text{g/ml}$ 。

4.4 氢氟酸： $\rho(\text{HF}) = 1.16\text{g/ml}$ 。

4.5 高氯酸： $\rho(\text{HClO}_4) = 1.67\text{g/ml}$ 。

4.6 硝酸溶液：1+99，用硝酸(4.2)配制。

4.7 硝酸溶液：1+1，用硝酸(4.2)配制。

5 仪器和设备

5.1 微波消解装置

采用密闭微波消解装置，能同时进行多个样品的前处理。一般功率为400~1600 W，感应温度控制精度为 $\pm 2.5^\circ\text{C}$ ，配备微波消解罐。

注：需定期对磁控管进行维护保养。

5.2 分析天平：精度为0.0001 g。

5.3 温控加热设备：温度控制精度为 $\pm 5^\circ\text{C}$ 。

5.4 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品的采集与保存

参照 HJ/T 166 的相关规定进行土壤样品的采集和保存；参照 GB 17378.3 的相关规定进行沉积物样品的采集和保存。

6.2 样品的制备

按照 HJ/T 166 和 GB 17378.3，将采集后的样品在实验室中风干、破碎、过 0.15 mm（100 目）尼龙筛、保存。

7 样品的消解

7.1 消解方法一

7.1.1 适用于铊、铍、钡、锰、铜、铅、锌、镉、铬、镍、钴、钒元素的消解。

7.1.2 消解步骤

称取风干、过筛的样品 0.25~0.5 g（精确至 0.0001 g）置于消解罐中，用少量实验用水（4.1）润湿。在防酸通风橱中，依次加入 6 ml 硝酸（4.2）、3 ml 盐酸（4.3）、2 ml 氢氟酸（4.4），使样品和消解液充分混匀。若有剧烈化学反应，待反应结束后再加盖拧紧。将消解罐装入消解罐支架后放入微波消解装置的炉腔中，确认温度传感器和压力传感器工作正常。按照表 1 的升温程序进行微波消解，程序结束后冷却。待罐内温度降至室温后在防酸通风橱中取出消解罐，缓缓泄压放气，打开消解罐盖。

表 1 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 °C	3 min
5 min	120→160 °C	3 min
5 min	160→190 °C	25 min

将消解罐中的溶液转移至聚四氟乙烯坩埚中，用少许实验用水（4.1）洗涤消解罐和盖子后一并倒入坩埚。将坩埚置于温控加热设备（5.3）上在微沸的状态下进行赶酸。待液体成粘稠状时，取下稍冷，用滴管取少量硝酸（4.6）冲洗坩埚内壁，利用余温溶解附着在坩埚壁上的残渣，之后转入 25 ml 容量瓶中，再用滴管吸取少量硝酸（4.6）重复上述步骤，洗涤液一并转入容量瓶中，然后用硝酸（4.6）定容至标线，混匀，静置 60 min 取上清液待测。

注 1：微波消解后若有黑色残渣，表明碳化物未被完全消解。在温控加热设备（5.3）上向坩埚中补加 2 ml 硝酸（4.2）、1 ml 氢氟酸（4.4）和 1 ml 高氯酸（4.5），在微沸状态下加盖反应 30 min 后，揭盖继续加热至高氯酸白烟冒尽，液体成粘稠状。上述过程反复进行直至黑色碳化物消失。

注 2：由于土壤、沉积物样品种类多，所含有机质差异较大，微波消解的硝酸、盐酸和氢氟酸用量可根据实际情况酌情增加。

注 3：样品中所测元素含量低时，可将样品称取量提高到 1 g（精确至 0.0001 g），微波消解的硝酸、盐酸和氢氟酸用量也应按比例根据实际情况酌情增加，或增加消解次数。

注 4：为避免消解液损失和安全伤害，消解后的消解罐必须冷却至室温后才能开盖。

7.2 消解方法二

7.2.1 适用于砷、铋、汞、锑、硒元素的消解。

7.2.2 消解步骤

称取风干、过筛的样品 0.25~0.5 g(精确至 0.0001 g)置于消解罐中,用少量实验用水(4.1)润湿。在防酸通风橱中,依次加入 2 ml 硝酸(4.2)、6 ml 盐酸(4.3),使样品和消解液充分混匀。若有剧烈化学反应,待反应结束后再加盖拧紧。将消解罐装入消解罐支架后放入微波消解装置的炉腔中,确认温度传感器和压力传感器工作正常。按照表 2 的升温程序进行微波消解,程序结束后冷却。待罐内温度降至室温后在防酸通风橱中取出消解罐,缓缓泄压放气,打开消解罐盖。将消解罐中的溶液转移至 25 ml 容量瓶,用少许实验用水(4.1)洗涤消解罐和盖子后一并倒入容量瓶中,然后用实验用水(4.1)定容至标线,混匀,静置 60 min 取上清液待测。

表 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 °C	3 min
10 min	120→180 °C	15 min

8 精密度和准确度

8.1 精密度

六家验证实验室分别对 ESS-1、ESS-3、GSS-14、GSS-15 和 GSD-9 等 5 种标准样品或标准物质中的 17 种元素进行了 6 次重复测定,实验室内相对标准偏差为: 0.2%~16%; 实验室间相对标准偏差为: 0.6%~12%; 重复性限为: 0.005 mg/kg~39 mg/kg; 再现性限为: 0 mg/kg~46 mg/kg。

8.2 准确度

六家验证实验室分别对 ESS-1、ESS-3、GSS-14、GSS-15 和 GSD-9 等 5 种标准样品或标准物质中的 17 种元素进行了 6 次重复测定,相对误差为: -12%~-0.05%。

精密度和准确度结果统计见附录 A。

9 质量保证和质量控制

9.1 空白实验的测定结果应小于方法检出限。

9.2 每 20 个样品进行一个平行样测定,样品数量少于 20 个时,应至少做一个平行双样。

9.3 每 20 个样品应测定一个土壤或沉积物有证标准样品或有证标准物质,其测定值应在保证值范围内。

10 注意事项

10.1 实验所用的器皿需先用洗涤剂洗净,再用硝酸溶液(4.7)浸泡 24 h,使用前再依次用自来水、实验用水(4.1)洗净,自然干燥。

10.2 若在样品消解过程中,由于样品消解罐内产生压力过大而造成泄压,破坏其封闭系统时,则该批次样品消解无效。

附录 A

(资料性附录)

方法的精密度和准确度

六家验证实验室分别对 5 种标准样品或标准物质中的 17 种金属元素进行了 6 次重复测定，表 A.1 给出了方法的精密度和准确度。

表 A.1 方法的精密度和准确度

元素	样品编号	平均值 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	相对误差 (%)	相对误差最终值 (%)
砷	①	10.6	10.7±0.8	1.7~6.7	2.3	1.1	1.2	-1.4	-1.4±4.5
	②	15.6	15.9±1.3	0.9~7.3	2.9	1.9	2.2	-1.7	-1.7±5.6
	③	8.28	8.4±0.9	1.1~7.0	3.6	1.1	1.3	-1.5	-1.5±7.1
钡	④	704	716±16	0.8~3.3	1.2	35	40	-1.7	-1.7±2.4
	③	424	430±18	0.7~2.0	2.0	14	27	-1.5	-1.5±3.9
	⑤	599	608±13	0.8~2.5	1.4	24	32	-1.5	-1.5±2.8
铍	④	2.68	2.7±0.1	0.8~5.2	3.4	0.2	0.3	-0.9	-0.86±6.8
	③	1.60	1.8±0.3	1.4~5.6	5.3	0.2	0.3	-11	-11±9.4
	⑤	2.42	2.44±0.06	0.6~7.0	1.1	0.2	0	-0.7	-0.68±2.2
铋	④	1.15	1.16±0.06	0.5~2.7	2.2	0.06	0.09	-1.2	-1.2±4.3
	③	0.40	0.42±0.04	1.9~6.8	5.7	0.06	0.08	-4.8	-4.8±11
	⑤	0.332	0.35±0.02	1.6~4.7	9.6	0.03	0.09	-5.2	-5.2±18
镉	①	0.088	0.083±0.011	1.9~9.4	6.4	0.01	0.02	5.8	5.8±14
	②	0.049	0.044±0.014	5.1~12	8.0	0.01	0.02	12	12±18
	③	0.243	0.26±0.04	1.0~9.9	11	0.04	0.08	-6.6	-6.6±20
钴	①	14.9	14.8±0.7	0.9~4.9	2.3	1.2	1.5	0.4	0.45±4.6
	②	22.1	22.0±1.7	1.1~4.6	3.2	1.8	2.6	0.6	0.61±6.5
	③	14.2	14.4±1.2	0.9~5.1	3.9	1.3	2.0	-1.3	-1.3±7.7
铬	①	55.8	57.2±4.2	1.0~4.8	3.3	3.6	6.1	-2.5	-2.5±6.4
	②	100	98.0±7.1	0.8~5.0	6.3	7.0	19	2.3	2.3±13
	③	83.2	85±7	0.9~4.3	3.6	8.1	11	-2.1	-2.1±7.0
铜	①	20.6	20.9±0.8	1.0~6.1	2.1	2.0	2.2	-1.5	-1.5±4.1
	②	29.6	29.4±1.6	1.9~6.7	4.2	2.7	4.2	0.6	0.62±8.4
	③	32.0	32±2	0.4~3.1	2.1	1.6	2.4	-0.05	-0.05±4.2
汞	①	0.017	0.016±0.003	4.7~14	6.2	0.005	0.005	4.2	4.2±13
	②	0.114	0.112±0.012	1.5~7.8	1.1	0.02	0	1.3	1.3±2.2
	③	0.084	0.083±0.009	1.4~11	3.1	0.02	0	0.6	0.60±6.2
锰	④	957	963±20	0.2~3.2	1.0	39	46	-0.6	-0.59±2.1

元素	样品 编号	平均值 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	实验室内 相对标准 偏差 (%)	实验室间 相对标准 偏差 (%)	重复性限 r (mg/kg)	再现性限 R (mg/kg)	相对误差 (%)	相对误差最终 值 (%)
	③	618	620±20	0.4~3.2	1.4	28	34	-0.3	-0.27±2.7
	⑤	683	688±15	0.5~1.7	0.56	20	21	-0.7	-0.68±1.1
镍	①	29.2	29.6±1.8	2.0~3.8	2.8	2.4	3.2	-1.2	-1.2±5.6
	②	34.9	33.7±2.1	0.8~3.6	5.5	2.3	5.7	3.5	3.5±11
	③	31.6	32±2	0.6~4.4	2.8	2.1	3.1	-1.4	-1.4±5.5
铅	①	24.0	23.6±1.2	1.2~15	2.8	4.1	4.2	1.6	1.6±5.8
	②	33.4	33.3±1.3	1.1~12	2.5	4.7	4.9	0.2	0.20±5.0
	③	23.7	23±3	1.7~13	8.9	3.6	6.7	2.9	2.9±18
镉	①	1.01	1.0	1.5~16	12	0.3	0.4	1.2	1.2±26
	②	1.73	1.8	4.1~11	9.9	0.4	0.6	-4.1	-4.1±17
	③	0.792	0.81±0.15	4.6~12	7.1	0.2	0.2	-2.0	-2.0±17
硒	①	0.092	0.093±0.012	1.1~11	2.5	0.02	0	-0.7	-0.72±5.0
	②	0.188	0.19±0.03	0.8~11	4.3	0.04	0.05	-1.3	-1.3±8.4
	③	0.157	0.16±0.03	1.8~14	4.0	0.04	0	-1.8	-1.8±7.9
铊	④	0.658	0.67±0.04	0.9~3.8	1.2	0.05	0.05	-1.7	-1.7±2.3
	③	0.461	0.49±0.08	1.8~5.7	4.9	0.05	0.08	-5.9	-5.9±9.2
	⑤	0.622	0.63±0.03	1.2~4.2	2.4	0.05	0.06	-1.4	-1.4±4.8
钒	①	77.8	77.5±3.1	0.9~2.7	2.0	4.1	5.8	0.4	0.43±4.0
	②	117	116±5	0.9~2.4	3.6	6	13	0.9	0.86±7.2
	③	95.1	97±6	0.5~4.1	2.0	5.6	7.3	-2.0	-2.0±3.9
锌	①	56.1	55.2±3.4	1.3~3.6	3.8	3.7	6.8	1.7	1.7±7.7
	②	90.2	89.3±4.0	0.4~2.1	2.7	4.0	7.8	1.0	1.0±5.5
	③	78.7	78±4	0.5~2.9	2.8	4.3	7.4	0.9	0.88±5.7

注 1: ①ESS-1; ②ESS-3; ③GSD-9; ④GSS-15; ⑤GSS-14。

注 2: 所用测试方法及其测试的元素如下。电感耦合等离子体质谱法: 铍、钡、镉、钴、铬、铜、锰、镍、铅、钒、铊; 电感耦合等离子体发射光谱法: 钡、钴、铬、铜、锰、镍、铅、钒、锌; 石墨炉原子吸收法: 铍、铊、镉、铅; 火焰原子吸收法: 锰、铜、锌、镍; 原子荧光法: 砷、铋、硒、锑、汞; 热解析法: 汞。