**重金属形态分析流程简介**

**形态分析**（Cu、Pb、Zn、Co、Ni、Cd、Cr、Mn、Mo、As、Sb、Hg、Se）

**1 水溶态：**称取100目样品2.5000g于250mL聚乙烯烧杯中，准确加入25mL蒸馏水（煮沸、冷却、调 PH=7）摇匀，置于己放入水的超声波清洗器中，于频率为40KHz超声30min。取出，在离心机上于4000r/min离心20min。 将清液用孔径为0.45µm滤膜过滤，滤液用25mL比色管承接，待分析。向残渣中加入约100mL 水洗沉淀后，于离心机上4000r/min离心10min，弃去水相，留下残渣。

**2 离子交换态：**向4.1残渣中准确加入25mL氯化镁溶液,摇匀，置于己放入水的超声 27 波清洗器中，于频率为40KHz超声30min。取出，在离心机上于4000r/ min离心20 min。将清液倒入25mL比色管中，待分析。向残渣中加入约100mL蒸馏水洗沉淀后，于离心机上4000r/ min离心10min，弃去水相，留下残渣。

2.1 分取5mL清液于10mL比色管中，加0.5mL HCl，蒸馏水定容至刻度，摇匀。用于ICP-OES 法分析Cu、Pb、Zn、Mn、Co、Ni、Cd、Cr、Mo。

2.2 分取10mL清液于25mL比色管中，加5mL HCl，蒸馏水定容至刻度，摇匀。用于AFS法分析As、Sb、Hg、Se。

**3 碳酸盐结合态：**向4.2残渣中准确加入25mL 醋酸钠溶液，摇匀，于频率为40KHz 的超声波清洗器中超声1h。 取出，在离心机上于4000r/min 离心 20 min。将清液倒入25mL 比色管中，待分析。向残渣中加入约100mL蒸馏水洗沉淀后，于离心机上4000r/min离心10min，弃去水相，留下残渣。

3.1 分取5mL清液于10mL比色管中，加0.5mL HCl，蒸馏水定容至刻度，摇匀。用于ICP-OES 法分析Cu、Pb、Zn、Mn、Co、Ni、Cd、Cr、Mo。

3.2 分取 10mL 清液于25mL比色管中，加5mL HCl水定容至刻度，摇匀。用于AFS法分析 As、Sb、Hg、Se。

**4 腐殖酸结合态：**向4.3残渣中准确加入50mL焦磷酸钠溶液，摇匀，于频率为40KHz 的超声波清洗器中超声40min取出，放置2h，在离心机上于4000r/min离心20min。将清液倒入50mL比色管中，待分析。向残渣中加入约100mL蒸馏水洗沉淀后，于离心机上4000r/min 离心10min，弃去水相，留下残渣。

4.1 分取 10mL 清液于50mL烧杯中，加5mL HNO3、1.5mL HClO4，盖上表面皿，于电热板上加热蒸至HClO4白烟冒尽。取下，加入1mL HCl，水洗表面皿，加热溶解盐类，取下，冷却，定容10mL比色管，摇匀。用于ICP-OES法分析Cu、Pb、Zn、Mn、Co、Ni、Cd、Cr、 Mo。

4.2 分取 25mL 清液于50mL烧杯中，加15mL HNO3、3mL HClO4，盖上表面皿，于电热板上加热蒸至冒HClO4 白烟，如溶液呈棕色，再补加5mL HNO3,加热至冒HClO4浓白烟，至溶液呈无色或浅黄色，取下，趁热加入5mL HCl，水洗表面皿，低温加热溶解盐类， 取下，冷却，定容25mL比色管，摇匀。用于AFS法分析As、Sb、Hg、Se。

**5 铁锰氧化物结合态：**向4.4残渣中准确加入50mL盐酸羟胺溶液，摇匀，于频率为40KHz的超声波清洗器中超声1h。取出，在离心机上于4000r/min离心20min。将清液倒入50mL比色管中，待分析。用 50mL 蒸馏水将沉淀转移到50mL离心管中，于转速为4000r/min的离心机上离心10min，弃去水相，反复洗2次，留下残渣。

5.1 分取10mL清液于比色管中，用ICP-OES法分析Cu、Pb、Zn、Mn、Co、Ni、Cd、Cr、Mo。

5.2 分取20mL清液于25mL比色管中，加5mL HCl摇匀。用AFS法分析As、Sb、 Hg、Se。

**6 强有机结合态**：向4.5残渣中准确加入3mLHNO3、5mLH2O2，摇匀，在83℃±3℃ 恒温水浴锅中保温1.5h。取下，补加3mLH2O2,继续在水浴锅中保温1小时10min。取出冷却至室温后，加入醋铵-硝酸溶液2.5mL，并将样品稀释至约25mL，搅拌1min。在温度为 25℃±5℃条件下放置10h或过夜，于转速为4000r/min的离心机上离心20min，将清液倒入50mL比色管中，用蒸馏水稀 释至刻度，摇匀，待分析。残渣中加入约20mL蒸馏水洗沉淀后，于转速为4000r/min的离心机上离心10min，弃去水相，重复一次，留下残渣。

6.1 分取25mL清液于50mL烧杯中，加10mLHNO3、1mLHClO4，盖上表面皿，于电热板上低温加热至近干，高温冒浓白烟近尽。取下，趁热加 5mL HCl，水洗表皿，低温加热至盐类溶解，取下冷却，水定容25mL，摇匀。

6.2 分取5mL溶液于10mL比色管中，用ICP-OES法分析Cu、Pb、Zn、Mn、Co、 Ni、Cd、Cr、Mo。

6.3 分取 20mL 清液于 25mL 比色管中，加入5mL HCl，水定容，摇匀。用于AFS 法 分析As、Sb、Hg、Se。

6.4 于剩下的溶液（4.6.1）中加入5mL HCl，留测Se。

**7 残渣态：**

7.1 将4.6残渣风干，磨细、称重。算出校正系数d。称取0.2000g 样品于聚四氟乙烯坩埚中，水润湿，加盐酸、硝酸、高氯酸混合酸（1+1+1）5mL，氢氟酸5mL，于电热板上加热蒸至高氯酸白烟冒尽。取下，加3mL HCl，冲洗坩埚壁，电热板上加热至盐类溶解，取下冷却，定容25mL比色管，摇匀。ICP-OES法分析Cu、Pb、Zn、Mn、Co、Ni、Cd、Cr、Mo。

7.2 称取风干残渣0.2000g于50mL烧杯中，水润湿，加20mL王水，盖上表皿，电热板上加热蒸至5mL左右，取下冷却，吹洗表皿，加10mL HCl，移至50mL比色 管中，定容至刻度，摇匀。用于AFS法分析As、Sb、Hg。

7.3 称取风干残渣0.2000g于50mL烧杯中，水润湿，加15mL HNO3、3mL HClO4， 电热板上加热至冒HClO4 浓白烟2分钟左右，取下，加5mL HCl，于电热板上低温加热至微沸，取下冷却，定容25mL比色管，摇匀。用于AFS法分析Se。