ICP- AES 法测定固体废物中 22 种金属元素的含量

ICP-134

摘要： 参考环境标准 HJ 781-2016《固体废物 22 种金属元素的测定电感耦合等离子体发射光谱法》，使用岛津公司 ICPE-9820 全谱直读型电感耦合等离子体发射光谱仪同时测定固体废物尾矿渣中 Cu、Fe、Mg、Ti 等多种金属元素含量，并通过加标回收率实验对方法进行验证。实验结果表明，该方法操作简单，定量准确，可满足固体废物中 22 种元素的含量分析。

关键词： 固体废物 ICP-AES 金属元素

随着人类工业和社会的发展，越来越多的重金属被释放到环境中，造成污染事故频发。其中，电子废弃物、冶金废物、城市生活垃圾、受污染的土壤和沉积物等固体废物是环境中重要的重金属污染源。因此，准确测定固体废物中的金属元素含量，对固体废物的处置方式选择及土壤环境的再修复有着重要的实际意义。国家卫生部和环境保护部不断发布新标准持续完善和规范固体废物中重金属的检测方法。ICP-AES 用于金属元素分析，具有灵敏度高、线性范围宽、测试速度快、可同时测定多元素等优点。

本文参考 2016 年 3 月 1 日实施的环境标准 HJ 781-2016《固体废物 22 种金属元素的测定电感耦合等离子体发射光谱法》采用岛津全新全谱直读型电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820，测定了固体废物尾矿渣中的 22 种金属元素含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用的 HCl、HNO_3 和 H_2O_2 等试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

样品：实验样品由湖南省郴州市环境监测站提供

称取 0.25 g 试样置于微波消解罐中，用少量水润湿后加入 9 mL 浓硝酸、2 mL 浓盐酸及 2 mL 过氧化氢，预消解 15 min 后，盖上消解罐盖，放入微波消解仪中按照设定程序消解。消解结束后冷却，取出。置于电热板上 200℃加热赶酸至溶液约剩 2~3 mL，取下冷却后将消解液转移至 25 mL 容量瓶中，用超纯水定容至刻线，摇匀，待测。同法进行加标回收率实验。

1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向/径向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

结果讨论

2.1 标准曲线溶液配制

配制介质为 5% HNO_3 的 Ag、Al、Ba、Be、Ca、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、K、Mg、Mn、Na、Ni、Pb、Sr、Ti、V、Tl、Sb 和 Zn 元素不同浓度标准溶液于 50 mL 容量瓶中，配制浓度如表 2 所示。

表2　多元素标准溶液浓度及波长

元素	波长 (nm)	标准曲线浓度(mg/L)				
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4
Ag	328.068	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
Ba	455.403	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
Be	234.861	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
Ca*	393.366	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
Cd	228.802	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
Cr	267.716	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
Cu	324.754	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
Fe	259.940	0.00	0.50	1.00	2.00	4.00
K	769.896	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
Mg*	279.553	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
Na	588.995	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
Pb	216.999	0.00	0.50	1.00	2.00	4.00
Sr	421.552	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
Ti	334.941	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
V	311.071	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
Tl	190.864	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00
Sb	206.833	0.00	0.25	0.50	1.00	2.00

元素	波长 (nm)	标准曲线浓度(mg/L)				
		Blank	STD5	STD6	STD7	STD8
Al*	396.153	0.00	10.0	25.0	50.0	100.0
Co*	238.892	0.00	10.0	25.0	50.0	100.0
Mn*	260.569	0.00	10.0	25.0	50.0	100.0
Ni*	341.476	0.00	10.0	25.0	50.0	100.0
Zn*	213.856	0.00	10.0	25.0	50.0	100.0

注：*为径向观测

2.2 部分元素标准曲线如下

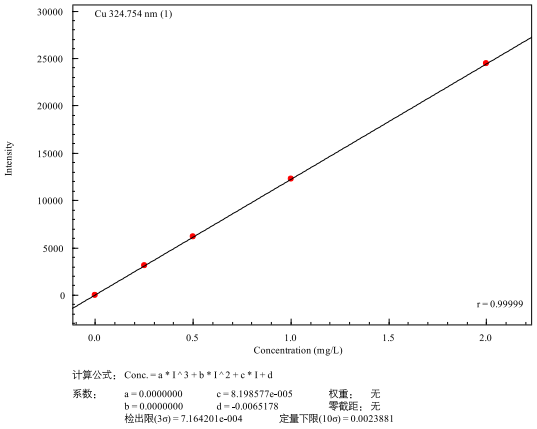

图1 Cu元素的标准曲线

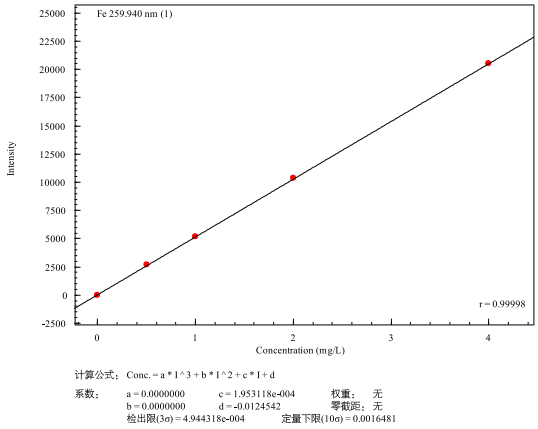

图2 Fe元素的标准曲线

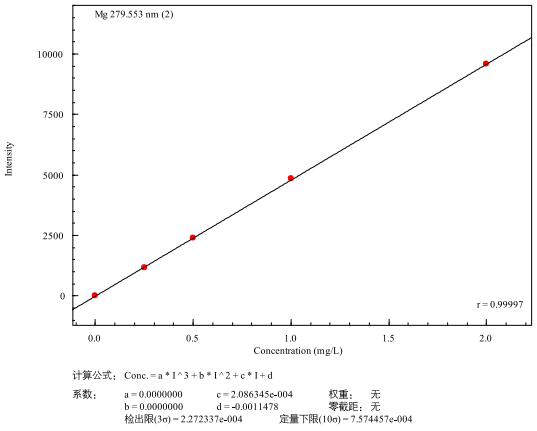

图3 Mg元素的标准曲线

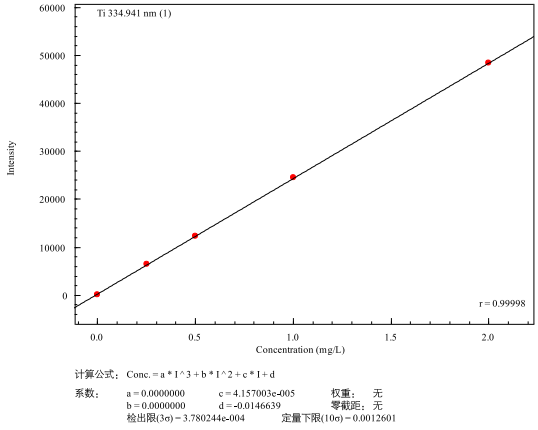

图4 Ti元素的标准曲线

2.3 部分元素谱线轮廓

多元素同时分析时，因为发出的谱线数量非常多，所以谱线可能存在重叠（称为光谱干扰）。当样品中含多种组分并存在光谱干扰时，岛津 ICPESolution 软件具有独特的“最佳波长优化”功能，可根据各元素波长灵敏度和信噪比以及谱线间相互干扰情况，自动选择最佳波长。

Cu 324.754 Best
条件1

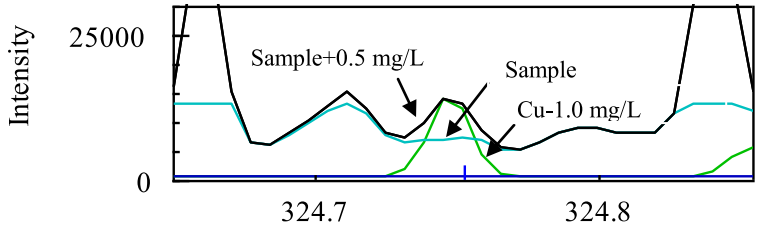

图5 Cu元素谱峰轮廓图

Fe 259.940 Best

条件1

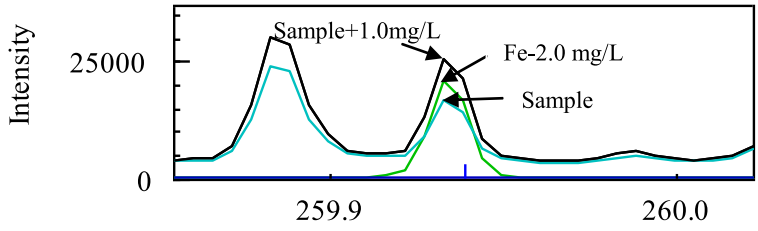

图6　Fe元素谱峰轮廓图

Mg 279.553 Best

条件2

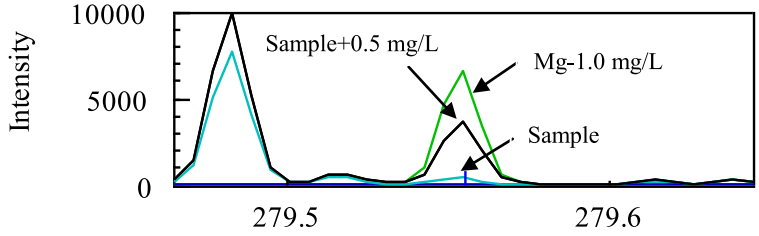

图7　Mg元素谱峰轮廓图

Ti 334.941 Best

条件1

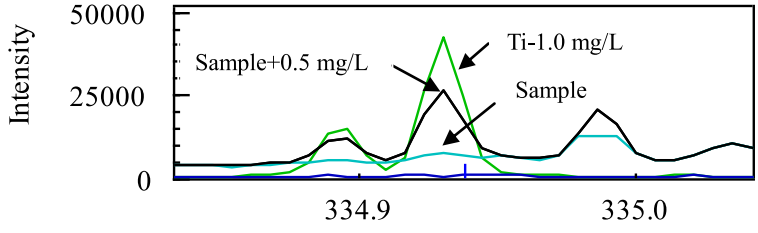

图8　Ti元素谱峰轮廓图

2.4 样品分析结果及检出限

使用 ICPE-9820 直接测定固体废物尾矿渣中 22 种金属元素的含量。对样品空白的分析元素进行 10 次测定，软件中设置 [显示定量下限]，标准曲线自动计算各元素的检出限 (3σ)。实验结果见表 3。

表3　固体废物分析结果及加标回收率实验

元素	方法检出限 (mg/L)	测定结果 (mg/L)	样品含量 (mg/kg)	加标值(mg/L)	加标后测定值 (mg/L)	回收率 (%)
Ag	0.0009	0.11	11	0.50	0.68	114
Al	1.6	30.4	3040	50.0	76.9	93
Ba	0.0001	0.03	3	0.50	0.46	86
Be	0.00006	0.01	1	0.50	0.44	86
Ca	0.0052	1.02	102	0.50	1.53	102
Cd	0.0005	0.03	3	0.50	0.47	88
Co	0.004	312	31200	50.0	355	86
Cr	0.0004	0.10	10	0.50	0.57	94
Cu	0.0007	0.15	15	0.50	0.66	102
Fe	0.0005	1.31	131	1.00	2.16	85
K	0.036	ND	ND	0.50	0.51	102
Mg	0.0003	0.05	5	0.50	0.54	98
Mn	0.0012	162	16200	50.0	206	88
Na	0.015	ND	ND	0.50	0.53	106
Ni	0.53	1670	167000	50.0	1720	100
Pb	0.018	3.90	390	1.00	4.86	96
Sr	0.00006	0.36	36	0.50	0.82	92
Ti	0.0004	0.02	2	0.50	0.49	94
V	0.0004	0.03	3	0.50	0.51	96
Zn	0.0024	9.14	914	50.0	55.8	93
Tl	0.0056	0.88	88	0.50	1.33	90
Sb	0.011	0.35	35	0.50	0.81	92

注：ND 表示未检出

结论

使用岛津公司 ICPE-9820 全谱直读型电感耦合等离子体发射光谱仪同时测定了固体废物尾矿渣中 Cu、Fe、Mg、Ti 等 22 种金属元素含量，分析结果加标回收率良好。该方法具有灵敏度高，检出限低，精密度高，分析速度快，操作简单，可行度高等特点，可满足固体废物中高低含量多种金属元素同时分析的要求。