

• 监测技术 •

# 火焰原子吸收分光光度法测定生活垃圾堆肥产品中铅

曹杰山

(中国环境监测总站, 北京 100029)

**摘要:** 建立了硝酸-氢氟酸-高氯酸消解、火焰原子吸收分光光度法测定生活垃圾堆肥产品中铅的方法, 试验了不同消解体系和共存离子对测定的影响。方法线性良好, 检出限为 20 mg/kg (按称取 0.5 g 试样消解定容至 50 mL 计算), 对不同地域堆肥产品测定的 RSD 为 2.6% ~ 8.7%, 加标回收率为 89.0% ~ 107%。

**关键词:** 火焰原子吸收分光光度法; 铅; 生活垃圾; 堆肥

中图分类号: O 657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2007)06-0028-03

## Determination of Lead in the Composting Products of Life Refuse by FAAS

CAO Jie-shan

(China National Environmental Monitoring Centre, Beijing 100029, China)

**Abstract** The method was established for determination of Lead in composting products of life refuse by flame atomic absorption spectrophotometry. Tests of sample digestion methods and coexistence ion effects were done for detect condition selection. It was good linear relationship between Lead concentrations and instrument responses. The detection limit was 20 mg/kg (weighed 0.5 g sample, digested and diluted with water to 50 mL volume). The RSD from the composting products in different region were from 2.6% to 8.7% and recovery rates were from 89.0% to 107%.

**Key words** Flame atomic absorption spectrophotometry; Lead; Life refuse; Composts

生活垃圾污染环境, 危害人体健康, 已成为现代城市亟待解决的问题。堆肥处理作为生活垃圾减量化、无害化和资源化的代表技术之一, 因适合我国经济技术水平, 并能促进农业发展而被广泛应用。为防止堆肥产品中重金属等有害物质对环境的影响及对人体健康的危害, 美国、欧盟、加拿大等发达国家都制订了垃圾堆肥产品质量标准体系, 并规定了其检验和监督方法, 我国制订生活垃圾堆肥污染物控制标准及测量方法也势在必行。目前我国尚无规范的测定堆肥产品中铅的方法, 今对堆肥产品中铅的测定条件、样品预处理方法<sup>[1-4]</sup>等进行了研究, 为检验堆肥产品质量提供了一种较理想的测定方法。

### 1 试验

#### 1.1 主要仪器与试剂

原子吸收分光光度计; 铅空心阴极灯。

1 000 mg/L 铅标准贮备液: 称取 1.000 0 g 光谱纯金属铅于 50 mL 烧杯中, 加入 50% 硝酸溶液 20 mL, 温热, 待完全溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中, 用水定容至标线, 摇匀; 100.0 mg/L 铅标准使用液: 移取 10.00 mL 铅标准贮备液于 100 mL 容量瓶中, 用 1% 硝酸溶液稀释至标线, 摇匀; 硝酸、氢氟酸、高氯酸, 优级纯; 水为去离子水。

#### 1.2 仪器测量条件

测量波长 283.3 nm; 狭缝宽度 1.3 mm; 灯电流 7.5 mA; 空气-乙炔贫燃氧化型蓝色火焰。

#### 1.3 样品采集、保存与制备<sup>[5-8]</sup>

将采集的堆肥样品 (不少于 1 kg) 去除杂物后

收稿日期: 2007-04-03 修订日期: 2007-08-22

作者简介: 曹杰山 (1948-), 男, 北京人, 研究员, 大学, 主要从事水、土壤、固体废物监测分析方法的开发研究。

混匀,用四分法将样品缩分至约 500 g 装入洁净、干燥的 500 mL 具磨口塞的广口瓶或聚乙烯瓶中,密封。

将瓶中样品混匀后再经两次缩分,取出约 100 g 风干,迅速研磨至全部通过 1.0 mm 尼龙筛,混匀后备用。

#### 1.4 试验方法

##### 1.4.1 试液制备与测定

称取试样 1.0 g (精确至 0.000 1 g) 于 50 mL 聚四氟乙烯坩埚中,用几滴水润湿后加入 30 mL 硝酸,置电热板上低温加热、蒸发至约 5 mL 时,加入 10 mL 氢氟酸、5 mL 高氯酸,提高温度至 200 °C 进一步除硅,破坏有机物。当蒸至白色高氯酸浓烟基本冒尽且坩埚内容物呈浅色粘稠状时,取下稍冷,用水冲洗坩埚盖和内壁,并加入 50% 硝酸溶液 2 mL 温热溶解残渣,转移至 50 mL 容量瓶中,用 1% 硝酸溶液稀释至标线,摇匀备测。在制备试液的同时,用去离子水代替试样,采用相同的步骤和试剂制备全程序空白溶液,按上述仪器测量条件测定试液及空白溶液的吸光值。

由于各地堆肥产品组分不同,所含有机质差异较大,消解时应注意观察,酌情增减各种酸的用量。

##### 1.4.2 校准曲线

准确移取 100.0 mg/L 铅标准使用液 0.0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,用 1% 硝酸溶液稀释至标线,摇匀,配制成 0.0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、10.0 mg/L、16.0 mg/L、20.0 mg/L 标准溶液系列,依次测定其吸光值,绘制校准曲线。

##### 1.4.3 结果表示

堆肥产品中铅的质量比  $w$  (mg/kg) 按下式计算:

$$w = \frac{c \times V}{m \times (1-f)}$$

式中,  $c$  为试液吸光值减去空白试验吸光值后在校准曲线上查得铅的质量浓度 (mg/L);  $V$  为试液定容体积 (mL);  $m$  为称取试样的质量 (g);  $f$  为风干试样含水量。

风干试样含水量的测定方法为:称取风干试样 5 g~10 g (精确至 0.01 g) 于称量瓶中,于 105 °C 烘箱中烘 4 h~5 h 至恒重。 $f$  (%) 的计算公式为:

$$f = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100\%$$

式中,  $W_1$  为烘干前试样质量 (g);  $W_2$  为烘干后试样质量 (g)。

## 2 结果与讨论

### 2.1 方法检出限

按 IUPAC (国际纯粹和应用化学联合会) 公布的检出限  $X_L = X_b + 3S_b$  的定义,平行测定 6 个全程序空白样,求得该方法的检出限为 20 mg/kg (按称取 0.5 g 试样消解定容至 50 mL 计算)。

### 2.2 精密度试验

用该方法对不同地域的堆肥样品平行测定 6 次, RSD 为 2.6% ~ 8.7%, 精密度良好。精密度试验结果见表 1。

表 1 精密度试验结果 ( $n = 6$ )

样品名称	测定值 $w$ / (mg·kg <sup>-1</sup> )						平均值 $w$ / RSD (mg·kg <sup>-1</sup> ) / %	
	堆肥样品 A	78	85	76	74	88	81	80
堆肥样品 B	68	62	71	69	67	65	67	4.7
堆肥样品 C	333	340	400	361	371	411	369	8.5
堆肥样品 D	101	96	99	94	97	99	98	2.6
堆肥样品 E	80	87	78	70	90	83	81	8.7

### 2.3 加标回收试验

考虑不同地域的生活垃圾组分差别较大,用该方法对华北、华南、华东、西南等不同地域的 5 种堆肥样品作加标回收试验,加标回收率为 89.0% ~ 107%, 准确度良好。加标回收试验结果见表 2。

表 2 加标回收试验结果

样品名称	1.0 g 试样含铅	加标量	加标后测定	加标回收率
	质量 $m$ / $\mu$ g	$m$ / $\mu$ g	值 $m$ / $\mu$ g	%
堆肥样品 A	80	100	170	90.0
堆肥样品 B	67	100	161	94.0
堆肥样品 C	369	100	460	91.0
堆肥样品 D	98	100	205	107
堆肥样品 E	81	100	170	89.0

### 2.4 消解体系的选择

鉴于堆肥产品有机质含量高, 基体复杂, 试验比较了王水-高氯酸-氢氟酸、硝酸-高氯酸-氢氟酸两种消解体系, 结果表明, 两种体系测定 5 种堆肥样品的准确度均良好, 测定结果间无明显差异。从消解完全、节省试剂、操作简便等方面综合考虑, 该试验选择硝酸-高氯酸-氢氟酸体系消解

样品。两种消解体系的测定结果见表 3。

表 3 两种消解体系的测定结果

样品名称	王水-高氯酸-氢氟酸		硝酸-高氯酸-氢氟酸		相对 偏差 /%
	测定值 $w$	加标回	测定值 $w$	加标回	
	( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	收率 %	( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	收率 %	
堆肥样品 A	77	90.0	80	90.0	3.9
堆肥样品 B	69	89.0	67	94.0	-2.9
堆肥样品 C	365	93.0	369	91.0	1.1
堆肥样品 D	100	92.0	98	107	-2.0
堆肥样品 E	78	108	81	89.0	3.8

## 2.5 共存离子的影响

为考察共存离子对测定的影响, 在含铅  $500 \mu\text{g}$  的  $100 \text{ mL}$  溶液中, 分别加入一定量的常见共存离子, 结果表明,  $10 \text{ mg}$  的  $\text{K}^+$ 、 $\text{Na}^+$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{F}^-$ 、 $5 \text{ mg}$  的  $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Zn}^{2+}$ 、 $\text{Fe}^{2+}$ 、 $\text{Mn}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ba}^{2+}$ 、 $\text{Cd}^{2+}$  对测定均无影响。过高浓度钙产生的背景吸收会使铅的测定结果偏高,  $2\%$  的硫酸介质也会对测定有影响, 故一般选用硝酸或盐酸介质。

## 3 结论

采用硝酸-高氯酸-氢氟酸体系消解、火焰原子吸收分光光度法测定生活垃圾堆肥产品中的铅, 精密度和准确度均符合要求, 选择性好, 干扰少, 操

作简便、快速。欧盟国家规定生活垃圾堆肥产品中铅的最高允许质量比为  $45 \text{ mg/kg} \sim 150 \text{ mg/kg}$  美国规定为  $300 \text{ mg/kg}$  我国台湾规定为  $150 \text{ mg/kg}$  加拿大、香港农用标准限值为  $150 \text{ mg/kg}$  我国农用生活垃圾堆肥产品中铅的标准限值为  $100 \text{ mg/kg}$  该方法的检出限能满足测定要求, 具有广泛适用性。

## [参考文献]

- [1] 曹杰山. 火焰原子吸收分光光度法测定生活垃圾堆肥产品中镍 [J]. 中国环境监测, 2006, 22(6): 40-42
- [2] 齐文启, 曹杰山. 用几种溶样方法对典型土样中 Pb, Cr, Ni, Cd, Mn, Cu, Zn 的溶出情况比较 [J]. 干旱环境监测, 1990, 4(4): 179-183
- [3] 李国刚, 万本太. 中国固体废物的环境管理与环境监测技术现状 [J]. 环境监测管理与技术, 2000, 12(1): 9-13
- [4] 中国环境监测总站. 土壤元素的近代分析方法 [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1992
- [5] 国家质量监督检验检疫总局. GB/T 6678-2003 化工产品采样通则 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2004
- [6] 国家质量监督检验检疫总局. GB/T 6679-2003 固体化工产品采样通则 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2004
- [7] 国家质量监督检验检疫总局. GB 18877-2002 有机-无机复混肥料 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2003
- [8] 中华人民共和国农业部. NY 525-2002 有机肥料 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2002

## • 征订启事 •

# 欢迎订阅 2008 年《环境卫生工程》

中国科技核心期刊 邮发代号 6-191

《环境卫生工程》是由天津市市容环境管理委员会主管、天津市市容环境工程设计研究所主办的面向国内外公开发行的市容环境卫生和环境工程行业的应用性科技期刊。本刊创刊于 1993 年, 为双月刊, 国内统一刊号 CN 12-1218/X, 国际标准刊号 ISSN 1005-8206 广告经营许可证 1201014000326。以从事市容环境卫生、市政、环保等行业的管理、科研、教学、生产、信息、环境监测人员和一些大专院校、图书馆及其他环境科技工作者为服务对象, 主要刊登(介绍)国内外有关环境卫生的发展状况, 城市生活处理及相关的研究成果、设计方案、管理方法和实践经验, 政策法规, 行业标准等。具有较高的工程实践性、导向性和学术性, 是中国市容环境卫生行业最具权威性和影响力的刊物。为中国期刊网全文收录期刊、中国学术期刊(光盘版)全文收录期刊、中文科技期刊数据库全文收录期刊, “万方数据——数字化期刊群”全文上网期刊, 并通过中国国际图书贸易总公司在海外发行。全年定价 80 元(含邮费)。本刊承接国内外设备、设施、车辆、专利、清洁剂、市容设备设施、灯光设备、信息、技术等广告。

收款单位: 《环境卫生工程》编辑部

地址: 天津市和平区南京路 233 号

邮编: 300052

电话: 022-27834760, 27821605

传真: 022-27834760

开户行: 天津银行东联支行

账号: 105901201090086767

http://www.shj.org.cn

e-mail shj@public.tptj.cn