

1. 测土壤样品重金属的消化方法步骤:

称取土壤试样约 0.1250g 于消化罐中, 加 1:1HNO₃:HF10 ml (HNO₃ 优级纯), 然后微波消解, 程序如下:

temp	205	100	100	100
ramp	1	1	1	1
time	20	3	0	0

消解结束后, 冷却, 移出至 50 ml TFL (聚四氟乙烯) 坩埚(无盖)中, 在电热板 (调压变压器控制 175V-200V, 根据让样品冒白烟而定)上蒸至粘稠状呈浅棕色。

再加 2 ml 高氯酸, 蒸至粘稠状。再加 1:1HNO₃ : 蒸馏水 4 ml 和 H₂O₂ 250 ul 于 100°C (175V-200V) 左右加热至溶液清亮、透明, 蒸干。拿下坩埚, 趁热加 1N HCl 5 ml, 使之溶解。然后移入刻度试管中, 用去离子水定容至 25 ml。

2. 测植物样品重金属的消化方法步骤:

称取植物样品 0.2000-0.2500 g (有机质含量高时称约 0.2000 g, 有机质含量低时称约 0.2500 g) 于消化罐中, 加优级纯浓 HNO₃ 5 ml, 然后微波消解, 程序如下:

temp	160	200	100	100
ramp	2	2	1	1
time	5	18	3	0

消化结束后, 冷却, 将消化液移入刻度试管中, 用去离子水定容至 25 ml。

3. 测土壤样品中六六六、滴滴涕的方法步骤:

(1) 提取

称 60 目风干土样约 20.00 g 于纸筒中, 加 1:1 丙酮/石油醚 60-100 ml (气温低时加约 60 ml, 气温高时增至约 80 ml), 其中 30 ml 左右加在索氏提取器中, 浸泡 12 小时。剩余的机溶液加在 150 ml 烧瓶中。然后在 70 °c 左右水浴中回流 6 小时, 冷却后, 将提取液移入有 300 ml 分液漏斗中, 并用少许丙酮冲洗提取器及烧瓶 2-3 次, 将洗液并入分液漏斗中, 然后加 50 ml 2%Na₂SO₄, 振摇 1min, 静止分层后, 弃去下层丙酮水溶液, 留下上层石油醚提取液待净化。

(2) 净化

向分液漏斗中加浓硫酸 (约是石油醚提取液体积的 1/10), 先慢慢振摇, 不断放气, 然后再剧烈振摇, 静止分层后, 弃去硫酸层, 按上述步骤重复 2-3 次, 直至石油醚提取液二相界面清晰均呈无色透明为止。然后向弃去硫酸层的石油醚提取液中加入 50 ml 2%Na₂SO₄, 振摇放气, 静止分层后弃去水层, 如此重复 2-3 次至提取液呈中性。最后将石油提取液经装有无水硫酸钠的漏斗脱水, 定容至 25 ml 容量瓶中, 供气相色谱测定。

(3) 色谱测定

A 色谱条件

色谱柱温: 120°C 保留 3 min, 然后每分钟升 5 °C, 升至 260°C, 保留 3 min

检测器温度: 280°C

进样器温度: 240°C

色谱柱: HP-1, 0.32 mm*30 m

B 测定步骤

用注射器取 2 ul 提取液进样，根据八种成分的出峰顺序和保留时间，和混标的峰相比，再利用样品和混标中对应成分的浓度比等于其峰高比，得出样品提取液中各成分的浓度。

提取液中各成分浓度(mg/L)=样品的峰高/标样的峰高*标样的浓度(mg/L)

(4) 结果计算

根据称样量和提取液的定容体积，将提取液中各成分浓度转化为其在土壤样品中的含量。

土壤样品中各成分浓度(mg/kg)=提取液中各成分浓度(mg/L)*定容体积(ml)/称样量(g)