

## 试剂与耗材

去离子水（电阻率 > 18 MΩ·cm），优级纯以上的盐酸、硝酸、氢氟酸；

50 mL 聚丙烯（PP）离心管。

## 设备

电子烘箱、200 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 200 目筛并混匀，以保证样品代表性；

2、使用电子天平精确称取土壤样品  $0.1000 \pm 0.0010$  g 于 PP 离心管中，对于均一性较差的土壤样品可适当增加称样重量；

3、向离心管中加入 3 mL HCl、1 mL HNO<sub>3</sub> 和 1 mL HF，轻微震荡摇匀，保证酸与土壤样品充分接触。同时准备试剂空白。样品如需测定 As，应慎重选择 HF 品牌，部分品牌 HF 中 As 本底较高；

4、旋紧 PP 离心管盖子，反向旋约 1/6 圈，以保证一定气密性的同时让离心管能在消解时释放多余的气体压力。然后将离心管插入石墨消解仪孔位中；

5、消解程序设置：开机（SPB 石墨消解仪的开关位于装置后部）→在消解仪配备的控制器的“菜单”选项卡中选择“New Method”→在“编辑”选项卡中“方法”一栏内输入方法名称（例如“Soil Fast”）→“设置温度”一栏内输入 125 →“恒温时间”一栏内输入 120 分钟→“升温时间”一栏内输入 15 分钟→在“执行”选项卡中点击“开始”，SPB 消解仪即开始升温；

## 备注

\* 批量采购的 PP 离心管需要进行抽样本底实验，并用重量法考察定容刻度线是否准确。本底实验为使用本底较低的酸，进行消解空白测定，以评估离心管消解过程是否有目标元素溶出。

\* 不同品牌石墨消解仪设置温度与实际管存在较大差异，应进行温度补偿。石墨消解仪实际管温可采用在离心管中加入石英砂，插入温度计进行考察。

6、中途每半小时取出离心管轻微晃动，并观察离心管，如管盖有明显凸起，需拧松盖子泄压后再继续消解。消解过程会产生黄棕色刺激性气体，应保证操作在通风橱中进行；

7、消解完成后将离心管于室温冷却，然后定容至刻度线；

8、如消解后有少量不溶物存在属于正常现象，不影响测试结果，可静置 1 小时或 6000 转离心 5 分钟后测定；

9、如果消解液用于原子吸收或 ICP-OES 测定，则直接取上清液进行测定；如果消解液用于 ICP-MS 测定，则取上清液，稀释 10 倍，进行测定。