

试剂与耗材

去离子水（电阻率 > 18 M Ω ·cm），优级纯以上的盐酸、硝酸、氢氟酸、高氯酸；

具盖 PTFE 消解管。

设备

电子烘箱、100 目筛、研磨用具；

电子天平：最小称量刻度优于 0.1 mg；

PerkinElmer SPB 石墨消解仪。



SPB 石墨消解仪

过程

1、土壤样品需经烘干、研磨后过 100 目筛并混匀，以保证样品代表性；

2、样品称量：准确称量土壤样品，至具盖 PTFE 消解管中。根据分析方法使用的仪器不同，可选择不同称样量：AAS/ICP-OES 称取 0.2500~0.5000 g；ICP-MS 称取 0.1000 g。称样过程中，可能因为消解管壁静电，使样品沾附在消解管壁，此时无需用水冲洗，在加热时，酸回流可让管壁上的样品回流至溶液中。同时，每 10 个样品准备一个试剂空白。

3、加酸：如称样量为 0.5 g，加入 6 mL 王水，盖上消解管盖子，放入石墨消解仪孔位中，管温 110-120 °C，加热 4 小时。注意：需根据称样量调整加酸量；王水需现用现配，或者先后加入硝酸与盐酸；注意保证样品间加酸量一致；加热温度为管温，管温与仪器设置温度可能会有差异，建议使用石英砂加温温度计人工校正。石墨消解仪的温度与加热均匀性会对消解效果有影响。消解盖子为 PP 材质，耐温 130 °C，如换成 PTFE 材质可以提高本阶段消解温度，缩短消解时间，最高温度不应使溶液沸腾。

4、开盖赶酸 30 min，以减少酸体积，目的为保证加入的氢氟酸不被过分稀释。然后加入 4 mL 氢氟酸，盖上盖子，继续 120 °C 加热 4 小时。注意：氢氟酸应注意考察其本底值，一般氢氟酸的 As 本底会偏高，对 As 的测定造成影响，所以要保证加入氢氟酸体积一致。

5、取出消解管降温 10 min，然后加入 2 mL 高氯酸，盖上盖子，

放入石墨消解仪中再次升温，120 °C 加热 4 小时。注意：由于高氯酸具有较严重的质谱干扰，且其沸点较高，不容易彻底赶净，所以也要控制其加入量，同时保证每个样品加入量一致。高氯酸具有强氧化性，切记不能在管温较高时加入，防止发生爆炸。

6、开盖，梯度加温至 165-175 °C，至消解液清亮透明，白烟较少。梯度升温以 10 °C /min 为宜，如果消解液体积小，需补加硝酸，并防止蒸干。重复操作多次，直至消解液清亮透明。在 170 °C 时，可以拿出消解管，小心倾斜转动，清洗附着在管壁上的样品，让其回溶至消解液里。170 °C 时，消解液蒸发速度较快，要时刻注意其体积变化。如 3 次补硝酸仍出现较多黑色不溶物，可以降温加入高氯酸 1 mL；如出现胶体状结晶块，可以降温加入氢氟酸 2 mL，重复赶酸。高氯酸与氢氟酸沸点较高，不要轻易补加。白烟不可能冒尽，只需消解液清亮透明即可视为消解完成。注意本过程所有补酸操作需要在消解空白上同时进行，保证消解空白与样品间的加酸量一致。此步骤操作复杂，且需主观判断，建议由有相关前处理经验的实验员操作，保证样品间的消解的效果的一致性。170 °C 赶酸阶段，操作人员尽量时刻守在通风橱前，不建议离开。

7、消解完成后，降温至 100 °C 左右，加入 2 mL 硝酸回溶样品，转移至带刻度容器中，用去离子水定容。定容体积建议为 50 mL，也可根据各自实验室实际情况选择定容体积。样品里可能含有少量氢氟酸，定容容器最好避免选择玻璃容器，或用玻璃容器定容后马上转移。