

ICP-MS 测定土壤和沉积物中重金属的不同前处理方法对比研究

张义春

(福建省益准检测技术有限公司, 福建 厦门 361021)

摘要:为了探究不同的土壤样品前处理方法对土壤重金属分析结果的影响,对比了敞开酸消解法和微波消解法在电感耦合等离子体质谱法测定土壤和沉积物中 Cu、Pb、Zn、Cr、Co、Ni 6 种重金属的应用效果。实验结果证实了微波消解法在灵敏度、准确性及精密度方面均显著优于敞开酸消解法。相比于敞开酸消解法,微波消解法对于 Cu、Pb、Zn、Cr、Co 和 Ni 的检出限更低,回收率更接近认定值,土壤标准物质 GBW07404 和 GBW07408 中 Cr 的回收率从敞开酸消解法的 86.4% 和 89.2% 提升至 101.2% 和 98.5%。精密度方面,微波消解法的相对标准偏差(Relative standard deviation, RSD)普遍较低。土壤样品中 Cu 的 RSD 范围从敞开酸消解法的 2.2%~3.7% 降低到微波消解法的 1.4%~2.2%。通过实际样品分析,进一步证实了微波消解法的优越性。

关键词:电感耦合等离子体质谱法;微波消解;敞开酸消解;重金属测定;样品前处理

中图分类号: O657.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 0258-3283(2025)02-0067-06

DOI: 10.13822/j.cnki.hxsj.2024.0388

Comparative Study on Different Pretreatment Methods for Determination of Heavy Metals in Soil and Sediments by ICP-MS ZHANG Yi-chun (Fujian Yizhun Testing Technology Co., Ltd., Xiamen 361021, China)

Abstract: The effects of different pretreatment methods on the analysis of heavy metals in soil samples were explored. The application effects of the open acid digestion method and the microwave digestion method in the determination of Cu, Pb, Zn, Cr, Co, and Ni in soil and sediment by inductively coupled plasma mass spectrometry were compared. The results confirmed that the microwave digestion method was significantly superior to the open acid digestion method in terms of sensitivity, accuracy, and precision. Compared with the open acid digestion method, the microwave digestion method had lower detection limits for Cu, Pb, Zn, Cr, Co, and Ni, and the recoveries were closer to the certified values. The recoveries of Cr in soil standard substance GBW07404 and GBW07408 increased from 86.4% and 89.2% with the open acid digestion method to 101.2% and 98.5% with the microwave digestion method, respectively. In terms of precision, the relative standard deviation (RSD) of the microwave digestion method were generally low. The RSD range of Cu in soil samples decreased from 2.2%~3.7% with the open acid digestion method to 1.4%~2.2% with the microwave digestion method. The analysis of actual samples further confirmed the advantages of the microwave digestion method.

Key words: inductively coupled plasma mass spectrometry; microwave digestion; open acid digestion; heavy metal determination; sample pretreatment

在环境科学领域,微量元素(特别是重金属元素)因其难以降解和在环境中的持久性,对生态质量具有显著的影响而被视为环境中主要的污染源之一。重金属可以通过自然过程(如岩石风化、侵蚀和沉积)在环境中迁移和转化,也可以通过人类活动如采矿、冶炼和工业排放等被引入环境^[1]。沉积物、污泥和土壤中的高浓度重金属,以及通过转移过程进入地下水和植物中的重金属,都可能通过食物链进行富集和传递,对动物和人类健康产生有害影响^[2,3]。因此,开发准确、可靠且高效的方法来测定这些环境样品中的重金属含量,对于环境监测、污染控制和生态风险评估至

关重要。

为了准确测定环境样品中的重金属含量,学者们采用了多种高灵敏度的光谱技术,如火焰原子吸收光谱法(FAAS)^[4]、石墨炉原子吸收光谱法(GFAAS)^[5]以及电感耦合等离子体发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法(ICP-OES 和 ICP-MS)^[6,7]。电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)作为一种先进的光谱分析技术,因其高灵敏度、宽线

收稿日期:2024-08-18;修回日期:2024-10-16

作者简介:张义春(1991-),男,福建厦门人,学士,工程师,主要研究方向为环境检测, E-mail: 1594204666@qq.com。

性范围和多元素同时测定的能力,在环境样品重金属的测定中得到了广泛应用^[8,9]。然而,该方法的应用前提是将固体样品转化为可溶性的形式,以便进行光谱分析。这一前处理过程,即样品的消解或提取,是分析中最关键的步骤之一^[10]。传统的消解方法,如湿法消解和干灰化,虽然有效,但通常耗时较长,过程繁琐,且可能引入污染,影响分析结果的准确性^[11,12]。为了克服这些局限性,发展了多种新的前处理方法,其中微波消解处理技术因其消解速度快、消解能力强、试剂用量少以及环境污染小等诸多优势,在岩矿、环境、食品等分析领域得到了广泛应用^[13-15]。

近年来,微波消解技术应用于 ICP-MS 分析在环境检测领域取得了显著进展,成为环境样品前处理的重要方法。王树加等^[16]运用微波消解-电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)对土壤中的铍、钒、镍、铜、锌、镉、铅 7 种金属元素进行了深入研究,优化了消解酸体系和测试模式,有效降低了多原子离子的干扰,提高了检测灵敏度,与 ICP-OES 法的比对验证了方法的准确性和可靠性。张晓旭等^[17]利用微波消解前处理结合 ICP-MS 法测定了石化园区土壤及植株中的 12 种金属元素,优化了酸体系和仪器条件,实现了对实际样品中金属元素的高效、准确测定,探讨了土壤中金属元素污染对植株的影响。这些研究成果展示了微波消解法运用于 ICP-MS 分析中,在提高分析效率、降低元素干扰,增强测量稳定性与准确性方面的显著优势。特别是对于易挥发性元素(如砷(As)、硒(Se)、汞(Hg)、铬(Cr))的测定,使用微波消解能显著降低其挥发损失。为 ICP-MS 分析提供了更为可靠和高效的样品前处理途径。

本研究旨在对比和评价不同前处理方法在电感耦合等离子体质谱法测定土壤和沉积物中 6 种重金属 Cu、Pb、Zn、Cr、Co、Ni 时的应用效果。具体而言,对比两种消解前处理方法:一种是使用氢氟酸(HF)、硝酸(HNO₃)和盐酸(HCl)的混合酸进行微波消解;另一种是使用氢氟酸(HF)、硝酸(HNO₃)和高氯酸(HClO₄)的混合酸进行敞开式消解。这两种方法各有优势,微波消解以其快速、高效和污染风险低而著称,而敞开式消解则允许更大的样品处理量,并便于酸蒸发至干,减少与高酸浓度相关的分析问题。在本研究中,使用土壤和沉积物的标准物质对这两种方法进行验证,通

过对比分析结果的准确性和精密度,评估它们在实际样品分析中的适用性。随后,将选定的最佳方法应用于从实际环境中收集的土壤和沉积物样品,以测定其中的重金属含量。通过本研究,期望能为环境样品中重金属的准确测定提供一种更为高效和可靠的前处理方法,为环境监测、污染控制和生态风险评估提供科学依据和技术支持。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

MARS-5 型微波消解仪(美国 CEM 公司); PerkinElmer[®] Elan[™] 9000 型电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS, 美国 PerkinElmer 公司); YT-1L 型行星式玛瑙球磨机(山东云唐智能科技有限公司); Milli-Q[™] Model 3UV ELIX 型水净化系统(密理博中国有限公司)。

优级纯的盐酸(HCl)、硝酸(HNO₃)、氢氟酸(HF)、高氯酸(HClO₄)(优级纯,国药集团化学试剂有限公司); Cu、Pb、Zn、Cr、Co、Ni 单元素标准溶液(1 000 μg/mL, 坛墨质检科技股份有限公司); 土壤成分分析标准物质 GBW07404 和 GBW07408、沉积物成分分析标准物质 GBW07303 和 GBW07305(中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所)。

1.2 仪器及工作条件

样品前处理采用微波消解仪,配备了 16 个低容量全氟烷氧基(PFA)衬里的微波消解罐,并带有安全破裂构件(最大工作压力为 1 380 kPa)。磁控管在满功率运行时,可输出约 1 200 W 的 2 450 MHz 微波。MARS-5 的工作参数如表 1 所示。

表 1 MARS-5 微波消解仪的工作参数

Tab.1 Operating parameters of MARS-5 microwave digestion instrument

Stage	Maximum power/ W	Power percentage/ %	Heating time/ min	Temperature/ ℃	Holding time/ min
1	300	100	5	150	5
2	600	100	10	180	5
3	1 200	100	10	200	20

检测仪器采用 PerkinElmer[®] Elan[™] 9000 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS),配备有高效交叉流雾化器、Scott 喷雾室和先进的四极杆质谱检测系统、高灵敏度的离子检测器。ICP-MS 的操作条件如表 2 所示。

表 2 PerkinElmer® Elan™ 9000 ICP-MS 的工作参数一览表
Tab.2 List of operating parameters for PerkinElmer® Elan™ 9000 ICP-MS

Parameter	Value description	Parameter	Value description
RF generator power	1 350 W	Atomizer type	High-efficiency cross flow, PFA material
RF generator frequency	40. 68 MHz	Spray chamber type	Scott type
Plasma flow	12 mL/min	Sample cone/Skimmer cone material	Nickel alloy, ϕ 1. 0 mm and ϕ 0. 4 mm, respectively
Auxiliary flow	0. 8 mL/min	Radio frequency (RF) Generator type	Solid-state self- excited oscillation type, with frequency stabilization control
Atomizer flow	0. 2 mL/min	Purge gas	Helium/Nitrogen (Optional)
Pump flow	0. 4 mL/min	Reading delay	5 s
Reading time	2 s	Repeat numbers	3 times
Equilibrium time	10 s	Observation mode	Axial
Observation altitude	8 mm	Detector	Discrete dynode electron multiplier

1. 3 实验步骤

1. 3. 1 样品采集和前处理

土壤和沉积物样品分别采集自福建省厦门市翔安区的农田区域和河流沉积区域,土壤样品取样采用多点随机采样法,使用圆状取土钻取 0~30 cm 浅层样品;沉积物样品采样使用柱状沉积物采样器进行,样品采集量控制在 1 kg 左右。样品采集完成后,需要在样品架上风干,风干后的样品在行星式玛瑙球磨机上研磨至通过 0. 015 mm (100 目) 筛。

1. 3. 2 微波消解

称取 0. 100 0 g 样品 (精确到 0. 000 1 g) 置于微波消解内罐中。加入 8 mL 混合酸 (由 4 mL HF、3 mL HNO₃ 和 1 mL HCl 组成) 作为消解液。盖上消解罐,安装在指定的外罐中,并使用表 1 中给出的操作参数进行消解。消解完成后,将消解罐冷却至室温,并在通风橱中小心排气。将每个消解罐中的内容物定量转移到 30 mL 的聚四氟乙烯 (PTFE) 坩埚中,加入 1 mL HClO₄。将溶液蒸至近干。残留物溶解在 5 mL HNO₃ 溶液 ($V(\text{HNO}_3):V(\text{H}_2\text{O})=1:1$) 中,用去离子水定容至 250 mL,储存在聚乙烯容量瓶中。同时制备一份程序空白溶液。

1. 3. 3 敞开酸溶消解

将称取的 0. 200 0 g 样品置于 30 mL 的聚四氟乙烯坩埚,用几滴水润湿。然后向坩埚中加入 1 mL HCl、7 mL HF、3 mL HNO₃ 和 1 mL HClO₄ 的混合酸,盖上坩埚盖,放置过夜。将烧杯放在 200 ℃ 的电热板上加热约 1 h。移去盖子,将内容物蒸发至近干,随后加入 3 mL HF 和 1 mL HClO₄ 的混合酸溶解内容物,再次蒸发至近干,如此重复蒸发过程 3 次后。用 5 mL HNO₃ 溶液 ($V(\text{HNO}_3):V(\text{H}_2\text{O})=$

1:1) 溶解残留物,然后用去离子水定容至 250 mL,储存在聚乙烯容量瓶中。并按程序制备一份程序空白溶液。

1. 3. 4 绘制标准曲线

用 2% 的 HNO₃ 将 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的 Cu、Pb、Zn、Co、Ni 标准储备液逐级稀释成浓度为 0、1、2、5、10、20、50、100 ng/mL 的混合多元素标准曲线。用 2% 的 HCl 将 1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的 Cr 标准储备液稀释成浓度为 0、1、2、5、10、20、50、100 ng/mL 的单元素标准曲线。在电感耦合等离子体质谱仪上按仪器工作条件测定,以发射强度为纵坐标,元素浓度为横坐标,按照浓度由低至高的顺序依次测定,绘制标准曲线。

1. 3. 5 样品分析

在完成样品的消解程序后,利用 PerkinElmer® Elan™ 9000 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 按照表 2 所示工作参数,进行样品分析。

2 结果与讨论

2. 1 两种方法的检出限和定量限的对比

方法的检出限 (LOD) 和定量限 (LOQ) 分别根据该方法测定元素的空白浓度标准偏差 (σ) 的 3 倍和 10 倍所对应的浓度来估算的。在本研究中,分别采用敞开酸消解法和微波消解法,对相应的空白消解液进行一组重复测定 ($n=11$),将各元素的测定浓度值 ($\mu\text{g/mL}$) 转化为相应的含量值 ($\mu\text{g/g}$),结果如表 3 所示。

从表 3 中可以看出,对于土壤和沉积物中 6 种重金属的检出限和定量限,微波消解法相较于敞开酸消解法表现出更低的检出限和定量限。微波消解法对于 Cu、Pb、Zn、Cr、Co 和 Ni 的检出限分别比敞开酸消解法低 0. 1、0. 2、0. 2、0. 1、0. 2 和

表 3 两种方法测定土壤和沉积物 6 种重金属的
检出限和定量限

Tab.3 Limit of detection (LOD) and quantification
(LOQ) of two methods for the determination of six heavy
metals in soil and sediment

Heavy metal	Open acid digestion method		Microwave digestion method	
	LOD/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	LOQ/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	LOD/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	LOQ/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)
Cu	0.2	0.7	0.1	0.3
Pb	0.5	1.7	0.3	1.0
Zn	0.4	1.3	0.2	0.7
Cr	0.2	0.7	0.1	0.3
Co	0.4	1.3	0.2	0.7
Ni	0.7	2.3	0.3	1.0

0.4 $\mu\text{g/g}$,定量限也相应较低。表明微波消解法在这 6 种重金属的测定中具有更高的灵敏度,能

够更准确地测定出样品中较低浓度的重金属含量。这可能是由于微波消解法通过微波的能量快速消解样品,使样品中的重金属更有效地溶解在消解液中,且微波消解法的试剂用量相对较少,有助于降低背景干扰,提高分析的灵敏度。由于密闭容器能够隔绝灰尘等杂质的进入,因而微波消解法有效降低了外界干扰和污染的风险,确保了消解过程的稳定性^[18]。

2.2 两种方法测定土壤和沉积物重金属的结果比较

为了进一步比较这两种方法在环境样品检测中的适用性,分别采用敞开酸消解法和微波消解法,对 4 种土壤和沉积物的国家标准物质中的 Cu、Pb、Zn、Cr、Co 和 Ni 进行了测定,比较了测定结果的回收率和精密度(RSD),表 4、表 5 显示了相关结果。

表 4 两种方法测定土壤中土壤标准物质的结果比较

Tab.4 Comparison of the results of two methods for the determination of soil reference materials in soil (n=11)

Reference materials	Element	Certified Value/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Open acid digestion method			Microwave digestion method		
			Measured value/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Recovery Rate/%	RSD/%	Measured value/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Recovery Rate/%	RSD/%
GBW07404	Cu	43.0	42	97.7	2.9	43	100.0	1.7
	Pb	37.0	40	108.1	2.5	36	97.3	1.6
	Zn	92.0	89	96.7	3.1	94	102.2	2.5
	Cr	81.0	70	86.4	4.3	82	101.2	2.3
	Co	20.0	21	105.0	3.4	20	100.0	2.6
	Ni	36.0	35	97.2	2.8	37	102.8	1.1
GBW07408	Cu	24.0	23	95.8	2.1	23	95.8	1.6
	Pb	21.0	20	95.2	3.2	20	95.2	2.4
	Zn	66.0	64	97.0	1.8	67	101.5	1.8
	Cr	65.0	58	89.2	5.2	64	98.5	2.5
	Co	12.3	12	97.6	3.7	12	97.6	2.1
	Ni	30.0	28	93.3	3.0	29	96.7	2.3

表 5 两种方法测定沉积物中土壤标准物质的结果比较

Tab.5 Comparison of the results of two methods for the determination of soil reference materials in sediment (n=11)

Reference materials	Element	Certified Value/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Open acid digestion method			Microwave digestion method		
			Measured value/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Recovery Rate/%	RSD/%	Measured value/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	Recovery Rate/%	RSD/%
GBW07303	Cu	202.0	197	97.5	1.7	199	98.5	1.2
	Pb	45.0	43	93.3	1.9	46	102.2	1.4
	Zn	102.0	104	102.0	2.7	101	99.0	1.7
	Cr	48.0	41	85.4	4.6	48	100.0	2.2
	Co	13.6	13	95.6	3.1	14	102.9	2.0
	Ni	20.0	18	90.0	3.3	19	95.0	1.9
GBW07305	Cu	118.0	115	97.5	2.3	117	99.2	1.8
	Pb	102.0	98	96.1	3.1	100	98.0	1.5
	Zn	263.0	256	97.3	2.4	267	101.5	1.6
	Cr	68.0	59	86.8	5.5	66	97.0	2.2
	Co	15.3	15	98.0	3.7	15	98.0	1.5
	Ni	31.0	29	93.5	2.8	30	96.8	2.4

从表 4 和表 5 数据可以看出,敞开酸消解法和微波消解法在测定土壤、沉积物中的重金属含量时,均表现出良好的准确性和可靠性。然而,两种方法在回收率和相对标准偏差(RSD)上存在差异。从表 4 可以看出,采用敞开酸消解法测定土壤标准物质 GBW07404 的回收率为 86.4%~108.1%,RSD 为 2.5%~4.3%,测定土壤标准物质 GBW07408 的回收率为 89.2%~97.6%,RSD 为 1.8%~5.2%,而采用微波消解法分析土壤标准物质 GBW07404 和 GBW07408 的回收率分别为 97.3%~102.2%、95.2%~101.5%,RSD 分别为 1.1%~2.6%、1.6%~2.5%。特别是对于 Cr 的测定,实验结果显示采用微波消解法测定两种土壤标准物质的 Cr 的回收率从 86.4%和 89.2%提升至 101.2%和 98.5%。这可能是由于采用密闭微波消解有效避免了敞开酸消解法可能导致的 Cr 元素的挥发损失^[19]。而且实验结果证实了微波消解法在土壤的测定中具有更高的准确性和精密度。

从表 5 可以看出,采用敞开酸消解法测定沉积物标准物质 GBW07303 的回收率为 85.4%~102%,RSD 为 1.7%~4.6%,测定沉积物标准物质 GBW07305 的回收率为 86.8%~97.5%,RSD 为 2.3%~5.5%。而采用微波消解法分析沉积物标准物质 GBW07303 和 GBW07305 的回收率分别为 95.0%~102.9%、96.8%~101.5%,RSD 分别为 1.2%~2.2%、1.5%~2.4%。对比两种方法,微波消解法在沉积物标准物质的测定中,回收率更接近 100%,且 RSD 普遍更低,尤其是 Cr 的测定回收率有了显著提升,显示出更高的准确性和精密度。

综合表 4、5 的实验结果,可以看出采用微波消解法的回收率和 RSD 值显著优于敞开酸消解法,这主要是由于微波消解法通过微波能量直接加热样品,使样品内部温度迅速且均匀地升高,这种高效的加热方式有助于更彻底地破坏样品基质,释放出更多的目标元素,并减少了样品的损失和污染风险。进一步证明了微波消解法在不同的环境样品重金属测定中的优势。

2.3 实际样品分析

分别使用敞开酸消解法和微波消解法,对采集自福建省厦门市翔安区的 8 件土壤样品和 8 件沉积物样品进行消解前处理,并上机检测,土壤样品和沉积物样品的 6 种重金属的检测结果分别如

表 6、7 所示。

表 6 两种方法测定土壤样品 6 种重金属的含量

Tab.6 Concentrations of six heavy metals in soil samples using two methods (n=6)

Heavy metal	Open acid digestion method		Microwave digestion method	
	Range/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	RSD/%	Range/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	RSD/%
Cu	15.5~62.9	2.2~3.7	15.2~62.8	1.3~2.1
Pb	11.8~35.6	2.6~4.2	13.1~36.2	1.2~2.3
Zn	43.5~106	1.9~3.3	42.9~106	1.9~2.5
Cr	18.3~41.8	3.9~5.7	21.6~47.5	1.7~3.1
Co	12.3~29.5	3.2~4.7	12.6~30.8	1.7~3.0
Ni	15.7~37.2	2.7~3.9	15.5~37.7	2.0~2.8

表 7 两种方法测定沉积物样品 6 种重金属的含量

Tab.7 Concentrations of six heavy metals in sediment samples using two methods (n=6)

Heavy metal	Open acid digestion method		Microwave digestion method	
	Range/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	RSD/%	Range/ ($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)	RSD/%
Cu	17.6~45.2	1.9~3.2	18.0~45.8	1.5~1.9
Pb	13.5~40.9	2.2~3.4	14.3~41.1	1.6~2.2
Zn	33.2~97.4	1.7~2.8	33.8~97.2	1.3~1.9
Cr	24.3~47.6	4.1~5.3	28.1~52.8	2.3~3.1
Co	11.7~34.5	2.5~4.1	12.2~35.4	1.6~2.8
Ni	14.2~32.9	2.4~3.5	14.7~32.8	1.7~2.4

分析表 6、表 7 数据,可以看出对于福建省厦门市翔安区的土壤样品和沉积物样品,两种消解方法均能有效地测定重金属 Cu、Pb、Zn、Cr、Co、Ni 的含量。对于土壤样品(表 6),微波消解法在 6 种重金属的检测中表现出更低的 RSD 值。Cu 的 RSD 范围从敞开酸消解法的 2.2%~3.7%降低到微波消解法的 1.3%~2.1%,Pb 从 2.6%~4.2%降低到 1.2%~2.3%,Cr 的 RSD 范围从敞开酸消解法的 3.9%~5.7%降低到微波消解法的 1.7%~3.1%,是所有重金属检测结果中降低幅度最大的。在表 7 的沉积物样品检测结果中,同样观察到微波消解法在多数重金属检测中 RSD 值较低的现象,如 Cu 的 RSD 范围从敞开酸消解法的 1.9%~3.2%降低到 1.5%~1.9%,Pb 从 2.2%~3.4%降低到 1.6%~2.2%,Cr 的 RSD 范围从敞开酸消解法的 4.1%~5.3%降低到微波消解法的 2.3%~3.1%。实验结果表明微波消解法有效减少了电热板消解法可能存在的消解不完全不彻底,以及挥发性元素的损失和外部因素干扰对消解过程的影响。在土壤和沉积物重金属的检测中表现出更好的测量重复性和检测精度。

3 结论

对比了两种前处理方法——敞开酸消解法和微波消解法在电感耦合等离子体质谱测定土壤和沉积物中 Cu、Pb、Zn、Cr、Co、Ni 6 种重金属的应用效果。采用微波消解法进行土壤和沉积物的前处理,显著降低了测定重金属的检出限和定量限,提高了测定结果的回收率,并降低了相对标准偏差,尤其在 Cr 等易挥发元素的测定中表现尤为突出。在实际样品分析中,微波消解法同样展现出更优的重复性和检测精度。微波消解法作为一种高效、可靠的样品前处理方法,在环境样品重金属的准确测定中具有广泛应用前景。

参考文献:

- [1] Yang X Y, Zheng F W, Lei X, Huang C, Chu X D, Tang L S. *J. Nanchang Inst. Technol.*, 2023, **42**(6): 29-37.
杨秀英, 郑芳文, 雷祥, 黄诚, 储小东, 唐林森. 南昌工程学院学报, 2023, **42**(6): 29-37.
- [2] Ruan Y N, Lv B C, Wang Z Y, Wang Y X, Wang W, Chen J F, Yin M, Chen H, Fu L B. *J. Anhui Agric. Sci.*, 2023, **51**(21): 65-72.
阮彦楠, 吕本春, 王志远, 王应学, 王伟, 陈检锋, 尹梅, 陈华, 付利波. 安徽农业科学, 2023, **51**(21): 65-72.
- [3] Li Z M, Li X Q, Zhang W H, Ji Y N, Sun S Y, Wang S J, An Q R, Li P Y, Zheng N. *Environ. Chem.*, 2021, **40**(11): 3 331-3 343.
李梓萌, 李肖乾, 张文慧, 纪艺凝, 孙思宇, 王素静, 安启睿, 李鹏洋, 郑娜. 环境化学, 2021, **40**(11): 3 331-3 343.
- [4] Wu X Q, Wang F, Wang L. *Guangdong Chem. Ind.*, 2020, **47**(16): 165-167.
吴小琴, 王峰, 王靓. 广东化工, 2020, **47**(16): 165-167.
- [5] Ma J H, Li Y. *Phys. Test. Chem. Anal. Part B*, 2020, **56**(1): 94-96.
马建宏, 李阳. 理化检验(化学分册), 2020, **56**(1): 94-96.
- [6] Zhang Y. *Lab. Test.*, 2024, **2**(3): 38-42.
张珏. 实验室检测, 2024, **2**(3): 38-42.
- [7] Huang Y F. *Geol. Anhui*, 2023, **33**(2): 175-179.
黄依凡. 安徽地质, 2023, **33**(2): 175-179.
- [8] Li X X. *Chem. Eng.*, 2024, **38**(6): 32-34; 63.
李旭霞. 化学工程师, 2024, **38**(6): 32-34; 63.
- [9] Wang J. *Jiangxi Chem. Ind.*, 2024, **40**(3): 49-53.
王佳. 江西化工, 2024, **40**(3): 49-53.
- [10] Xue D S, Li W J, Wang J, Jia L H, Mao Y J, Su B X. *Acta Petrol. Sin.*, 2023, **39**(4): 1 217-1 232.
薛丁帅, 李文君, 王静, 贾丽辉, 毛亚晶, 苏本勋. 岩石学报, 2023, **39**(4): 1 217-1 232.
- [11] Yu Y Y, Li L X, Zhang X H, Wang W, Fang C, Sun L X, Huang R C. *Res. Environ. Eng.*, 2023, **37**(5): 613-619.
余媛媛, 李利霞, 张晓华, 王威, 方超, 孙莉鑫, 黄瑞成. 资源环境与工程, 2023, **37**(5): 613-619.
- [12] Zhao F Q. *Yunnan Metall.*, 2023, **52**(S1): 248-253.
赵奉邱. 云南冶金, 2023, **52**(S1): 248-253.
- [13] Xu W Q, Zhao H N, Liu H, Wang S N, Li B J, Li G W, Xu J H. *China Dairy Ind.*, 2024, **52**(2): 59-64.
许文琪, 赵华楠, 刘华, 王诗凝, 李邦进, 李光伟, 许锦华. 中国乳品工业, 2024, **52**(2): 59-64.
- [14] Yan Y. *Anhui Chem. Ind.*, 2024, **50**(1): 148-154.
严妍. 安徽化工, 2024, **50**(1): 148-154.
- [15] Zheng Q L. *China Res. Compreh. Util.*, 2024, **42**(1): 28-30.
郑秋蕾. 中国资源综合利用, 2024, **42**(1): 28-30.
- [16] Wang S J, Zheng Q Q, Lu S, Chen K Y, Su Q C. *Chin. J. Inorg. Anal. Chem.*, 2023, **13**(12): 1 336-1 341.
王树加, 郑巧清, 卢思, 陈凯悦, 苏秋成. 中国无机分析化学, 2023, **13**(12): 1 336-1 341.
- [17] Zhang X X, Qiu X Y, Wang X, Fan L, Tang S, Wei J S. *Arid Environ. Monit.*, 2021, **35**(4): 159-166.
张晓旭, 邱旭勇, 王星, 范力, 唐诗, 魏峻山. 干旱环境监测, 2021, **35**(4): 159-166.
- [18] Zhao X, Yang Q W, Han J X, Yang Y X, Li H, Peng X G. *China Brew.*, 2017, **36**(3): 165-169.
赵欣, 杨庆文, 韩建欣, 杨宇霞, 李慧, 彭晓光. 中国酿造, 2017, **36**(3): 165-169.
- [19] Xia C B, Cheng X H, Jiang Y, Zhang W J, Chen M G, Zhao W. *Rock Miner. Anal.*, 2024, **43**(2): 247-258.
夏传波, 成学海, 姜云, 张文娟, 陈明桂, 赵伟. 岩矿测试, 2024, **43**(2): 247-258.