

土壤监测解决方案
APPLICATION NOTES

ISO 9001 CE

LABTECH INC.

Your Lab, Our Tech



内容

前言

- 1、 土壤中重金属检测的前处理方案
 - 1、 EHD36 电热消解仪消解土壤方案
 - 2、 AutoDigiBlock 全自动消解仪消解土壤方案
 - 3、 ETHOS 微波消解仪消解土壤方
- 2、 有机污染物的检测方案
 - 1、 土壤中 PAHs 检测
 - 2、 土壤中六六六、滴滴涕检测
 - 3、 土壤中有机磷检测
 - 4、 土壤中多氯联苯检测
 - 5、 土壤中四环素类药物检测
- 3、 土壤中汞含量的测定
 - 1、 DMA-80 直接测汞仪测定土壤中的汞含量
 - 2、 QuickTrace M-7600 测汞仪测定土壤中的汞含量
- 4、 附录
 - 1、 微波消解中常用酸导言
 - 2、 消解用酸指南



注: 此方案中包含了一些常见样品的前处理方法及有机污染物的检测, 供您参考。由于土壤样品种类复杂多样, 所以建议您在实际操作中适当调整消解仪的温度和酸的比例, 以达到最好的消解效果。

前言

土壤是农业生产和人类生存的主要载体和生态环境的重要组成部分，其质量好坏与人们生活息息相关。然而近年来，随着我国经济和社会发展，土壤污染日益严重，已成为严重的生态问题。土壤污染是指进入土壤中的有害、有毒物质超出土壤的自身净化能力，导致土壤的物理、化学和生物学性质发生改变，直接影响土壤生态系统的结构和功能，导致生产力退化，并最终对生态安全和人类生命健康构成威胁的现象。土壤污染主要是人为造成的污染源，如“三废”的排放，即废气、废渣、废水，还有过量使用农药、化肥、重金属、微生物、化学物品等。

土壤污染具有隐蔽性、潜伏性和长期性，特别是土壤中重金属的污染基本上是一个不可逆转的过程，土壤重金属被植物吸附和积累后，通过食物链富集到人和动物体中，从而危害人畜健康引发癌症等疾病，如水俣病、骨痛病等。同时被污染土壤中的重金属会通过风力、地表径流、淋溶作用等进入大气和水体中，导致大气、地表水、地下水污染和生态系统退化。由于进入土壤中的重金属污染物以可溶性与不溶性颗粒存在，因此残留率很高，如镉、铜、锌、铅等可达 85-95%，有些元素甚至会被植物吸收在其体内累积，如铬；另外，各种有机物污染也让人触目惊心。因此如何快速、准确地测试土壤中有害重金属元素及有机污染物显得尤为迫切。为此，Labtech 公司提出了检测土壤中的有机物及重金属元素的前处理解决方案。

土壤中重金属检测的前处理方案

分析土壤中的重金属元素，对土壤的评价及监测有着重要的意义。而样品的前处理方法是准确测定土壤中重金属含量的一个最重要环节。国外许多文献对土壤样品的前处理是采用王水加热消解方法，而我国国标多采用混合酸完全消解的方法。

近年来，电热消解及微波消解由于其简捷、快速及受基体干扰小而得到广泛应用。由于土壤样品前处理方法的不同，有时对测定结果的准确性、重复性影响较大。

(一) EHD36 电热消解仪消解土壤方案

目前土壤重金属检测的样品前处理中使用较为广泛的是电热板消解，电热板因其价格便宜且可以实现较为精确的控温已经逐渐取代电炉成为无机实验室的必备设备，但其处理样品量较少，用时长耗酸量大。实验人员需要随时观察样品的消解状况，使得实验室人员的精力主要消耗在样品消解的过程中，如何提高样品前处理的效率就成了摆在各个实验室面前的首要问题。2003年，LabTech自主研发了国内首台消解器（DigiBlock 电热消解仪），引入无需样品转移的消解-赶酸-定容的“一站式”消解理念。

DigiBlock 电热消解仪的优势主要包括：

- 样品批处理能力强，可同时消解 54 个样品；
- 环绕式加热消解，与局部受热的电热板消解相比大大减少消解时间
- 孔间温差小，提高样品前处理的精密度和重现性
- 智能终端控制，可存储 5 类 10 种方法，15 段程序升温设置
- 一站式消解理念，消解-赶酸-定容可在同一消解管中完成
- 样品消解过程程序化，除加酸、定容外，消解过程可实现无人值守

土壤监测解决方案 *Application Notes*

土壤消解方法：

1. 样品：土壤
2. 检测项目：Cu、zn、cr、Pb、cd
3. 设备：EHD36 电热消解仪
聚四氟乙烯消解管 TF-36 (50mL)

4. 试剂：

- 硝酸 (HNO₃), 65%
- 氢氟酸 (HF), 40%
- 高氯酸 (HClO₄), 70%

5. 消解程序：

- 1) 称样：称取土壤样品 0.5g，置于 PTFE 消解管中；
- 2) 加酸：加入 5mL 硝酸+2mL 高氯酸+3mL 氢氟酸，；
- 3) PTFE 消解管加盖，消解仪程序升温至 120℃，保持 30min；
- 4) 消解仪升温至 150℃，保持 120min；
- 5) 取下消解管盖子，消解仪升温至 190℃，进行彻底的消解同时赶酸至样品呈湿盐状，剩余 1mL 左右；
- 6) 定容：样品用超纯水定容至 50mL 待测。

升温程序：

	设定温度/℃	升温时间/min	保持时间/min
1	120	20	30
2	150	6	120
3	190	10	60

6. 注意事项：

- 针对具体样品的消解状况可适当延长样品在 150℃和 190℃的加盖消解时间；
- 赶酸时注意不要将样品蒸干；
- 根据实验结果，允许调整微波消解的温度和时间以及酸的比例，以得到最好的消解结果。

土壤监测解决方案 *Application Notes*

(二) 全自动消解仪 AutoDigiBlock 消解土壤方案

AutoDigiBlock 全自动消解仪将土壤消解过程程序化标准化，大大降低了对实验人员经验的要求，用户只需向消解管中称量样品，打开并运行内置的土壤消解方法，AutoDigiBlock 在软件控制下自动完成所有的消解程序，包括加酸、摇匀样品、程序升温消解、赶酸、定容。

AutoDigiBlock 全自动消解仪的优势主要体现在：

- 适合大批量样品的处理，可同时消解 60 个样品；
- 自动添加腐蚀性试剂（包括氢氟酸），避免危险试剂对实验人员的伤害；
- 环绕式加热，消解速度更快；
- 仪器标配通风系统，无需占用通风橱空间；
- 有效避免手动操作出错情况的发生；
- 摆脱重复繁琐的操作，节省实验人员工作时间；
- 软件全程控制，真正实现无人值守，提高工作效率；
- 提高样品处理的精密度和重现性。

土壤消解方法：

1. 样品：土壤
2. 检测项目：Cu、zn、cr、Pb、cd
3. 设备：AutoDigiBlock S60 全自动消解仪

聚四氟乙烯消解管 TF-60 (50mL)

4. 试剂：

硝酸（HNO₃），65%

氢氟酸（HF），40%

高氯酸（HClO₄），70%

5. 消解程序：

- 1) 称样：称取土壤样品 0.5g，置于 PTFE 消解管中；
- 2) 自动加酸、摇匀：AutoDigiBlock 自动加入 5mL 硝酸+2mL 高氯酸+3mL 氢氟酸，50%强度摇匀 1min，PTFE 消解管加盖；

土壤监测解决方案 *Application Notes*

3) 自动程序升温:

- a 消解仪程序升温至 120℃, 保持 30min;
- b 消解仪升温至 150℃, 保持 120min;
- c 取下消解管盖子, 消解仪升温至 190℃, 进行彻底的消解同时赶酸至样品呈湿盐状, 剩余 1mL 左右;

4) 自动定容: 样品用超纯水定容至 50mL 待测。

升温程序:

	设定温度/℃	升温时间/min	保持时间/min
1	120	20	30
2	150	6	120
3	190	10	60

6. 结论

使用 AutoDigiBlock 可在 4-5h 内完成土壤样品的完全消解, 消解液呈无色透明无沉淀。方法经用户验证, Pb、Cr 的回收率和精密度均较理想, 符合国标要求。

7. 注意事项:

- 针对具体样品的消解状况可适当延长样品在 150℃ 和 190℃ 的加盖消解时间;
- 赶酸时注意不要将样品蒸干;
- 根据实验结果, 允许调整微波消解的温度和时间以及酸的比例, 以得到最好的消解结果。

(三) ETHOS 微波消解仪消解土壤方案

微波密闭消解技术是 20 世纪末分析化学中的一个重大革命。它减轻了分析工作者的劳动强度, 提高了分析的水平和质量。微波密闭消解大大缩短了样品消解时间, 使得仪器分析方法的优越性更加发挥出来。它具有许多传统的溶样方法所无法比拟的优点。

土壤消解方法:

1、样品: 土壤

土壤监测解决方案 *Application Notes*

2、检测项目：Cu、zn、cr、Pb、cd

3、设备：ETHOS 微波消解仪

带 TFM 材质消解管的消解转子

可选 SK-10、SK-12、DRN-41、PRO16/24、NOVE-8 等各种消解转子

称样量

0.5 g

试剂：

硝酸 (HNO₃), 65%

盐酸 (HCl), 37%

氢氟酸 (HF), 40%

常见的消解方法及结果评价：

方法	标准样品	酸体系	消解液颜色	残渣颜色	结果评价
1	GBW07429	6ml HNO ₃ +2ml HCl+1mlHF	无色	灰白色	完全
	GBW07405		浅黄色	无残渣	完全
2	GBW07429	6ml HNO ₃ +2ml H ₂ O ₂ +2mlHF	无色	灰白色	完全
	GBW07405		无色	无残渣	完全

消解步骤：

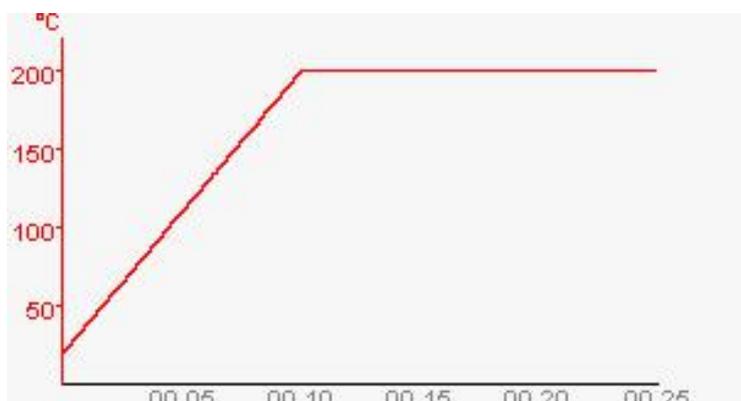
1. 将 TFM 消解罐直接置于天平，称取土壤样品
2. 将 TFM 消解罐置于 PEEKK 材质的外罐中
3. 加入消解所需的酸，如果有土壤粉末粘在消解罐壁，加酸时将样品充入罐底，浸没于酸中。
4. 将消解罐密闭锁紧，
5. 将消解转子置于消解仪腔体中
6. 运行消解程序；
7. 消解完成后，冷却并打开消解罐。

土壤监测解决方案 *Application Notes*

8. 根据待检测元素选择适当的后续检测方法

消解程序:

Step	Time	Temperature	Microwave power
1	10 minutes	200° C	Up to 1000 Watt*
2	15 minutes	200° C	Up to 1000 Watt*



采用**硝酸—盐酸—氢氟酸**三酸体系消解土壤样品，测定土壤中的 Cu、zn、cr、Pb、cd 含量，所检测的 5 种元素均在标示值范围以内。具有很好的灵敏度，能满足环境监测分析的要求，且操作简单，克服了以前前处理烦琐、易污染的弊端，且大大缩短消解时间。

由于我国土壤类型繁多，土壤性质不同，成土母质及成土过程差异很大，土壤样品的基质可能存在较大差异。在消解过程中，虽然加入同样的酸消解体系，但因消解效果会差异很大。因此，微波消解土壤样品，需要根据土壤的基质及成分做不同的调整，以获得最佳的消解效果。

该前处理方法受到了美国环保署（EPA）和国内众多环保权威监管机构的青睐，正在逐步加大这种方法的推广和应用。

土壤有机物检测方案

检测项目

- 1、 土壤中 PAHs 检测
- 2、 土壤中六六六、滴滴涕检测
- 3、 土壤中有机磷检测
- 4、 土壤中多氯联苯检测
- 5、 土壤中四环素类药物检测

检测方案

1、 土壤中 PAHs 检测

1.1 样品采集与贮存方法

1.1.1 样品的采集：按照 NY/T 395 中有关规定采集土壤，采集后风干去杂物，研碎过 60 目筛，充分混匀，取 500g 装入样品瓶中备用。

1.1.2 样品的保存：土壤样品采集后应尽快分析，如暂不分析可保存在-18℃冷冻箱中。

1.2 前处理

1.2.1 提取

称取 20 g 土壤，加入适量硅藻土，混匀后倒入 34 mL 快速溶剂提取池，采用提取溶液丙酮：二氯甲烷(V：V，50：50) 提取，提取温度为 120 °C，压力 1500 psi，预热 5 min，静态提取 5 min，循环 2 次，氮气 40 s 吹扫收集全部提取液。(ASE)。

1.2.2 净化

将提取液转移至 60mL 圆底瓶，放入 LabTech PrepElite GVS 全自动凝胶净化/浓缩/固相萃取系统中，选择“浓缩-GPC-浓缩-SPE-浓缩”方法。

浓缩 1：溶剂置换模式（置换溶液 乙酸乙酯-环己烷，1+1），定容 5mL。

土壤监测解决方案 *Application Notes*

GPC: 净化柱 BIO-Beads S-X3 Packing BIO-Beads S-X3 填料

流动相 乙酸乙酯-环己烷, 1+1

满环进样, 流速 5mL/min, 收集时间 7-20min

浓缩 2: 溶剂置换模式 (置换溶液 二氯甲烷), 定容 2mL。

SPE: 使用弗罗里硅土固相萃取柱净化,

活化: 5 mL 二氯甲烷活化固相萃取柱

上样: 从浓缩杯直接上样 (完全上样模式)

洗脱: 5 mL 二氯甲烷洗脱, 收集洗脱液

浓缩 3: 溶剂置换模式 (置换溶液 乙腈), 定容 2mL。

收集至样品瓶中, 过 0.22 μ m 滤膜, 待仪器分析。

1.3 分析

高效液相色谱: 柱温为 35 $^{\circ}$ C, 流动相为水/乙腈; 流速为 1.5mL/min ; 进样量为 10 μ L; 紫外检测器检测波长为 254 nm, 荧光检测器波长条件见表 1, 梯度洗脱情况见表 2。

时间/min	0	9	30
激发波长/nm	280	260	305
发射波长/nm	350	420	480

表 1 荧光检测器波长变化时间表

时间/min	0	4	33	36	40
水/%	40	40	0	40	40
乙腈/%	60	60	100	60	60

表 2 梯度洗脱时间表

土壤监测解决方案 *Application Notes*

化合物名称	添加浓度 /(mg·kg ⁻¹)	回收率 /%	RSD /%	添加浓度 /(mg·kg ⁻¹)	回收率 /%	RSD /%	添加浓度 /(mg·kg ⁻¹)	回收率 /%	RSD /%
萘	0.004	81.5	8.9	0.008	84.9	9.7	0.016	62.9	16.6
萘烯	0.004	116.7	12.5	0.008	112.1	9.1	0.016	91.8	11.1
蒽	0.004	71.8	5.3	0.008	70.4	5.4	0.016	81.1	3.9
芴	0.004	78.2	4.3	0.008	76.4	16.8	0.016	90.9	7.3
菲	0.001	101.5	4.0	0.002	118.9	10.6	0.004	93.2	19.9
蒹	0.001	97.3	9.1	0.002	80.4	15.4	0.004	78.0	4.0
荧蒹	0.002	80.7	8.4	0.004	94.3	14.1	0.008	85.0	7.2
芘	0.002	111.8	7.1	0.004	93.7	11.7	0.008	78.1	9.4
苯并(a)蒹	0.001	87.8	2.4	0.002	83.9	6.1	0.004	79.0	5.1
蒾	0.001	89.1	0.6	0.002	86.7	16.7	0.004	80.4	3.2
苯并(b)荧蒹	0.001	82.3	5.3	0.002	83.4	13.5	0.004	81.3	5.9
苯并(k)荧蒹	0.001	82.3	3.0	0.002	83.9	4.0	0.004	79.1	3.9
苯并(a)芘	0.001	79.5	1.8	0.002	78.4	3.5	0.004	74.9	6.0
二苯并(a,h)荧蒹	0.001	93.9	10.7	0.002	81.2	6.7	0.004	85.6	7.2
苯并(g,h,i)芘	0.002	71.6	12.5	0.004	76.7	6.1	0.008	80.1	4.0
苝并(1,2,3-cd)芘	0.001	80.3	1.5	0.002	80.7	5.3	0.004	80.7	13.2

表 3 16 种 PAHs 土壤加标回收

1.4 仪器配置

1.4.1 预浓缩-凝胶净化-定量浓缩-SPE 固相萃取 样品前处理四联处理平台

LabTech PreElite GVS

配置

AutoClean 主机	1 台
(含双柱塞高压输液泵、可变波长检测器、液路管理系统)	
AS Plus 300 自动液体处理器	1 套
(含自动进样、自动收集、溶剂回收功能)	
LiqVap 浓缩主机	1 台
(含加热、真空、溶剂回收、氮吹功能)	
Sepline-1 固相萃取主机	1 台
PreElite 系统工作站	1 套
ID20×300mm 净化柱	1 根
BIO-Beads S-X3 Packing BIO-Beads S-X3 填料	
启动包及配件	1 套
样品架	1 套 (4 个)

土壤监测解决方案 *Application Notes*

8ml 进样瓶/盖/垫	100 套
60ml 收集瓶/盖/垫	100 套
英文（中文）操作手册	1 套
品牌电脑	1 台

1.4.2 LC600 二元高压梯度（分析型）液相色谱仪

系统配置

高压色谱泵	2 台
高压梯度混合器	1 台
紫外检测器	1 台
荧光检测器	1 台
7725i 进样阀	1 个
C18 色谱柱（5um ID4.6×150mm）	1 支
数据处理系统	1 套
柱温箱	1 台

2、 土壤中六六六、滴滴涕检测

2.1 样品采集与贮存方法

2.1.1 样品的采集：按照 NY/T 395 中有关规定采集土壤，采集后风干去杂物，研碎过 60 目筛，充分混匀，取 500g 装入样品瓶中备用。

2.1.2 样品的保存：土壤样品采集后应尽快分析，如暂不分析可保存在-18℃冷冻箱中

2.2 前处理

2.2.1 提取

准确称取 20.0g 土壤置于小烧杯中，加蒸馏水 2mL，硅藻土 4g 充分混匀，无损地转移入滤纸筒内，上部盖一片滤纸，将滤纸筒装入索氏提取器中，加 100mL 石油醚-丙酮（1:1），用 30mL 浸泡土样 12h 后在 75℃-95℃恒温水浴锅上加热提取 4h，每次回流 4 次-6 次，待冷却后，将提取液移入 300mL 的分液漏斗中，用 10mL 石油醚分三次冲洗提取器及烧瓶，将洗液并入分液漏斗中，加入 100mL 硫

土壤监测解决方案 *Application Notes*

酸钠溶液 (20g/L), 震荡 1min, 静置分层后, 弃去下层丙酮水溶液, 留下石油醚提取液, 将提取液放入 250mL 浓缩瓶中, 于 40°C 浓缩至近干, 加入 8mL 乙酸乙酯-环己烷 (1+1) 以溶解残渣并用 0.45 μ m 滤膜过滤, 待净化。

2.2.2 净化

将提取液转移至 60mL 圆底瓶, 放入 LabTech PrepElite GVS 全自动凝胶净化/浓缩/固相萃取系统中, 选择“GPC-浓缩-SPE-浓缩”方法

GPC: 净化柱 BIO-Beads S-X3 Packing BIO-Beads S-X3 填料

流动相 乙酸乙酯-环己烷, 1+1

满环进样, 流速 5mL/min, 收集时间 8-25min

浓缩 2: 溶剂置换模式 (置换溶液 正己烷), 定容 2mL。

SPE: 使用活性炭固相萃取柱净化,

活化: 5 mL 正己烷活化固相萃取柱

上样: 从浓缩杯直接上样 (完全上样模式)

洗脱: 30mL 正己烷-乙酸乙酯 (3+2) 洗脱, 收集洗脱液

浓缩 3: 溶剂置换模式 (置换溶液 乙酸乙酯), 定容 2mL。收集至样品瓶中, 过 0.22 μ m 滤膜, 待气相色谱分析。

2.3 分析

2.3.1 柱: 石英弹性毛细管柱 DB-17, 30 mX0.25(i. d),

2.3.2 温度: (柱温采用程序升温方式)

150°C (恒温 1min, 8°C/min) 280°C (恒温),

进样口 220°C, 检测器 (ECD) 320°C,

2.3.3 气体流速: 氮气 1.0 mL/min; 尾吹 37.25 mL/min.

2.3.4 气相色谱中使用农药标准样品的条件

准样品的进样体积与试样的进样体积相同, 标准样品的响应值接近试样的响应值。当一个标样连续注射进样两次, 其峰高 (或峰面积) 相对偏差不大于 7%, 即认为仪器处于稳定状态。在实际测定时标准样品和试样应交叉进样分析。

2.3.5 进样

进样方式: 注射器进样 进样量: 1 μ L - 4 μ L

2.4 仪器配置

土壤监测解决方案 *Application Notes*

预浓缩-凝胶净化-定量浓缩-SPE 固相萃取 样品前处理四联处理平台
LabTech PreElite GVS

配置

AutoClean 主机	1 台
(含双柱塞高压输液泵、可变波长检测器、液路管理系统)	
AS Plus 300 自动液体处理器	1 套
(含自动进样、自动收集、溶剂回收功能)	
LiqVap 浓缩主机	1 台
(含加热、真空、溶剂回收、氮吹功能)	
Sepline-1 固相萃取主机	1 台
PreElite 系统工作站	1 套
ID20×300mm 净化柱	1 根
BIO-Beads S-X3 Packing BIO-Beads S-X3 填料	
启动包及配件	1 套
样品架	1 套 (4 个)
8ml 进样瓶/盖/垫	100 套
60ml 收集瓶/盖/垫	100 套
英文 (中文) 操作手册	1 套
品牌电脑	1 台

3、 土壤中有机磷检测

3.1 样品采集与贮存方法

3.1.1 样品的采集: 按照 NY/T 395 中有关规定采集土壤, 采集后风干去杂物, 研碎过 60 目筛, 充分混匀, 取 500g 装入样品瓶中备用。

3.1.2 样品的保存: 土壤样品采集后应尽快分析, 如暂不分析可保存在-18℃冷冻箱中

3.2 前处理

3.2.1 提取

称取 20g 土壤, 加入适量硅藻土, 混匀, 使之呈均匀分散状态, 装入预先

土壤监测解决方案 *Application Notes*

铺有 2 cm 厚度无水硫酸钠层的 66 mL 萃取池中。所用溶剂为正己烷和丙酮的混合溶剂(正己烷:丙酮=9:1, 体积比), 温度 80 °C, 压力 1 500Pa, 加热 5 min, 静置 5 min, 循环 3 次, ASE 收集瓶中萃取液待脱水、浓缩和净化。

3.2.1 脱水、浓缩

将提取液倒入 DryDisk™膜组件中, 并用 15 mL 混合溶剂分 3 次洗荡 ASE 收集瓶, 并将脱水膜组件安装在 DryVap 全自动定量浓缩仪上, 设置淋洗液位正己烷, 最终定容 1mL。

3.2.2 净化

将浓缩液放入 Sepaths 全自动固相萃取仪小体积上样组件中, 使用正相硅胶固相萃取小柱净化。

活化: 5mL 正己烷

上样: 完全上样, 用 5mL 正己烷清洗管路。

洗脱: 正己烷-丙酮-二氯甲烷 (1+ 1+ 1) 15mL

将洗脱液收集到 40mL 收集瓶中, 不需转移, 将收集瓶放入 Sepaths E.T 氮吹浓缩仪中, 40°C 恒温加热, 浓缩至近干, 用 1mL 正己烷定容。

3.3 分析

汽化室温度为 240°C。

柱温程序: 80°C 保留 1 min, 以 15 °C /min 升至 200 °C, 保留 3 min, 再以 20 °C /min 升至 250 °C, 保留 5 min。柱流量 1.2 mL/min。检测器: 火焰光度检测器(FPD, 磷滤光片), 250 °C; 氢气: 75 mL/min; 空气 100 mL/min, 氮气尾吹 60 mL/min。

序号	组分名称	空白加标		湿样加标		干样加标	
		回收率	相对标准偏差	回收率	相对标准偏差	回收率	相对标准偏差
1	甲拌磷	90	5.3	75	3.1	72	1.1
2	二嗪农	98	5.8	74	2.8	74	0.7
3	乙拌磷	92	4.3	74	2.0	73	1.7
4	异稻瘟净	103	6.3	84	5.3	65	0.9
5	乐果	110	7.4	94	3.0	70	8.6
6	毒死蜱	103	2.5	69	4.0	62	3.4
7	甲基对硫磷	105	3.2	106	6.6	63	2.3
8	马拉硫磷	106	2.2	75	1.6	82	1.3
9	对硫磷	102	3.1	76	1.4	76	1.6
10	稻丰散	112	3.5	80	1.5	81	1.4
11	丙溴磷	104	3.2	86	1.0	75	7.7
12	乙硫磷	107	0.8	73	1.0	74	1.5

气相色谱分析结果

3.4 仪器配置

土壤监测解决方案 *Application Notes*

3.4.1 DryVap 全自动定量浓缩系统:

- 3.4.1.1 6 位置的蒸发主机单元 1 套
- 3.4.1.2 200ml 的蒸发管 6 个
- 3.4.1.3 蒸发管架 (6 位) 1 套
- 3.4.1.4 溶剂清洗工具包 1 套
- 3.4.1.5 调节套件 1 套
- 3.4.1.6 双收集瓶溶剂回收系统 1 套
- 3.4.1.7 65mm DryDisk 组件 (包括滤杯、底座、撑网和锁环) 1 套
- 3.4.1.8 65mm DryDisk 分离膜, 50 个/包 1 包
- 3.4.1.9 VP50 真空泵 1 个

3.4.2 Sepaths-6C 全自动固相萃取仪

- 3.4.2.1 1 个 Sepaths-6 全自动固相萃取系统主机
- 3.4.2.2 1 个 Sepaths-6 多通道固相萃取流路管理系统
- 3.4.2.3 Sepaths-6 6 个多通道固相萃取系统多功能柱塞 (含 6 个全氟密封圈)
Sepaths-6 多通道固相萃取系统 47mm 萃取盘适配器组件 (含 6 个)
- 3.4.2.4 溶剂和废液系统 (含 8 个 1L 溶剂瓶)
- 3.4.2.5 6 个样品瓶 (含瓶口适配器组件) 16 个 40mL 收集瓶 (IV); 2 个双排分步收集架 (IV) Φ 6mm PU 管 5m; Φ 6mm 接头 1 套; 6mL 柱塞 o 型圈 n 个 (4x1.7mm); 法兰接头组件 1/4-28UNF / 3.2mmn 个; 鲁尔接头组件 1 包; 限压安全阀 1 个; 排风管 2m, 500mg/6mL C18 萃取柱, 30 个/包 1 包
- 3.4.2.6 Sepaths 多通道全自动固相萃取操作系统(含 1 张 Sepaths 全自动固相萃取操作系统软件安装光盘; 1 根 232 串口通讯线)
- 3.4.2.8 品牌电脑
- 3.4.2.9 小体积上样组件
- 3.4.2.10 Sepaths-6 浓缩模块

4、 土壤中多氯联苯检测

4.1 样品采集与贮存方法

- 4.1.1 样品的采集: 按照 NY/T 395 中有关规定采集土壤, 采集后风干去杂物, 研

土壤监测解决方案 *Application Notes*

碎过 60 目筛，充分混匀，取 500g 装入样品瓶中备用。

4.1.2 样品的保存：土壤样品采集后应尽快分析，如暂不分析可保存在-18℃冷冻箱中

4.2 前处理

4.2.1 提取

将 5g 土壤样品加到 50mL Teflon 试管中并加 10g 无水硫酸钠和 30mL 二氯甲烷，涡旋震荡 4 小时。

4.2.2 净化

将提取液转移至 60mL 圆底瓶，放入 LabTech PrepElite SV 全自动浓缩/固相萃取系统中，选择“浓缩-SPE-浓缩”方法

浓缩 1：溶剂置换模式（淋洗溶液、置换溶液 正己烷），定容 1mL。

SPE：使用弗罗里硅土 1g/6mL 固相萃取柱净化，

活化：4 mL 正己烷活化固相萃取柱

上样：从浓缩杯直接上样（完全上样模式）

洗脱：4mL 丙酮洗脱，收集洗脱液

浓缩 2：终点定容模式，定容 1mL。收集至样品瓶中，待 GC-ECD 分析。

4.3 分析

色谱条件 色谱柱：DM-5 30m×0.25 μm

流速：1mL/min 进样量：1 μL

进样方式：不分流 进样口温度：220℃

程序升温：初始温度 100℃，以 10℃/min 升至 200℃，再以 20℃/min 升至 270℃，保持 5min。

检测器：ECD 检测器温度：300℃ 载气：氮气

4.4 仪器配置

全自动 SPE 固相萃取-定量浓缩- 样品前处理平台

型号：PrepElite-SV

4.4.1 固相萃取主机 1 套

包括：固相萃取主机 1 套

包括：精密注射泵 1 个；

土壤监测解决方案 *Application Notes*

SepLine-1 单通道固相萃取系统多功能柱塞（含 1 个 6mL 全氟密封圈）1 个；

6ml 萃取柱柱舟 31 个（124 位）。

4.4.2 浓缩主机 1 套

包含：浓缩腔 1 套

80ml 最大定容 1mL 浓缩杯；

自动终点定容调节系统

加热模块 1 套；

氮吹模块 1 套

4.4.3 全自动液体处理器 1 台

包括：全自动液体处理器主机 1 台；

样品架托盘 1 个；

专用不锈钢进样针 1 根；

清洗槽组件 1 套。

4.4.4 工作站软件安装盘 1 套

包括：软件安装光盘 1 张；

RS232 串口卡 1 套；

操作手册 1 本；

4.4.5 系统启动包 1 套

包括： 2ml 90 位样品管架 1 个；

2ml 样品瓶（包括盖/瓶/垫） 100 套；

60ml 24 位样品管架 3 个；

60ml 样品瓶（包括盖/瓶/垫） 100 套；

500mg/6ml C18 萃取小柱 1 包（30 根/包）；

4.4.6 浓缩附件：VP50Plus 无油真空泵

溶剂回收空气冷凝瓶

4.4.7 系统配件包 1 套

包括：Φ6mm PU 管 5m ； Φ6mm 接头 1 套；

6mL 全氟密封圈 4 个； 1/8 法兰接头 1 套；

柱塞专用工具 1 把； 萃取柱专用工具 1 把；

土壤监测解决方案 *Application Notes*

1/8 PEEK 管 3m; 1/16 PEEK 管 3m。

5、 土壤中土霉素、四环素、金霉素和强力霉素检测

5.1 采集与贮存方法

5.1.1 样品的采集：按照 NY/T 395 中有关规定采集土壤，采集后风干去杂物，研碎过 60 目筛，充分混匀，取 500g 装入样品瓶中备用。

5.1.2 样品的保存：土壤样品采集后应尽快分析，如暂不分析可保存在-18℃冷冻箱中

5.2 前处理

5.2.1 提取

称取 1g 土壤样品于 15mL 离心管中，加入 10mL 样品提取液^[1]；涡旋混合 5min，4000rpm 下离心 2min，收集上清液；将下层残留物按照上述步骤重复提取两次，合并三次提取液，并用超纯水稀释至 100mL，混匀，待净化。

[1] 样品提取液：Mcllvaine 缓冲液^[2]/甲醇=1/1

[2] Mcllvaine 缓冲液(PH=4.0)：称取磷酸二氢钠 ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) 27.6g、柠檬酸 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 12.9g、乙二胺四乙酸二钠盐 37.2g，用水溶解后稀释并定容至 1000mL，混匀。

5.2.2 净化

使用 ProElut PLS 200mg/6mL 固相萃取小柱

将提取液放入 Sepaths 样品瓶中，并将固相萃取小柱安装到 Sepaths 全自动固相萃取仪上。设置方法，运行

活化：依次用 6mL 甲醇和 6mL 水过柱。流出液为废液。

上样：完全上样，并用空白溶液清洗进样管路。流出液为废液。

淋洗：用 6mL 水淋洗，流出液为废液。

洗脱：20mL 1%乙酸甲醇溶液洗脱，收集洗脱液至 40mL 收集瓶中。

洗脱结束后，不需转移，将收集瓶放入 Sepaths E.T 氮吹浓缩仪中，45℃恒温加热，浓缩至近干，用 1mL HPLC 流动相定容，滤膜过滤后，HPLC 分析。

5.3 分析

色谱柱：C18 150×4.6mm ID, 5 μm

土壤监测解决方案 *Application Notes*

流速：1.0mL/min 进样量：20 μL 检测器：UV365nm 柱温：30℃

流动相：A 0.01mol/L 草酸水溶液，B 乙腈/甲醇=1/1

梯度设置：

时间/min	0	10	10.5	20
A (%)	70	50	70	70
B (%)	30	50	30	30

分析物	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD (n*=4)/%
土霉素	0.2	86.11	5.68
	1.0	83.31	4.51
四环素	0.2	78.95	0.66
	1.0	71.03	6.60
金霉素	0.2	99.89	9.58
	1.0	90.54	5.42
强力霉素	0.2	84.53	8.49
	1.0	87.57	4.27

*n：平行样品的数量

5.4.1 Sepaths-6C 全自动固相萃取仪

5.4.1.1 1 个 Sepaths-6 全自动固相萃取系统主机

5.4.1.2 1 个 Sepaths-6 多通道固相萃取流路管理系统

5.4.1.3 Sepaths-6 6 个多通道固相萃取系统多功能柱塞（含 6 个全氟密封圈）

Sepaths-6 多通道固相萃取系统 47mm 萃取盘适配器组件（含 6 个）

5.4.1.4 溶剂和废液系统（含 8 个 1L 溶剂瓶）

5.4.1.5 6 个样品瓶（含瓶口适配器组件）16 个 40mL 收集瓶（IV）；2 个双排分步收集架（IV）Φ6mm PU 管 5m；Φ6mm 接头 1 套；6mL 柱塞 o 型圈 n 个

（4x1.7mm）；法兰接头组件 1/4-28UNF / 3.2mmn 个；鲁尔接头组件 1 包；限压安全阀 1 个；排风管 2m 500mg/6mL C18 萃取柱，30 个/包 1 包

5.4.1.6 Sepaths 多通道全自动固相萃取操作系统(含 1 张 Sepaths 全自动固相萃取操作系统软件安装光盘；1 根 232 串口通讯线)

5.4.1.8 品牌电脑

5.4.1.9 Sepaths-6 浓缩模块

5.4.2 LC600 二元高压梯度（分析型）液相色谱仪

5.4.2.1 高压色谱泵

2 台

土壤监测解决方案 *Application Notes*

5.4.2.2	高压梯度混合器	1 台
5.4.2.3	紫外检测器	1 台
5.4.2.4	7725i 进样阀	1 个
5.4.2.5	C18 色谱柱 (5um ID4.6×150mm)	1 支
5.4.2.6	数据处理系统	1 套
5.4.2.7	柱温箱	

土壤中汞含量的测定

DMA-80 直接测汞仪测定土壤中的汞含量

DMA-80 型直接测汞仪（意大利 Milestone 公司），其分析功能包括热解析、汞齐化和原子吸收光谱测定，这种设计使得该仪器不需进行化学预处理而直接进行分析样品，每个样品的分析时间约 5 分钟。这一测定系统可应用于各种各样的基体分析，包括环境、地质、疾控、食品、气体检测等不同行业与领域的样品。



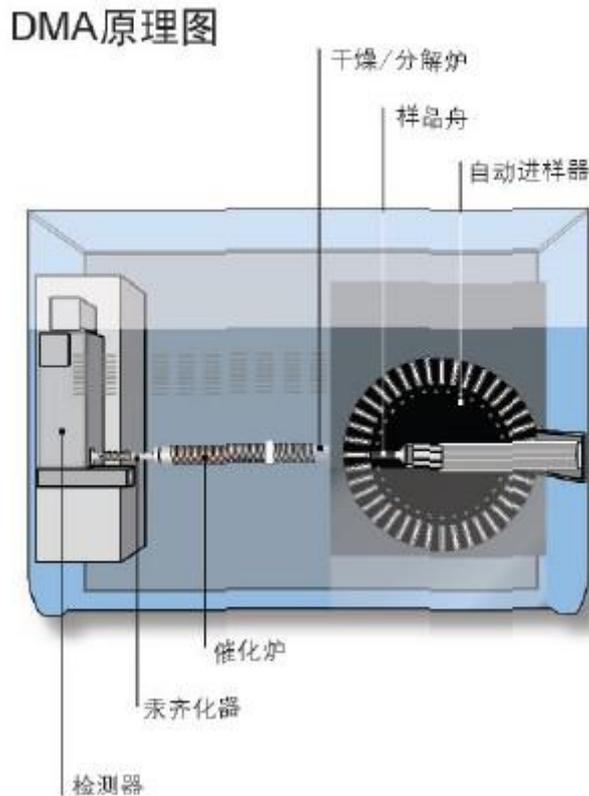
仪器原理：

测汞仪通道使样品配制和样品分析一体化成为一个自动分析系统。自动进样由精密电气动系统完成，样品再自动插入石英分解管，该试管由两个单独的炉膛：干燥/分解炉和催化剂炉加热。在分解管内，样品首先经过干燥，然后再进行热分解。作为载气的氧气流将分解生成物通过分解管带入催化散炉中，并以最高 1000°C 的温度完成分解，酸性卤化物和氧化物被吸附，残留的分解产物则进入纳米级金质汞齐化器，在此完成汞吸附。氧气流将一些残余气体排除。然后汞齐化器被迅速加热，汞蒸气被蒸发到吸收管，然后通过原子光谱法在 253.7nm 处进行测量，测出汞的绝对含量（ng）。

DMA-80 的标准测定范围为 0.001-1500ng 汞。汞蒸气首先通过长通道吸收管被送到延迟舟，然后再进入短通道吸收管。这样，相同数量的汞被测量两次。运用两种不同的灵敏度能产生跨越 6 个数量级的动态范围：第一峰测量低于 20ng

土壤监测解决方案 *Application Notes*

左右的汞含量，高含量汞由第二峰测量，每一峰均自动独自校正，校正可通过标准液汞的分析来完成，或者通过分析已知汞含量的固体物质来完成，该仪器的软件通过一套非直线性的标准数据，自动进行汞含量测定。



直接分析：

若干分析技术被设计用来测量固体样品中的汞。如果没有这些技术，通常需要样品制备，而样品的制备是最容易给测定带来误差的，也是劳动强度最大的工作，使用 DMA-80 分析汞完全不需要这些步骤。这正是直接汞分析技术赋予 DMA-80 完全超越传统汞分析的优势所在。

环保应用：

汞分析仪可用来作环境分析。一项以直接汞分析方法为基础的美国 EPA 新方法已被拟定，编号为“方法 7473”，即“通过热降解、汞齐化、原子吸收直接分析实验室和野外的固体、液体样品中汞含量的方法”，该法已通过美国 EPA 的认证，并将被发行作为美国 EPA 测试方法手册最新版的补充。该方法的论证是通过对各种各样标准物的分析来完成的，包括沉淀物 (NIST 1646, 2704)、土壤 (NIST 2710) 和煤飞灰 (NIST 16336)，方法 7473 也已被冷原子吸收光谱法 (CV-AAS)

土壤监测解决方案 *Application Notes*

的同步分析结果所证实。

典型土壤样品分析程序：

样品名称	取样量	干燥时间	干燥温度	分解时间	分解温度	等待时间
土壤	100 mg	10 sec	300°C	180 sec	650°C	60 sec

结果：

样品名称	Hg	统计数据		
土壤	1.378-1.404-1.406-1.404-1.424 mg/kg	avg: 1.40 mg/kg	sd: 0.016 mµg/kg	rsd: 1.17 %

DMA-80 市场占有情况及现有仪器的运行情况

在环境监测、食品、电子、医药、防疫、能源、化工等行业领域的检测中，汞的检测越来越受到重视，对测量迅速简便、准确度高的测汞仪的需求也越来越高，从 2005 到 2010 年，测汞仪的市场规模和增速大幅度攀高，今后的需量将更大。DMA-80 测汞仪技术先进，有国际及国内标准方法认证，满足用户的需求，获得了用户的满意度和认知度，在汞分析领域独占鳌头，约占市场份额的 80% 以上，是汞分析领域卓越的先驱领导者。

QuickTrace M-7600 测汞仪测定土壤中的汞含量

1、仪器的原理及测定

QuickTrace™ M -7600（美国 CETAC 公司）是高灵敏、可靠的汞分析仪，它采用冷原子吸收（CVAA）原理，完全满足 EPA 方法 245.1、245.5，SW846-7470、7471 和 3052 的要求，符合国家标准“GB7368—87 水质、总汞的测定冷原子吸收分光光度法”，是测量饮用水、废水、消解的土壤、纺织品、血液中汞元素的重要分析手段。QuickTrace™ M -7600 具有非常好的短时间和长时间稳定性，而且小巧、可靠。

仪器原理：

样品需经过前处理制备成溶液，地表水、自来水等干净水可直接测试，待测

土壤监测解决方案 *Application Notes*

汞元素转化为二价汞 (Hg^{2+})，由蠕动泵将样品及氯化亚锡还原剂 (SnCl_2) 提升进入混合模块，在模块中溶液与还原剂反应，溶液中的二价汞 (Hg^{2+}) 被还原成汞蒸气 (Hg)，随后气液混合物由氩气做载气提升到专利的 GLS 气液分离器中，经分离后，汞蒸气被带入除湿管去除水分，干燥后的汞蒸气进入测量池，小口径的测量池保证了信号的迅速响应，仪器由低压汞灯提供稳定高强度的检测线，在 254nm 处进行检测，由线性 CCD 检测器检测信号，计算机处理数据，得出精确结果。

土壤样品的测定：

M-7600 条件：氮气压力30 psi，样品提升时间40 s，冲洗时间40 s，读数延迟时间50 s。

还原剂：新配制10% 的氯化亚锡溶液（溶于7%的盐酸中）。

洗液：新配制 7%的盐酸洗液。

结果：

样品	测定值 mg/kg	相对标准偏差 RSD%
1	0.044	2.4
2	0.033	2.3
3	0.012	2.1

结论：

QuickTrace™ M -7600冷原子吸收测汞仪同其他原子荧光等方法相比，具有较高的灵敏度、较好的选择性、较小的干扰和宽线性范围的特点。分析速度快，得到了广泛的应用。

附录

微波消解中常用酸导言

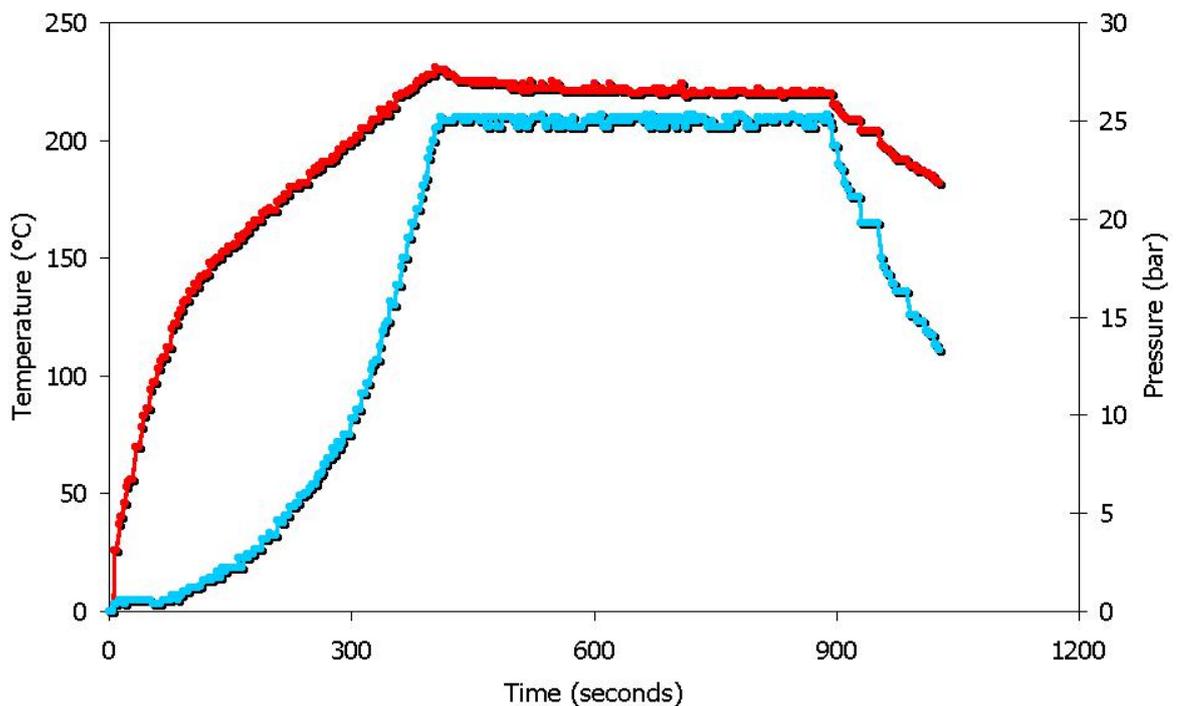
微波消解中常用酸通常分为两类:

- 非氧化性酸, 如盐酸, 氢氟酸, 磷酸, 稀硫酸和稀高氯酸;
- 氧化性酸, 如硝酸, 热浓高氯酸, 浓硫酸和过氧化氢.

硝酸

硝酸有以下特性:

- 65%浓度沸点为 120°C;
- 浓度小于 2M 时, 氧化能力较弱;随着浓度和反应温度的增加, 氧化能力增强;
- 氧化有机物的典型酸, 反应式如下: $(CH_2)_x + 2HNO_3 \rightarrow CO_2(g) + 2NO + 2H_2O$;
- 溶解大多数金属硝酸盐, Au 和 Pt 例外 (不能氧化), Al, B, Cr, Ti 和 Zr 例外 (钝化);
- 这些金属要求混酸或稀硝酸;
- 经常与 H_2O_2 , HCl 和 H_2SO_4 混用;
- 高纯度经常用于痕量分析.



土壤监测解决方案 *Application Notes*

以上为微波加热过程中硝酸的温度压力曲线。

注意：压力为 25bar 时,温度为 225°C.

过氧化氢

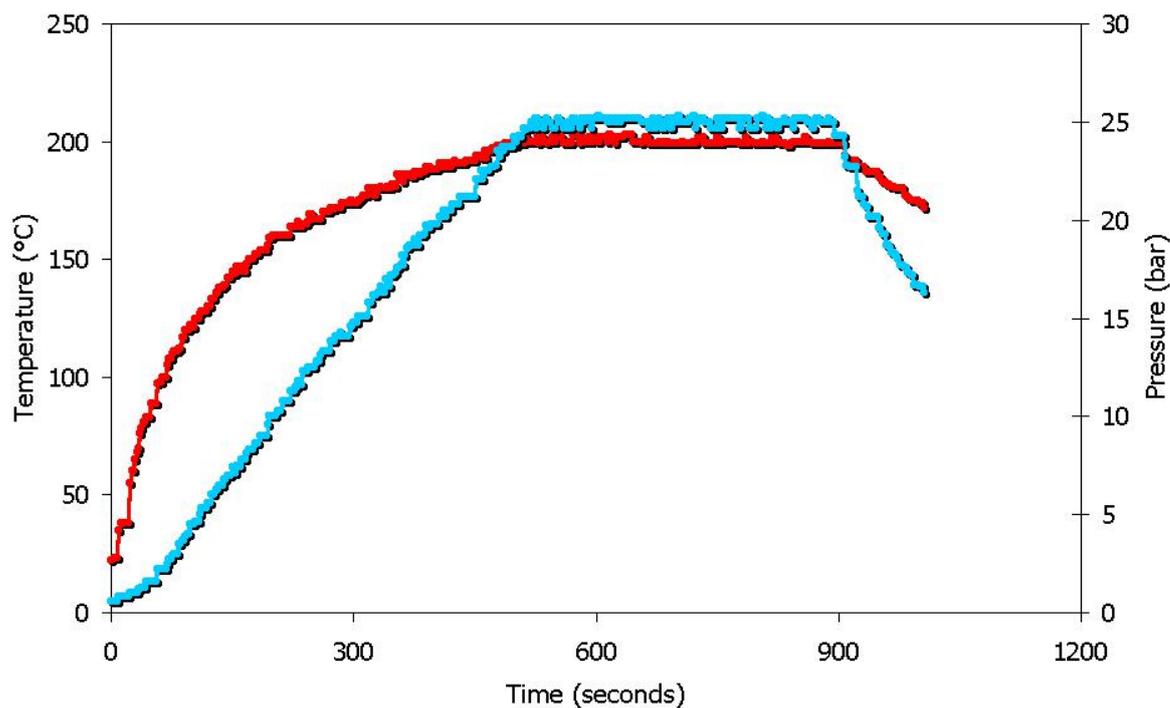
过氧化氢是氧化剂 ($2\text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow 2\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2$); 与硝酸混合可减少含氮蒸汽, 通过增加温度加速有机样品的消解过程。

典型混合比例是 $\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}_2 = 4:1$ (体积/体积).

盐酸

盐酸有以下特性:

- 与 20,4% H_2O 混合后恒沸点为 110°C;
- 38% 浓度;
- 溶解弱酸盐 (碳酸盐,磷酸盐)及大多数金属, AgCl , HgCl 和 TiCl 例外;
- 过量 HCl 可提高 AgCl 的溶解能力,使之转换为 AgCl_2^- ;
- 强配位能力;
- 由于溶液中可成为氯化物的特性而广泛用于铁基合金;
- 其他可用于 Ag (I), Au (II), Hg (II), Ga (III), Tl (III), Sn (IV), Fe (II) and Fe (III);
- 不溶解 Al , Be , Cr , Ti , Zr , Sn 和 Sb 的氧化物; Ba 和 Pb 的硫酸盐,II 价氟化物, SiO_2 , TiO_2 和 ZrO_2 .



以上为微波加热过程中盐酸的温度压力曲线。

注意：压力为 25bar 时,温度为 205°C.

氢氟酸

氢氟酸有以下特性：

酸消解

- 40%浓度时沸点为 108°C;
 - 非氧化性,强配位能力;
 - 用于消解矿物,矿石,土壤,岩石甚至含硅蔬菜;
 - 按以下反应, 主要用于消解硅: $\text{SiO}_2 + 6\text{HF} \rightarrow \text{H}_2\text{SiF}_6 + 2\text{H}_2\text{O}$;
 - 经常与 HNO_3 或 HClO_4 混用.
-

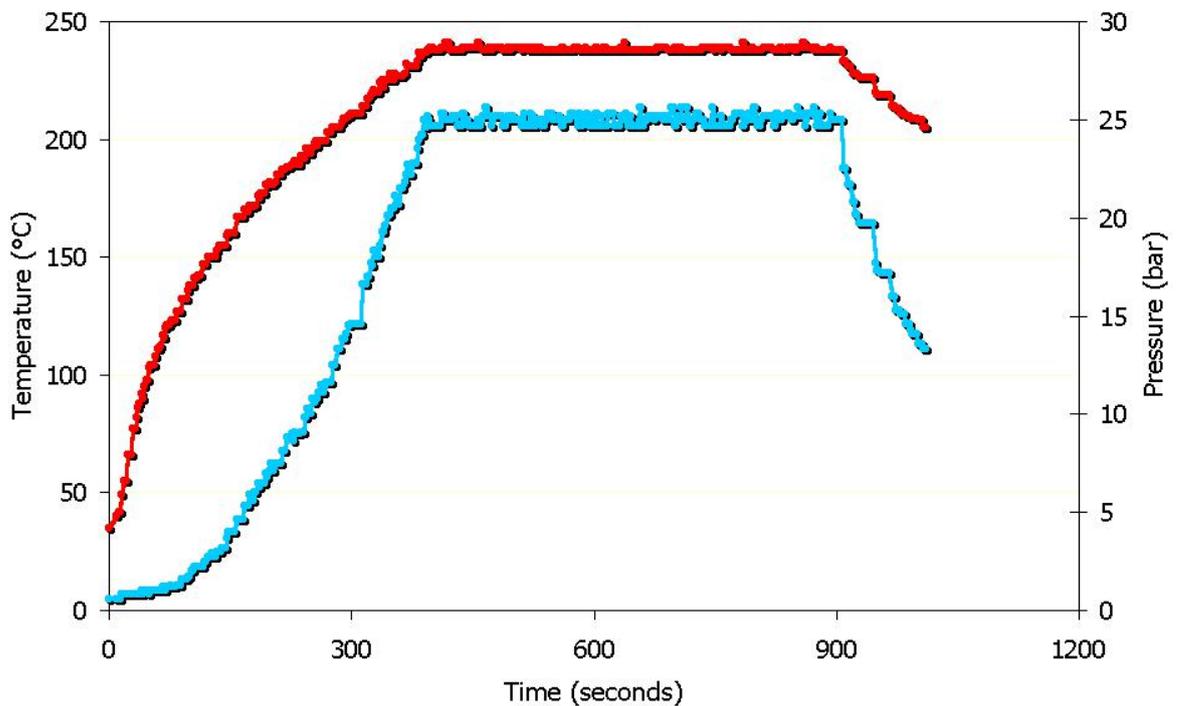
蒸发/浓缩

土壤监测解决方案 *Application Notes*

- 样品溶解后,为避免损坏仪器或重新溶解不溶氟化物,很多分析要求去除 HF;
- 很多分析如 As, B, Se, Sb, Hg 和 Cr 可能挥发.

配位

- 可通过加入硼酸去除溶液中的 HF;
- 发生以下反应: $\text{H}_3\text{BO}_3 + 3\text{HF} \rightarrow \text{HBF}_3(\text{OH}) + 2\text{H}_2\text{O}$ and $\text{HBF}_3(\text{OH}) + \text{HF} \rightarrow \text{HBF}_3 + \text{H}_2\text{O}$;



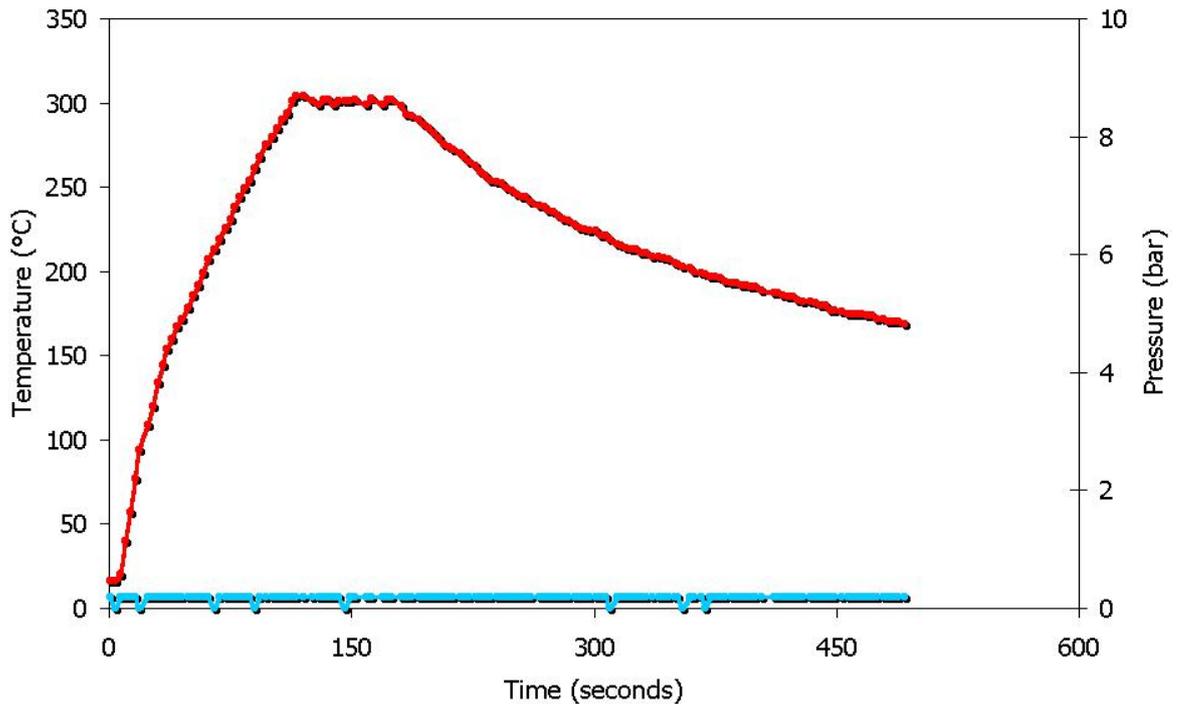
- 10-50 倍过量硼酸加快反应速率.以上为微波加热过程中氢氟酸的温度压力曲线.

注意: 压力为 25bar 时,温度为 240°C.

硫酸

硫酸有以下特性:

- 98%浓度的硫酸沸点为 340°C,高于 TFM 罐子的最大工作温度;
- 为避免罐子损坏应仔细关注反应;
- 通过脱水反应破坏有机物;
- 很多硫酸盐是不可溶的(Ba, Sr, Pb).



以上为微波加热过程中硫酸的温度压力曲线。

注意温度被控制在 300°C (仅 1 分钟),没有任何压力增加。

很明显,在 MDR 转子中使用浓硫酸是不适宜的。

300°C 是 TFM 罐子的临界温度,对 PFA 罐子来说温度过高(该温度下将熔化)。

所以,建议使用硫酸时应进行严格的温度控制。

高氯酸

高氯酸以下特性:

- 72%浓度时沸点 203°C;
- 热且浓的高氯酸是强氧化性酸;
- 与有机物反应迅速,有时爆炸;
- 经常与硝酸混用用于有机物消解;
- 所有高氯酸盐可溶, KClO_4 除外;
- 在密闭微波罐体中,高氯酸在 245°C 分解,产生大量气体副产品和大量压力。

土壤监测解决方案 *Application Notes*

警告

当使用高氯酸时应特别注意.

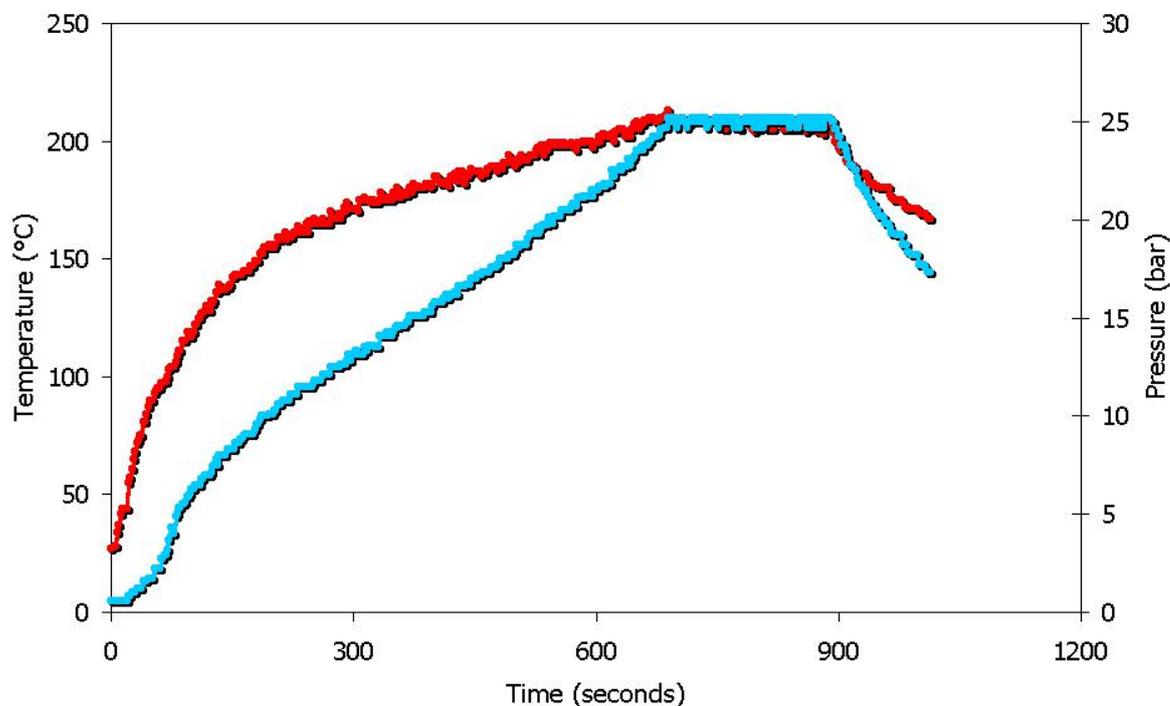
不要完全使用高氯酸消解有机样品.

当温度不超过 200°C 时可用高氯酸消解无机样品, 高氯酸体积应小于整个溶液体积的 20% (体积/体积).

王水

王水有以下特性:

- 盐酸和硝酸以 3:1 (体积/体积)混合;
- 产生 NOCl (亚硝酰氯), 加热时分解成 NO 和 Cl₂;
- 溶解贵金属;
- 必须现制并立即用完, 否则将变成氯气使罐体过压



以上为微波加热过程中王水的温度压力曲线.

注意: 压力为 25bar 时, 温度为 200°C.

酸消解指南

用在微波消化方面的绝大多数试剂介绍

主要二类酸消化试剂:

- 1, 非氧化性酸: 盐酸, 氢氟酸, 磷酸, 稀硫酸, 稀高氯酸。
- 2, 氧化性酸: 硝酸, 热浓盐酸, 浓硫酸, 过氧化氢。

硝酸:

硝酸有下列特性:

- 1, 在 65%浓度时, 沸点 120°C。
- 2, 小于 2M 时, 氧化性差, 随反应温度升高, 浓度升高, 其氧化性增加。
- 3, 对大多数有机基体有典型的氧化反应式
- 4, 它能溶解除金、铂及铝、硼、铬、钛和 Zr 锆以外的大多数金属, 形成可溶解性硝酸盐。
- 5, 有些金属需要混合酸或稀硝酸。
- 6, 常混用双氧水、盐酸和硫酸。
- 7, 可用在高纯样品的痕量分析中。

如图压力控制 25bar 温度在 225°C

过氧化氢:

过氧化氢是一种氧化性试剂, 通常加到硝酸中混合使用, 它减少氮气生成和升高温度加速有机样品的消化。典型混合比 4:1(硝酸: 过氧化氢)

盐酸:

- 1, 在含 20.4%HCL 溶液, 沸点 110°C
- 2, 可利用 38%浓度盐酸。
- 3, 它溶解弱酸盐, 如碳酸盐/磷酸盐, 大多数金属盐, 除 AgCl, HgCl, TiCl 。
- 4, 过量氯化氢能改进 AgCl 的溶解性, 转换为 AgCl₂。
- 5, 广泛用在铁合金行业。
- 6, 它不溶解 Al, Be, Cr, Ti, Sn, Zr (锆), Sb, 的氧化物; 硫酸钡, 硫酸铅, 氟化物, 二氧化硅, 二氧化钛, 二氧化锆。

土壤监测解决方案 *Application Notes*

压力控制 25bar, 温度 205°C。

硫酸:

硫酸特性,

- 1, 硫酸沸点 340°C, 浓度 98%, 超过 TFM 容器的最高工作温度。
- 2, 细心监视反应, 防止容器损坏。
- 3, 它通过脱水来破坏有机组织。
- 4, 许多硫酸盐是不可溶解 (Ba, Sr, Pb)

在 300°C (仅 1 分钟) 时, 压力无任何增加, 我们推荐用硫酸时, 带准确温度控制。

氢氟酸:

氢氟酸特性:

酸消化: 在浓度 40% 时, 沸点为 108°C; 无氧化性, 强的络合性; 用于消化矿石、金属矿、土壤、岩石和包含硅的植物; 主要用于分解二氧化硅; 常常加入硝酸或高氯酸混合使用。

蒸发和浓缩: 溶解后, 许多分析需要去除氢氟酸, 以防止仪器损坏或溶解不溶性氟化物; 许多元素如 As, B, Se, Sb, Hg, Cr 可能易挥发。

络合性: 为了从溶液中除去氢氟酸, 加入硼酸; 10-50 倍的硼酸加强反应速度。

微波加热压力控制 25Bar, 温度结果 240°C。

高氯酸

高氯酸特性:

在 72% 浓度时沸点 203°C; 热和浓的酸有强的氧化性; 和有机组织反应快速, 有时会危险; 通常和硝酸一起消化控制有机组织; 除高氯酸钾外, 所有高氯酸盐是可溶的; 在封闭的容器中, 高氯酸于 245°C 时分解, 它依赖产品产生的气体和巨大的压力。

警告: 使用高氯酸特别小心, 不要用于有机材料, 无机时, 使用温度不要超过 200°C, 体积不要超过总体积 20%。(如 100ml 容器中不要超过 20ml)

王水:

王水的特性: 盐酸/硝酸=3/1; 加热时, 产生一氧化氮和氯气; 它必须当场配制当场使用。

土壤监测解决方案 *Application Notes*

它能溶解贵金属。

注意：压力控制 25bar 温度控制 200℃。

编辑：胡建文
刘 燕
迟大民