

## 微波消解仪在重金属检测前处理中的实用技术优化与应用研究

李德来

湖南省新邵县市场监督检验检测所 湖南新邵

**【摘要】**样品前处理是重金属检测流程中的关键核心环节，其操作规范性与技术水平直接决定了检测数据的精准度与可信度。相较于传统电热板消解、干法灰化等手段，微波消解仪凭借其密闭高压、内源加热、高效低耗及低污染等独特优势，有效弥补了传统方法的诸多短板，现已成为环境、食品、地质等多领域重金属分析的标配前处理技术。本文立足于一线实验室实操场景，紧扣现代检测行业“高效、精准、绿色、安全”的发展理念，系统剖析了微波消解的工作原理，重点探讨了多基质样品的预处理方案、关键消解参数的优化路径及全流程质量控制体系。研究旨在提炼可直接落地的技术操作规范与避坑指南，为检测人员提升工作效率、保障数据质量提供技术支撑，助力重金属检测工作的规范化与标准化发展。

**【关键词】**微波消解仪；重金属检测；样品前处理；基质适配；质量控制；实操技术

**【收稿日期】**2026 年 3 月 20 日 **【出刊日期】**2026 年 4 月 15 日 **【DOI】**10.12208/j.jafs.20260005

### Research on practical technique optimization and application of microwave digestion in heavy metal detection pretreatment

Delai Li

Xinshao County Market Supervision Inspection and Testing Institute, Hunan Province, Xinshao, Hunan

**【Abstract】** Sample pretreatment is a crucial core step in the heavy metal detection process, and its operational standardization and technical level directly determine the accuracy and reliability of the detection data. Compared with traditional methods such as hot plate digestion and dry ashing, microwave digestion, with its unique advantages of closed high pressure, internal heating, high efficiency, low consumption, and low pollution, effectively makes up for many shortcomings of traditional methods and has now become the standard pretreatment technology for heavy metal analysis in many fields such as environment, food, and geology. This paper, based on practical laboratory scenarios and adhering to the development concept of “high efficiency, accuracy, greenness, and safety” in the modern testing industry, systematically analyzes the working principle of microwave digestion, focusing on the pretreatment schemes for multi-matrix samples, the optimization path of key digestion parameters, and the whole-process quality control system. The research aims to extract directly applicable technical operation specifications and pitfall avoidance guidelines, providing technical support for testing personnel to improve work efficiency and ensure data quality, and contributing to the standardization and normalization of heavy metal detection work.

**【Keywords】** Microwave digestion system; Heavy metal detection; Sample pretreatment; Matrix adaptation; Quality control; Practical techniques

#### 引言

现阶段，重金属污染防控已成为环境监测、食品安全、工业品质控及地质勘探等领域的重要工作内容。其中，铅、镉、砷、汞、铬等特征重金属的含量测定，是各类检测项目的强制性指标。在整个检测链条中，样品前处理虽属基础环节，却被誉为检

测工作的“咽喉”，其最终结果直接影响后续仪器分析的准确性与数据的可比性。

传统消解手段，如电热板消解与干法灰化，普遍存在耗时耗力、试剂消耗量大、易造成汞、砷等易挥发元素损失及交叉污染风险高等弊端，难以满足现代实验室大批量、高频率、高精度的检测需求。微

波消解技术依托高频微波辐射驱动极性分子高速震荡,实现内源瞬时加热,配合密闭高压环境,可快速彻底分解样品基质,将重金属转化为可溶性离子态。该技术既能最大限度保留易挥发组分,又能有效隔绝外界污染,完美契合了现代检测行业的发展理念。本文结合主流仪器性能与最新行业规范,摒弃繁琐理论,聚焦全流程实操细节,旨在为职称评审及日常检测工作提供专业、实用的技术解决方案。

## 1 微波消解重金属前处理核心原理与技术优势

### 1.1 核心工作原理

微波消解仪利用高频微波辐射场,使消解罐内的酸性消解液分子发生高速极性震荡,通过分子间摩擦产生内源瞬时热能。与传统外部传导加热不同,内源加热受热均匀、反应剧烈且热效率高。配合密闭高压环境,能迅速破坏样品的有机骨架与无机晶格结构,实现固态重金属到可检测离子态的完全转化,同时有效锁定挥发性元素,从根源上解决了传统前处理技术的痛点。

### 1.2 技术应用优势

高效快捷,提升通量:单批样品处理时间大幅缩短,告别传统数小时的等待,轻松应对大批量、高频率的检测任务,显著提升实验室整体工作效率。

绿色低碳,严控成本:试剂用量较传统方法减少80%以上,既降低了试剂空白对检测结果的干扰,又减少了废液处置成本,兼具环保效益与经济效益。

密闭可控,保障精准:全程密闭操作杜绝交叉污染,结合智能温压实时监控系统,检测结果的精密密度、准确度与溯源性均能满足严格的国标要求,

数据更具说服力。

## 2 微波消解重金属前处理全流程实操技术

### 2.1 仪器与试剂的精细化准备

实验前从源头把控误差风险。仪器方面,选用高通量微波消解·萃取·合成工作站。辅助设备需包含赶酸仪、万分之一精度电子分析天平及聚四氟乙烯器皿,严禁使用玻璃器皿,以防止重金属离子吸附造成偏差。

试剂选用默克优级纯硝酸、双氧水;实验用水为 $18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ 超纯水。所有试剂需现配现用,避免长时间存放引入污染,确保试剂空白符合检测要求。

### 2.2 多基质样品预处理要点

不同基质样品的理化性质差异显著,直接消解易导致消解不完全、爆罐或压力异常。因此,针对性预处理是关键:食品/农产品:充分均质,生鲜样品建议冷冻脱水,高油脂样品需提前脱脂,严格控制称样量以避免消解过载。

### 2.3 称样加酸与体系优化

称样环节需严守“少量多次、安全优先、基质适配”的原则,切忌盲目加大称样量,否则不仅会导致消解不彻底,还会引发罐内压力骤升带来安全隐患。结合多年实操经验,常规样品称样量控制在 $0.1\sim 0.5\text{g}$ 为宜,特殊难溶样品可酌情下调。

加酸体系的配比是消解成败的核心,针对不同基质优化酸液组合,既能保证消解彻底,又能避免试剂浪费。加酸后需静置预消解半小时,易起泡、有机质含量高的样品可延长至1小时,充分释放初始气体,防止微波升温阶段压力骤增。

表1 不同基质样品的推荐消解酸体系及操作要点

样品类型	推荐酸体系配比	适用检测重金属	实操备注
食品/农产品	硝酸:双氧水=8:1(总量8~10mL)	铅、镉、铜、锌、砷	氧化彻底无残留,同批消解试剂应同类、同量,初始状态一致

### 2.4 消解程序设定与实操

消解程序的设定直接影响消解效果与仪器使用寿命,盲目升温、恒温时长不合理,极易出现消解不彻底、能耗过高或罐体损坏等问题。结合主流仪器性能与多基质样品特性,采用梯度升温、分段保温、缓慢冷却的模式,兼顾消解效率、安全性与普适性,新手也可直接套用,无需反复调试参数。

具体程序设置为:第一阶段,5分钟内匀速升温至 $120^{\circ}\text{C}$ ,保温5分钟,初步分解样品有机质,释放

部分气体;第二阶段,4分钟内升温至 $180^{\circ}\text{C}$ ,保温10分钟,强化氧化分解力度,逐步瓦解样品基质;第三阶段,5分钟内升温至 $210^{\circ}\text{C}$ ,保温25~30分钟,确保样品完全消解、重金属充分溶出;最后自然降温至 $60^{\circ}\text{C}$ 以下,再开盖排气,严禁高温开盖。针对汞、砷等易挥发元素,需将最高温度降至 $190^{\circ}\text{C}$ ,适当延长保温时间,全程密闭操作减少元素流失。

### 2.5 赶酸定容与待测处理

消解完成后,将消解罐转移至赶酸仪,控制温

度在 150~180℃ 恒温赶酸至近干,切忌完全蒸干,避免重金属离子黏附罐壁造成回收率偏低。冷却至室温后,用 1%硝酸溶液定容至刻度,摇匀待测。若消解液中含氢氟酸,需加入饱和硼酸溶液络合,防止腐蚀后续仪器。

### 3 质量控制与实操风险防控

#### 3.1 全流程质量管控方案

为保证检测数据的准确性与可比性,微波消解全过程需落实规范化质量控制措施,每一批次样品同步开展质控校验,杜绝无效数据产生。每批样品必须设置试剂空白试验,空白值需低于方法检出限,排除试剂、器皿带来的污染干扰;按照一定比例设置平行样,平行样测定结果的相对偏差需控制在合理范围,确保操作重复性达标;开展高低浓度加标回收试验,常规重金属回收率控制在 90%~110%,易挥发元素可适度放宽;定期选用对应基质的有证标准物质进行验证,测定值需落在标准值不确定度范围内,保障检测结果溯源可靠。

#### 3.2 常见问题排查与解决

实操过程中难免遇到各类突发问题,掌握快速排查技巧,可有效提升工作效率、避免损失。若出现消解不完全、消解液有残渣的情况,可适当加大酸液用量、延长保温时间,硅酸盐基质务必添加氢氟酸;若发生爆罐或压力超标,多为称样量过大、预消解不充分所致,需减少称样量、延长预消解时长,严控升温速率;若检测回收率偏低,多是赶酸过度、器皿吸附或易挥发元素流失导致,需严控赶酸温度、避免蒸干,选用惰性材质器皿;空白值偏高则多为试剂纯度不够、器皿清洗不彻底,需更换优级纯试剂,器皿经浸泡清洗后烘干使用。

#### 3.3 仪器维护与安全操作规范

微波消解仪属于高压精密设备,日常维护与规范操作是保障设备寿命与人员安全的关键。消解罐每次使用后需及时清洗、浸泡、烘干,定期检查罐体密封性与完好度,老化、开裂的罐体及时更换;微波腔体定期清洁除尘,温压传感器按时校准,确保监控数据精准;操作全程在通风橱内进行,操作人员佩戴防护手套、护目镜,严格按照仪器规程操作,严禁超压、超温、过载运行。

### 4 技术应用优势与推广价值

在重金属检测需求日益激增、质控标准持续收紧的当下,微波消解前处理技术的应用价值愈发凸

显,相较于传统方法,其核心竞争力体现在四大方面:

#### 4.1 检测通量更高

单次可同步处理多个样品,大幅缓解实验室大批量样品积压的难题,提升整体检测效率。

#### 4.2 数据质量更稳

密闭环境+精准温压控制,大幅降低人为误差与外界污染,检测结果重复性、再现性优异,完全满足评审、抽检、溯源等各类场景要求。

#### 4.3 运维成本更低

试剂耗材损耗少、废液排放量小,既降低了实验室运营成本,又契合绿色检测的发展理念。

#### 4.4 基质适配性更广

通过参数微调可覆盖多领域复杂样品,通用性极强。

优化微波消解重金属前处理技术,不仅能够提升实验室检测工作的整体水平,更能为食品安全监管等工作提供精准、可靠的数据支撑,具备极强的实操价值与推广意义,值得在各类检测实验室普及应用。

### 5 结论

本文立足于一线实操需求,系统构建了微波消解重金属前处理的技术体系。通过对多基质样品预处理、酸体系优化、消解程序设定及质量控制等关键环节的深入研究,形成了一套可直接复制落地的规范化操作流程。该方案有效解决了传统前处理效率低、数据不稳、操作繁琐的行业痛点,充分验证了微波消解技术在高效、精准、安全方面的核心优势。研究成果可为日常检测工作提供有力支撑,后续可结合特殊基质样品进一步优化参数,推动重金属前处理技术不断完善。

### 参考文献

- [1] 国家生态环境部. HJ 1315-2023 土壤和沉积物 金属元素总量的测定 微波消解-电感耦合等离子体质谱法[S]. 北京:中国环境科学出版社,2023.
- [2] 国家卫生健康委员会. GB 5009.26-2016 食品安全国家标准 食品中铅、镉、砷、汞、铬、铜、锌的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2016.
- [3] 张义春. 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[J]. 化学试剂,2025,47(02):112-117.

- [4] 王倩. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法同时测定土壤中 11 种金属元素[J]. 微量元素与健康研究,2025, 42(01):54-57.
- [5] 国家市场监督管理总局. GB/T 23947.1-2021 无机化工产品 砷测定的通用方法 第 1 部分:二乙基二硫代氨基

甲酸银分光光度法 [S]. 北京:中国标准出版社,2021.

**版权声明:** ©2026 作者与开放获取期刊研究中心(OAJRC)所有。本文章按照知识共享署名许可条款发表。

<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



**OPEN ACCESS**