土壤中重金属检测前处理方法对比及改进研究

刘红康

山西庆鑫莱科技有限公司　山西　临汾　041000

摘　要：土壤铜、铅、锌具有易吸附、易络合、基质结合性强的特性，常规前处理工艺易出现元素解析不彻底、基体干扰严重、元素残留吸附等问题，导致检测数据偏差较大。本文以四种主流土壤消解技术为研究对象，统一实验参数，量化对比各方法的试剂消耗、消解时长、元素回收率及检测稳定性。针对传统工艺短板，通过优化混酸配比、阶梯温控模式、助剂协同消解及物理辅助技术，构建适配铜铅锌精准检测的复合消解体系。

关键词：土壤；铜铅锌检测；消解前处理；参数优化；效能对比

引言：工矿冶炼、尾气沉降、农业施肥及污水灌溉等活动引发的土壤铜、铅、锌累积污染，对土壤生态平衡、地下水环境与农产品安全构成严重威胁，精准检测土壤铜铅锌含量是土壤污染溯源、风险管控与修复治理的基础。前处理消解是重金属检测的核心关键工序，直接去除土壤基质干扰、释放结合态重金属，最终决定检测数据的准确度与精密度。当前实验室常用消解方法对铜铅锌不同结合形态的适配性差异较大，针对土壤吸附态、络合态铜铅锌的标准化消解参数缺失，易造成元素提取不完全、检测结果失真。为解决实际检测中的技术难题，本文系统开展不同消解方法对比试验，优化前处理工艺参数，旨在建立高效、稳定、低干扰、高回收率的土壤铜铅锌检测前处理技术体系。

1 土壤铜铅锌检测前处理常用方法分类及原理

结合铜、铅、锌易被土壤胶体吸附、易与腐殖质络合、被硅酸盐矿物包裹性强的基质特性，当前实验室常用的四类前处理技术原理与元素适配性差异显著，具体参数特性与应用局限如下。（1）湿法消解与干灰化法：属于传统开放式消解技术。湿法消解采用硝酸-氢氟酸-高氯酸三元混酸体系，依靠持续加热氧化分解土壤有机质、破坏硅铝酸盐矿物晶格，释放吸附态、络合态及晶格结合态铜、铅、锌，设备门槛低、通用性广。但开放式加热环境无压力封闭条件，高温下易出现铅元素轻微流失、锌元素基体吸附残留问题，且试剂用量大、消解周期长、温控难度高，基质干扰去除不彻底，数据波动较大。干灰化法依托马弗炉高温灼烧去除土壤有机质，再经稀酸浸提定容，试剂消耗少、操作简便，但高温灼烧易造成部分易氧化结合态重金属钝化固化，导致铜铅锌提取率偏低，且高温操作易产生盐分残留干扰检测，整体检测精度较差。（2）微波消解与高压密闭消解：属于密闭式高温高压消解技术。微波消解利用微波辐射实现样品与酸液分子级均匀受热，在密闭罐体内部形成恒温高压环境，可精准控制升温速率与消解时长，能够充分破坏土壤胶体结构与矿物包裹体，最大程度释放各类形态铜铅锌，有效降低基质干扰。高压密闭消解通过不锈钢消解罐密闭加压，依托恒定高温高压条件强化矿物解离效果，彻底破坏土壤胶体与矿物包裹结构，高效提取晶格结合态、顽固络合态铜、铅、锌[1]。

2 典型前处理方法的对比实验设计与实施

2.1 实验材料与仪器

本实验严格遵循单一变量原则，统一样品、试剂与仪器条件，保证四种消解方法对土壤铜、铅、锌的检测结果具备横向可比性。实验采用 GBW07401、GBW07404 国家标准土壤质控样品用于方法准确度与稳定性验证；实际样品采自临汾城郊工矿污染区与设施农业用地，采用五点混合采样法，去除杂质后自然风干、玛瑙研磨、过 100 目尼龙筛，避光密封冷藏，全程规避金属器具造成的外源污染。实验所用硝酸、氢氟酸、高氯酸均为优级纯，30%过氧化氢为分析纯，实验用水为 18.25 MΩ · cm 超纯水，所有试剂均经空白校验，无重金属本底干扰。所用仪器包括分析天平、电热消解炉、微波消解仪、高压密闭消解罐、ICP-MS 质谱仪、马弗炉及超纯水机，实验前全部完成计量校准，玻璃器皿经 5%稀硝酸浸泡 24 h 并烘干，有效消除系统误差。

2.2 实验方案设计（含精准试剂用量、消解时长、温控参数）

实验统一称样量 0.2000 g，每组设置 3 组平行样与

2 组空白对照，定容体积 25 mL。湿法消解总混酸用量 9 mL，三段阶梯升温消解，总时长 210 min，180 ℃高温赶酸定容。干灰化法样品 500 ℃恒温灼烧 4 h，稀硝酸水浴浸提定容，全程 330 min。高压密闭消解混酸用量 6 mL，梯度升温分段保温消解，低温赶酸，总时长 300 min。微波消解试剂用量仅 4.5 mL，采用 800 W 阶梯升温程序，分段恒温消解，总时长仅 60 min，为四种方法中效率最高、试剂消耗最少的工艺。实验同步开展铜、铅、锌加标回收试验，结合样品实际浓度梯度设置加标水平，通过回收率与相对标准偏差量化对比各消解方法的检测精度与稳定性[2]。

3 不同前处理方法的综合效能对比分析

3.1 消解提取效率与铜铅锌回收率对比

基于标准化实验数据，以铜、铅、锌加标回收率、平行样相对标准偏差、复杂基质适配性为核心指标，量化评价四种方法的消解效能，具体数据差异显著。

微波消解对土壤铜铅锌提取效果最优，土壤铜回收率稳定在 93.2%～97.8%，铅回收率稳定在 94.5%～98.1%，锌回收率稳定在 95.1%～98.5%，平行样 RSD ≤ 2.1%。密闭微波环境可高效破除土壤胶体吸附与有机质络合作用，短时间高温高压可彻底破坏土壤有机质与矿物结构，完全释放各类形态铜铅锌，对高有机质、高黏土复杂土壤基质适配性极强，是铜铅锌精准检测的最优基础方法。

高压密闭消解效能次之，铜回收率 89.6% ~ 94.3%，铅回收率 91.2% ~ 95.7%，锌回收率 90.8% ~ 96.2%，平行样 RSD ≤ 3.5%。密闭体系可有效规避基质干扰与元素残留，但升温速率慢、低温预消解不充分，部分顽固矿物结合态重金属解离不完全，回收率略低于微波消解，但数据稳定性优于传统湿法消解。

湿法消解受开放式环境、基质残留与高温赶酸影响，元素解析不彻底、吸附损耗明显，铜回收率仅 65.3% ~ 78.9%，铅回收率 72.1% ~ 83.5%，锌回收率 70.5% ~ 81.2%，平行样 RSD 高达 6.2% ~ 9.8%，数据波动极大。开放式消解无法彻底去除土壤胶体干扰，部分重金属吸附于残渣表面难以洗脱，是湿法检测铜铅锌数据偏低、误差超标的核心原因，仅可满足土壤重金属粗略筛查需求。

干灰化法不适用于精准检测土壤铜铅锌，500℃高温灼烧易造成部分重金属组分钝化固化、轻微氧化流失，铜回收率不足 70%，铅回收率仅 35.6%～48.2%，锌易受盐分干扰损耗，回收率 40.2%～52.7%，检测精度差、误差极大，数据完全不具备精准定量参考价值，仅适用于低精度重金属筛查场景。

针对高有机质工矿污染土壤，湿法、干灰化法均存在有机质消解残留、矿物包裹元素提取不完全、基质干扰严重等问题，而微波与高压密闭消解可彻底解离络合态、吸附态及晶格结合态铜铅锌，无残渣残留、基质干扰低，复杂基质适配性显著优于传统方法。

3.2 试剂消耗、消解时长与能耗成本对比

结合实验固化的试剂用量、消解总时长、设备能耗参数，横向对比四种方法的实操成本，量化数据如下：（1）试剂消耗方面：湿法消解混酸总用量 9mL/样，试剂消耗量最大，且开放式加热酸液挥发损耗率达 35% 以上，实际试剂冗余消耗极高；干灰化法仅后续浸提使用少量稀硝酸，试剂成本最低；高压密闭消解混酸用量 6mL/样，试剂利用率提升 40%；微波消解试剂用量仅 4.5mL/样，酸液利用率超 90%，试剂消耗与耗材成本最优。（2）消解时长方面：微波消解总时长 60min，效率远超其他方法，适配大批量样品快速检测；湿法消解单次 210min；高压密闭消解单次 300min；干灰化法耗时最长，单次 330min，检测效率极低。（3）能耗成本方面：干灰化法马弗炉长时间高温灼烧，单位样品能耗最高；湿法消解持续开放式加热，能耗次之；高压密闭消解恒温能耗适中；微波消解短时高效加热，能耗最低，批量检测综合成本优势显著。

3.3 操作安全性与人员风险对比

湿法消解全程敞开式高温加热，高浓度硝酸、氢氟酸持续挥发，产生大量腐蚀性有毒烟气，操作人员长期暴露存在灼伤、呼吸道损伤风险，且赶酸阶段温度可控性差，易出现爆沸、喷溅隐患，安全风险最高。干灰化法高温灼烧过程无强酸挥发，但马弗炉高温操作易出现烫伤风险，且重金属提取精度不足，实用价值有限。

高压密闭消解全程密闭反应，无强酸烟气挥发，操作流程稳定，仅罐体泄压阶段存在轻微压力风险，人员暴露风险中等。微波消解自动化程度高，全程程序化运行，人工干预仅为装样、卸样，密闭无挥发、无喷溅风险，安全性最优，仅违规超量装样会引发轻微超压隐患，规范操作下风险可完全规避。

3.4 环境绿色度与污染排放评估

基于绿色化学评价标准，从废液、废气、能耗三个维度评估方法环保性：湿法消解试剂用量大、废液产量多，废液含高浓度强酸与残留重金属污染物，中和处理难度大，二次污染风险最高，绿色度最差。干灰化法废

液产量少，但高温灼烧产生大量含硫、含碳废气，无废液污染但存在大气排放问题，绿色度中等。

高压密闭与微波消解试剂利用率高，废液排放量较湿法降低 50％以上，废液组分简单、重金属污染物浓度可控，无害化处理简便，且全程密闭无酸性废气与重金属挥发排放，资源消耗低、环境污染小，契合生态环境监测低碳绿色的发展要求，绿色等级最优[3]。

4 前处理方法的改进策略与技术优化

4.1 针对铜铅锌检测短板的精准参数优化

针对传统前处理铜铅锌解析不彻底、基质干扰强、元素吸附损耗大、参数不规范的核心问题，结合固化的试剂用量与时长参数，开展针对性优化。（1）差异化混酸配比优化。针对高有机质土壤（有机质含量＞5％），优化微波消解体系为硝酸 3.5mL+ 氢氟酸 1mL，提升硝酸占比强化有机质氧化裂解，破除腐殖质与重金属络合结构，避免有机质包裹铜铅锌元素；针对高矿物黏土土壤，调整配比为硝酸 3mL+ 氢氟酸 2mL，强化硅铝酸盐矿物结构破坏，充分释放晶格结合态铜铅锌。彻底摒弃传统过量混酸体系，在保障消解效果的同时降低试剂消耗与废液污染。（2）分段阶梯温控控时优化。针对铜铅锌易吸附、易钝化的特性，改良所有消解方法的升温程序，增设低温预消解阶段。湿法消解优化为：室温预消解 40min、110℃恒温 70min、150℃恒温 80min、160℃低温赶酸，摒弃 180℃高温赶酸，减少重金属钝化与器壁吸附损耗；微波消解优化四段精准程序，延长低温稳定时长，精准控温促进络合物逐步解离，彻底消除基质干扰，提升元素提取均匀度。

4.2 低耗高效复合消解体系构建

在优化酸配比、温控、时长参数的基础上，构建适配土壤铜铅锌检测的助剂协同复合消解体系，实现效率与精度双重提升。在标准微波、高压消解混酸体系中，添加 0.5mL30％过氧化氢作为氧化助剂，辅助氧化土壤残留腐殖质与有机络合物，加速有机结合态铜铅锌解离，可缩短整体消解时长 15％～20％，同时降低消解所需最高温度，避免重金属高温钝化。添加微量 EDTA 络合助剂，可稳定游离态铜、铅、锌离子，避免其吸附于土壤残渣或容器壁，有效降低元素损耗，显著提升元素提取回收率与检测稳定性。

4.3 物理辅助消解新技术的耦合应用

为进一步解决复杂基质土壤铜铅锌消解不彻底、基质干扰强的问题，引入物理辅助技术，构建化学消解 + 物理辅助的复合前处理模式。（1）超声辅助预处理耦合技术。在酸消解前增设超声预处理工序，将称样加酸后的样品置于超声波清洗器中，40℃、300W 超声震荡 15min，利用超声空化效应打破土壤颗粒团聚结构，破除胶体吸附作用，促进酸液与土壤基质充分接触，提前解离表层吸附态铜铅锌。该预处理可缩短后续微波、湿法消解时长 20％，提升难消解土壤元素提取均匀度，降低平行样检测偏差。（2）紫外光催化辅助消解技术。针对高有机质土壤有机结合态铜铅锌难解离的问题，引入常温紫外光催化技术，消解前紫外光照 20min，产生强氧化性自由基，高效降解难分解腐殖质，彻底破除重金属-有机质络合结构，常温反应无重金属钝化损耗风险，可有效弥补传统高温消解的短板，适配复杂有机质土壤的铜铅锌精准检测，具备极强的实验室推广价值[4]。

结束语：本文通过多组对照实验系统对比四类土壤消解工艺的应用差异，明确了密闭消解技术在铜铅锌检测中的精度与实操优势，针对性优化了混酸配比、温控程序及助剂、物理辅助耦合工艺。优化后的复合消解体系有效弥补了传统前处理的技术缺陷，兼顾检测精准度、作业效率与环保性，可为土壤铜铅锌批量精准检测提供标准化技术参考，也为土壤重金属检测前处理工艺的规范化升级提供新思路。

参考文献

[1] 王宣东. 土壤重金属污染检测中样品前处理技术的优化与标准化研究 [J]. 皮革制作与环保科技,2026,7(5):180-182.

[2] 杜晓. 土壤中重金属镉快速提取检测方法优化研究 [J]. 实验室检测,2026,4(4):9-12.

[3] 郑海芳, 田翠, 刘霜, 等. 土壤中不同重金属元素前处理和检测方法探讨 [J]. 四川农业科技,2025,(7):55-57.

[4] 梅元妹. 土壤环境检测中的重金属检测方法优化策略研究 [J]. 皮革制作与环保科技,2026,7(12):143-145.