

火焰原子吸收法测定飞灰中的镍、铜、铅、锌、镉含量

AAS-073

摘要：参考最新环境标准《固体废物 镍 铜的测定》以及《固体废物 铅 锌 镉的测定》征求意见稿，采用微波消解-火焰原子吸收光谱法测定了飞灰中镍、铜、铅、锌、镉的含量，实验结果表明：该方法所得各元素标准曲线线性关系良好，检出限低，回收率好，可满足飞灰等固体废物重金属元素的检测需求。

关键词：固体废物 飞灰 火焰原子吸收法

随着城市建设的快速发展，城市垃圾量正常迅猛，并且成分复杂。垃圾焚烧技术作为一种主要的固体废物处理手段，飞灰产物大约占焚烧垃圾的3%左右，很大程度缩减了垃圾体积。然而焚烧过程中，大量的重金属在高温条件下挥发进入烟气，并最终富集于飞灰中，给环境带来潜在的污染。目前飞灰主要处置手段包括垃圾填埋及资源化处理。分析表明：垃圾焚烧飞灰并不是化

学惰性物质，其中 Cd、Pb、Zn 等重金属在一定条件下会迁移，污染土壤和地下水。因此如何安全有效地处置垃圾焚烧飞灰成为急需解决的环境问题。

本文参考《固体废物 镍 铜的测定》以及《固体废物 铅 锌 镉的测定》，采用飞灰全量微波消解-火焰原子吸收光谱法测定了飞灰中镍、铜、铅、锌、镉的含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-6880 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿和聚四氟乙烯烧杯均用硝酸溶液(1+1)浸泡24小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用HNO₃、HCl与H₂O₂均为为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品前处理

精确称量0.1 g飞灰试样，置于微波消解罐中，

用少量水润湿后加入6 mL浓硝酸，2 mL浓盐酸，2 mL氢氟酸，混合均匀后开始微波消解。微波完成并冷却后，将消解液转移至聚四氟乙烯烧杯，置于电热板150~160℃下赶酸，蒸至近干。取下烧杯，冷却后加入1 mL浓硝酸溶解残渣，以超纯去离子水转移并定容至50 mL容量瓶中，待测。同时做样品空白溶液。

1.4 仪器条件和参数

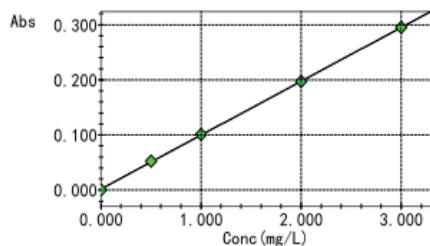
配制个元素的标准溶液。仪器稳定后，按表1仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表1 仪器测定条件

元素	测定波长 (nm)	通带宽度 (nm)	灯电流 (mA)	点灯方式	火焰类型	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)	燃烧器高度 (mm)
Ni	232.0	0.2	12	BGC-D ₂	Air-C ₂ H ₂	1.6	15.0	7
Cu	324.8	0.7	8	BGC-D ₂	Air-C ₂ H ₂	1.8	15.0	7
Pb	283.3	0.7	10	BGC-D ₂	Air-C ₂ H ₂	2.0	15.0	7
Zn	213.9	0.7	8	BGC-D ₂	Air-C ₂ H ₂	2.0	15.0	7
Cd	228.8	0.7	8	BGC-D ₂	Air-C ₂ H ₂	1.8	15.0	7

结果讨论

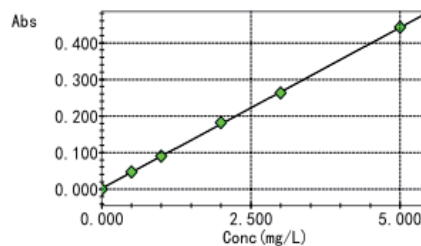
2.1 线性方程和检出限



$$\text{Abs} = 0.097747\text{Conc} + 0.0021095$$

$$r = 1.0000$$

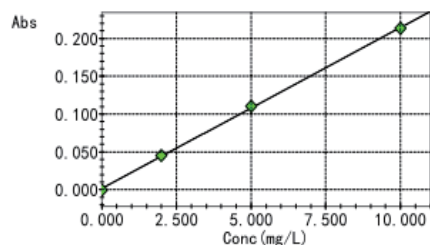
图1 Ni标准曲线



$$\text{Abs} = 0.087911\text{Conc} + 0.0024199$$

$$r = 0.9999$$

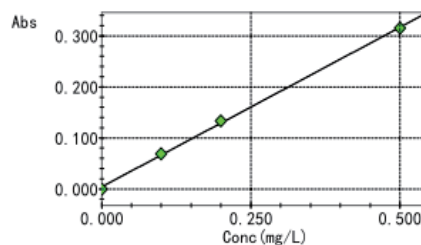
图2 Cu标准曲线



$$\text{Abs} = 0.021286\text{Conc} + 0.0017599$$

$$r = 0.9998$$

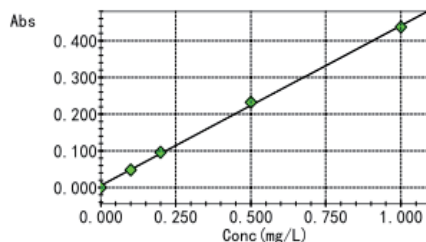
图3 Pb标准曲线



$$\text{Abs} = 0.62593\text{Conc} + 0.0041393$$

$$r = 0.9996$$

图4 Zn标准曲线



$$\text{Abs} = 0.43514\text{Conc} + 0.0057092$$

$$r = 0.9995$$

图5 Cd标准曲线

按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得各个元素的检出限。线性方程和检出限结果如表 2 所示：

表2 各个元素检出限

元素	Ni	Cu	Pb	Zn	Cd
检出限(mg/L)	0.012	0.010	0.028	0.001	0.002

2.2 样品测定结果、回收率和精密度

选取两份平行样品，消解后定容检测，得样品中各元素含量；样品中加标后，以同样的方法前处理后检测得加标后含量，并计算加标回收率和精密度。

表3 样品检测结果以及精密度

元素名称	样品序号	称样量 (g)	样品浓度 (mg/L)	RSD (%)	定容体积 (mL)	稀释倍数	实际含量 (mg/Kg)	平均含量 (mg/Kg)
Ni	1#	0.0971	0.0408	2.32	50	1	21.0	21.4
	2#	0.1056	0.0459	2.14	50	1	21.8	
Cu	1#	0.0971	0.6982	0.11	50	1	359.5	360.4
	2#	0.1056	0.7630	0.00	50	1	361.3	
Pb	1#	0.0971	5.1161	0.38	50	1	2634.5	2624.3
	2#	0.1056	5.5210	0.41	50	1	2614.1	
Zn	1#	0.0971	0.2688	0.04	50	25	3460.6	3440.4
	2#	0.1056	0.2889	0.46	50	25	3420.3	
Cd	1#	0.0971	0.1452	0.21	50	1	74.8	75.2
	2#	0.1056	0.1597	0.85	50	1	75.6	

表4 1#样品加标回收率和精密度

元素	粉煤灰				
	样品浓度 (mg/L)	加标量 (mg/L)	测定浓度 (mg/L)	回收率 (%)	RSD(%)
Ni	0.0408	1.0	1.0352	99.4	0.55
Cu	0.6982	1.0	1.7720	107.4	0.09
Pb	5.1161	2.0	7.0026	94.3	0.09
Zn	0.2688	0.1	0.3557	86.9	0.09
Cd	0.1452	0.1	0.2502	105.0	0.25

结论

本文采用微波消解-火焰原子吸收光谱法测定了飞灰样品中镍、铜、铅、锌、镉等五种重金属的含量。实验结果表明,该方法线性相关系数 $r=0.9995\sim 1.0000$,加标回收率 $86.9\%\sim 107.4\%$,该方法操作简便,精密度好,适应性广,可满足飞灰等固体废物中重金属元素检测需求。