

· 监测技术 ·

微波消解 ICP - AES法测定城市污水中 11种元素

高 熒,孙 翌,于卫荣,杨海霞

(青岛市城市排水监测站,山东 青岛 266002)

摘 要:介绍了微波消解电感耦合等离子体发射光谱法测定城市污水中 Cu、Zn、Pb、Cd、Cr、Na、Mn、Fe、Ni、Se、Sb 等 11 种元素的方法。在最佳试验条件下,被测元素的检出限为 $0.004 \mu\text{g/mL} \sim 0.12 \mu\text{g/mL}$,相对标准偏差为 $1.9\% \sim 11\%$,回收率为 $93.1\% \sim 104\%$ 。

关键词: ICP - AES;微波消解;城市污水;杂质元素

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2005)03-0029-02

To Determine 11 kinds of Elements in Urban Wastewater with Microwave Digestion ICP - AES

GAO Yi, SUN Yi, YU Wei-rong, YANG Hai-xia

(Qingdao Municipal Drainage Monitoring Station, Qingdao, Shandong 266002, China)

Abstract: To determine Cu, Zn, Pb, Cd, Cr, Na, Mn, Fe, Ni, Se, Sb in urban wastewater with microwave digestion ICP - AES. In best test condition, the detection limit was $0.004 \mu\text{g/mL} \sim 0.12 \mu\text{g/mL}$, relative standard deviation was $1.9\% \sim 11\%$, recovery rate was $93.1\% \sim 104\%$.

Key words: ICP - AES; Microwave digestion; Urban wastewater; Impurity element

城市污水中排放的重金属往往种类繁多,而且含量高低不一。采用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP - AES)^[1-3]可方便地对城市污水中 11 种元素进行测定,利用微波消解解决了常压消解过程^[4,5]费工费试剂、繁琐复杂的缺点,最大限度地减小了试验过程的损失。结果表明,该方法在优化仪器工作条件的情况下,具有多元素同时测定灵敏度高、准确度和精密度均较好,操作简便快速等特点。

1 试验

1.1 仪器和工作条件

ICP - AES, DRE 型直读中阶光栅光谱仪(美国 Leeman Labs 公司); MDS - 2000 型微波消解炉(美国 CEM 公司)。

ICP 工作条件: 高频电源入射功率 1.0 kW , 冷却气流量 15 L/min , 辅助气流量 0.2 L/min , 载气压力 380 kPa , 样品流速 1 mL/min , 进样时间 30 s , 积分时间 3 s 。

微波消解条件: 功率 50% , 压力 414 kPa , 提升

时间 10 min , 保留时间 5 min 。

1.2 试剂与标准溶液

Cu、Zn、Pb、Cd、Cr、Na、Mn、Fe、Ni、Se、Sb 标准溶液 1.0 mg/mL , 国家标准物质研究中心, 将上述各元素的标准溶液用 $\phi(\text{HNO}_3) = 2\%$ 硝酸溶液配制成标准溶液系列; 硝酸 (GR); 水为二次去离子水。

1.3 样品消解及测定

取适量混匀的水样置于微波消解罐中, 加去离子水稀释至 20 mL , 沿罐壁加入 5 mL 硝酸, 使其与样品充分混合, 盖上内盖, 拧紧罐盖, 加防爆膜一片, 拧紧压力密封嘴, 放入微波消解炉中, 选择适当的功率进行消解。消解结束, 待冷却后取出消解罐, 将消解好的溶液过滤定容至 50 mL 容量瓶中, 摇匀, 此为试验溶液。将试验溶液引入等离子焰炬中分析, 记录测定的浓度。

收稿日期: 2005-01-17; 修订日期: 2005-03-25

作者简介: 高 熒 (1964—), 女, 山东青岛人, 高级工程师, 学士, 从事城市排水监测管理工作。

2 结果与讨论

2.1 ICP工作参数的选择

随着高频电源功率从 0.8 kW 逐渐升高到 1.2 kW,各元素分析谱线的强度也随之增加,但增幅却逐渐减小,故选取 1.0 kW。由于进样方式是蠕动泵进样,故进样量可通过改变蠕动泵的转速实现。一般元素的分析信号随进样量的增大而增大,当达到一定程度后,随雾化效率趋于一致,分析信号的变化不再明显,该试验选定样品流速为 1 mL/min,对 5 mg/L Mn 标准溶液进行 Peak Both 扫描,调节载气和辅助气流量,根据最佳峰型选择载气压力为 380 kPa,辅助气流量为 0.2 L/min。观测高度以 Mn 257.610 nm 线为 Peak Line,由仪器自动调解。

2.2 分析谱线的选择

选择二三条灵敏度较高的谱线,以 $\phi(\text{HNO}_3) = 2\%$ 硝酸溶液为空白,对各待测元素混合标准溶液系列绘制校准曲线,再逐个测定 100 $\mu\text{g/mL}$ 单元素标准溶液,观察各元素的谱线形状和相互间的干扰情况,选定干扰少、信噪比高的谱线作为分析谱线。以 nm 为单位,该试验选择各元素的分析谱线分别为: Cu 324.754, Zn 206.200, Pb 220.353, Cd 214.438, Cr 206.149, Na 589.592, Mn 257.610, Fe 259.940, Ni 231.604, Se 196.026, Sb 206.833。

2.3 无机酸度对雾化效率的影响

试验表明, $\phi(\text{HNO}_3) = 2\% \sim 10\%$ 的硝酸溶液基本上不影响被测元素的谱线强度,即在此酸度范围内,雾化效率基本不受影响。

2.4 方法检出限

以 $\phi(\text{HNO}_3) = 2\%$ 硝酸溶液为空白,在选定工作条件下,重复测量空白溶液 10 次,以空白信号测定值标准偏差的 3 倍计算各元素的检出限。以 $\mu\text{g/mL}$ 为单位,各元素的检出限分别为: Cu 0.012, Zn 0.01, Pb 0.03, Cd 0.004, Cr 0.01, Na 0.018, Mn 0.0073, Fe 0.01, Ni 0.04, Se 0.12, Sb 0.05。

2.5 方法准确度及精密度

为了评价方法的准确性及精密度,对污水实际样品中的 11 种杂质元素分别进行了加标回收试验,平行测定 6 次,结果见表 1。

表 1 加标回收试验和精密度 (n=6)

元素	样品质量浓度 $\rho/(\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1})$	加标量 $m/\mu\text{g}$	平均回收量 $m/\mu\text{g}$	平均回收率 /%	RSD /%
Cu	94.5	5.00	4.94	98.8	6.2
Zn	198	10.0	9.54	95.4	5.1
Pb	90.8	5.00	5.19	104	8.2
Cd	76.6	5.00	4.82	96.4	3.2
Cr	46.2	2.50	2.35	94.0	11
Na	234	12.5	12.0	96.0	2.3
Mn	128	5.00	5.18	104	1.9
Fe	132	7.50	7.19	95.9	2.8
Ni	47.2	2.50	2.33	93.2	6.5
Se	134	7.50	6.98	93.1	1.9
Sb	37.4	2.50	2.41	96.4	3.3

3 结论

微波消解 ICP - AES法测定城市污水中 11 种金属元素,避免了常规检测过程的分析损失,准确度与精密度均达到了要求,可直接用于城市污水废水的检测及污水处理工艺过程中的控制分析。

[参考文献]

[1] 黄林玉. 新一代光谱仪器: Leeman ICP/Echelle[J]. 光谱与光谱分析, 1991, 11(1): 70 - 80.

[2] MONSTASER A, GOLIGHTLY D W. 感耦等离子体在原子分析中的应用[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1992: 7 - 23.

[3] ELISSAVETA I. Electrothermal atomic absorption spectrometric determination of Cadmium and Lead in blood using flow injection on-line soption preconcentration in a kontted reactor[J]. Spectrochimica Acta, 1998, 53B: 1041 - 1048.

[4] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 第四版, 北京: 中国环境科学出版社, 2002: 291 - 298.

[5] 美国公共卫生协会, 美国自来水厂协会, 水污染控制联合会. 水和废水标准检验法[M]. 第十五版, 北京: 中国建筑出版社, 1985: 126 - 131.

· 简讯 ·

青岛市环境监测站继续跟踪服务“菜篮子”工程

2005 年, 青岛市环境监测站在 2004 年“菜篮子”工程监测调查工作的基础上, 继续开展“菜篮子”种植基地以及水产养殖场、屠宰加工厂的环境调查监测。对青岛市的 7 家主要“菜篮子”种植基地深入开展调查, 对土壤、灌溉水和环境空气等因素的重点环境要素分别进行监测, 并及时将监测情况汇报给青岛市政府, 为政府及青岛市的“菜篮子”产品产地环境安全提供了有力的技术支持。

摘自中国环境监测总站《环境监测信息简报》2005 年第 4 期