

微波消解仪消解水样

方案编号：HM-WB-002

适用仪器：HM-WB 系列微波消解仪

发布日期：2026 年 4 月 30 日

1. 前言

水资源安全是环境保护和公共健康的重要基础。地表水、饮用水等水体中的重金属元素（如铅、镉、砷、汞、铬、铜、锌、镍等）含量是核心监控指标。我国《GB 5749-2022 生活饮用水卫生标准》和《GB 3838-2002 地表水环境质量标准》对各类重金属的限量有严格规定。准确测定水质中的重金属含量，对于环境监测、水源地评估及饮用水安全保障至关重要。

本方案参考《HJ 700-2014 水质 65 种元素的测定 电感耦合等离子体质谱法》等标准，采用微波消解进行样品前处理，以破坏水样中可能存在的有机质络合物、悬浮颗粒物，并使金属元素稳定存在于酸性介质中，为后续仪器分析的准确测定奠定基础。微波消解具有消解完全、速度快、批次处理量大、试剂用量少、空白值低和元素损失风险低的优点。

2. 仪器与试剂

2.1 仪器

微波消解仪，超纯水系统（电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ ），石墨赶酸仪，容量瓶（50 mL），移液器， $0.45 \mu\text{m}$ 水系微孔滤膜，具塞比色管

2.2 试剂

硝酸（ HNO_3 ，优级纯）

实验用水：符合《GB/T 6682-2008》规定的一级水。

3. 实验方法

3.1 水样采集与保存

按相关采样标准采集具有代表性的水样。采样后，通常立即加入优级纯硝酸酸化至 $\text{pH}<2$ （一般每升水样加入 1.5 mL 浓硝酸），以抑制微生物生长并防止重金属离子吸附于容器壁或发生沉淀。于 4°C 冷藏避光保存，尽快分析。

3.2 试样制备

清澈水样：水样清澈，可直接摇匀后量取。若需过滤，使用 $0.45 \mu\text{m}$ 滤膜过滤，弃去初滤液，收集后续滤液。

含悬浮物水样：若测定重金属总量，不过滤，摇匀后直接量取浑浊水样进行消解。

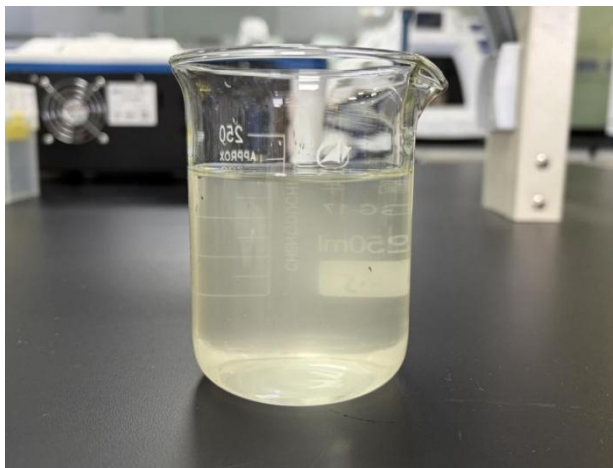


图2 地表水样品

3.3 微波消解

取样：准确量取混匀后的水样 10.0 mL~25.0 mL，置于洗净的微波消解罐中。

加酸：向消解罐中加入 5 mL 硝酸。对于有机质含量较高的水样，可额外加入 1 mL 过氧化氢（ H_2O_2 ，30%）。

预处理：对于取样量较大或有机质含量高的样品，可在通风橱中于赶酸仪上低温（80~100℃）预加热，缓慢蒸发部分水分至剩余约 5~10 mL，以降低消解罐内压力。冷却。

消解：将消解罐盖旋紧，放入微波消解仪中，按以下推荐程序设置：

升温程序	温度（℃）	保持时间（min）
1	150	5
2	180	15

冷却：消解完成后，待消解罐冷却至室温，在通风橱中缓慢打开。此时溶液应澄清（对于过滤水样）或呈均一淡黄色。



图3 地表水消解后状态

定容：将消解液完全转移至 50 mL 容量瓶中，用少量实验用水多次洗涤消解罐内壁，洗涤液合并入容量瓶，最后用水定容至刻度，摇匀，待测。同时制备全程空白样品（用等量实验用水代替水样，执行完全相同的过程）。

4. 方案特点与关键点

4.1 方法优势

适用性广：可有效处理从清洁地表水到成分复杂的工业废水等多种类型水样，释放被颗粒物和有机质结合的重金属。

高效率与安全性：密闭消解避免了开放式湿法消解中酸雾的排放和潜在的元素挥发损失（如砷、硒、汞等需特殊控制条件），处理批量大。

4.2 关键操作要点

取样代表性：水样必须充分摇匀，确保悬浮颗粒分布均匀。采样和保存过程的污染控制是获得准确数据的第一步。

酸度与取样量平衡：取样量大时，初始加酸量需相应增加，并可能需要预赶酸步骤以防止消解时罐内压力过高。

空白与污染控制：所有器皿需用 20%硝酸浸泡 24 小时以上，用超纯水彻底冲洗。

5. 结论

本方案通过量取一定体积水样，加入 5 mL 硝酸，在微波消解系统中按照设定温度程序进行消解，处理后的样品溶液澄清。

6. 参考文献

- [1] HJ 700-2014 《水质 65 种元素的测定 电感耦合等离子体质谱法》[S].
- [2] HJ 776-2015 《水质 32 种元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法》[S].
- [3] HJ 678-2013 《水质 金属总量的消解 微波消解法》[S].
- [4] GB/T 6682-2008 《分析实验室用水规格和试验方法》[S].