

电感耦合等离子体发射光谱法测定水泥熟料中可浸出重金属含量

ICP-151

摘要：参考国家标准《GB/T 30760-2014 水泥窑协同处置固体废物技术规范》和《GB/T 30810-2014 水泥胶砂中可浸出重金属的测定方法》，利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了水泥熟料中可浸出重金属含量。分析结果表明，该方法检出限满足水泥熟料中可浸出重金属含量分析的要求，准确性好，限值浓度加标回收率在 96%~107% 之间，可用于水泥熟料中可浸出重金属含量的快速测定。

关键词：电感耦合等离子体发射光谱法 水泥熟料 浸出 重金属

近年来，国家相继出台了一系列政策支持水泥窑协同处置固废的发展，随着水泥窑协同处置技术的逐步推广，越来越多的固体废物进入到水泥中，其中包含部分重金属含量较高的固体废物，这些重金属大部分转移到水泥熟料中。为了防止水泥熟料中重金属含量较高导致的重金属环境污染，国家颁布了《GB/T 30760-2014 水泥窑协同处置固体废物技术规范》，其中规定了 8 种水泥熟料中可浸出重金属元素的限值，对水泥熟料进行质量控制。

电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）作为一种成熟的多元素分析方法，应用范围广，分析速度快，线性范围宽，能实现不同含量的多指标元素同时分析，该方法灵敏度高，满足《GB/T 30760-2014 水泥窑协同处置固体废物技术规范》中对水泥熟料可浸出重金属检测的需要。本文参照 GB/T 30810-2014 水泥胶砂中可浸出重金属的测定方法》处理样品，使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪（ICPE-9820）分析了水泥熟料中可浸出重金属元素含量。

■ 实验部分

1.1 仪器设备

岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪。



图 1 岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪

1.2 仪器条件

表 1 ICP-OES 分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	10.0 L/min
辅助气流速	0.60 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器类型	同轴
雾化室	旋流	高频频率	27.12 MHz

■ 样品处理

按照 GB/T 17671-1999 要求制备水泥胶砂试体，干燥后用玛瑙球磨机研磨，对研磨后的粉体进行筛分，得到 0.125 mm~0.25 mm 粒径的颗粒作为待测试样。

在 20°C ±2°C 条件下，取 10 g 试样，置于 1 L 烧杯中，加入 500 mL 水后，置于磁力搅拌器上搅拌，保持试样处于半悬浮状态。实时测定烧杯中液体的 pH 值，并通过滴加 pH 调节液使烧杯中溶液保持 pH 值在 7.0±0.5 之间搅拌 2 h。搅拌结束并静置 5 min 后，用微孔滤膜装置过滤并收集浸出液。用清水洗试样残渣 3 次，滤液并入浸出液。

将滤膜和搅拌棒上的试样残渣转移至烧杯中，加入 500 mL 水后，置于磁力搅拌器上搅拌并滴加 pH 调节液使得烧杯中的溶液保持 pH 值在 3.2±0.5 之间搅拌 7 h。搅拌结束并静置 5 min 后，用微孔滤膜装置过滤并收集浸出液。用清水洗试样残渣 3 次，滤液并入浸出液。

将两次的浸出液合并至 2 L 的容量瓶混合后纯水定容，待测。

根据《GB/T 30760-2014 水泥窑协同处置固体废物技术规范》中所规定的水泥熟料中可浸出重金属含量限值进行样品加标。

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线和检出限

以 1% HNO₃ 配制砷、铅、镉、铬、铜、镍、锌、锰混合标准溶液序列，浓度见表 2，其中 STD4 为《GB/T 30760-2014 水泥窑协同处置固体废物技术规范》中所规定的水泥熟料中可浸出重金属含量限值浓度。元素标准曲线线性见图 2，部分元素谱峰轮廓见图 3、图 4。

表 2 标准溶液序列

元素	标准溶液序列浓度 (mg/L)				
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
As	0.0	0.025	0.05	0.10	0.20
Pb	0.0	0.075	0.15	0.30	0.60
Cd	0.0	0.0075	0.015	0.03	0.06
Cr	0.0	0.05	0.10	0.20	0.40
Cu	0.0	0.25	0.50	1.00	2.00
Ni	0.0	0.05	0.10	0.20	0.40
Zn	0.0	0.25	0.50	1.00	2.00
Mn	0.0	0.25	0.50	1.00	2.00

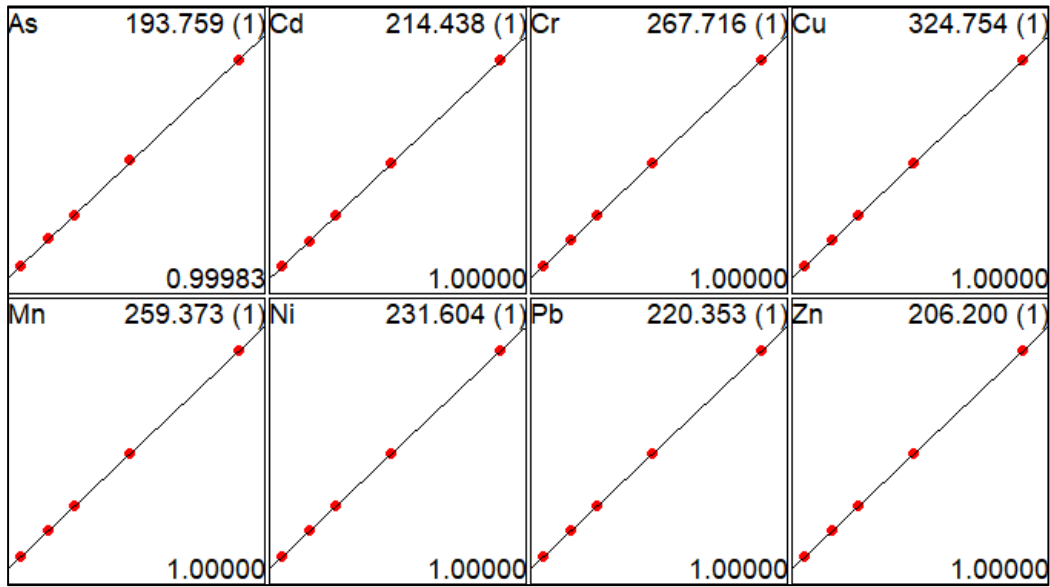


图2 各元素标准曲线

Cr 267.716 Best
条件1

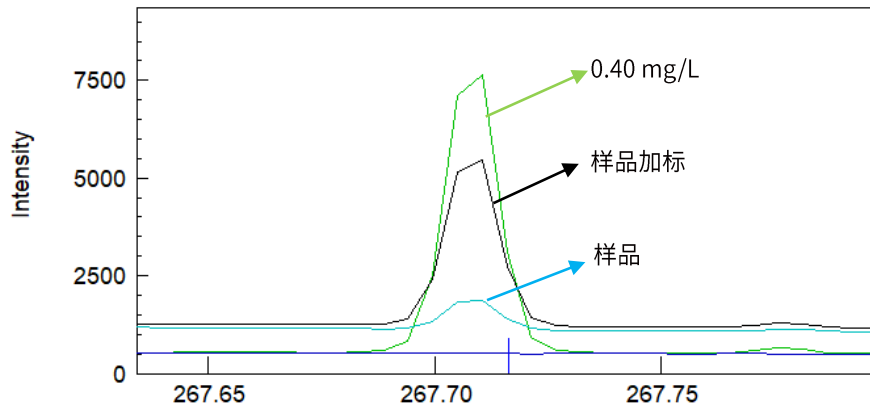


图3 铬 (Cr) 谱峰轮廓图

Mn 259.373 Best
条件1

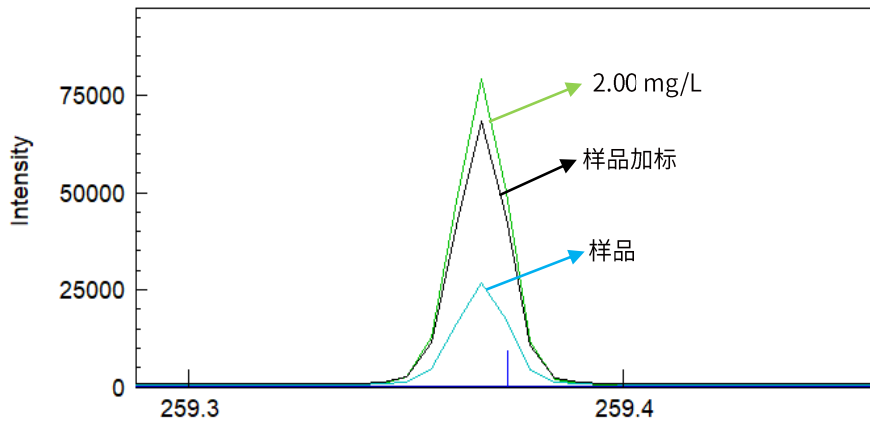


图4 锰 (Mn) 谱峰轮廓图

以方法空白溶液连续测定 10 次，计算各元素仪器定量限，详细结果见表 3。

表 3 元素方法检出限

元素	波长 (nm)	定量限 (mg/L)
As	193.759	0.014
Pb	220.353	0.011
Cd	214.438	0.003
Cr	267.716	0.002
Cu	324.754	0.014
Ni	231.604	0.006
Zn	206.200	0.001
Mn	259.373	0.002

3.2 样品结果

对所得样品溶液进行适当酸化和加标后上机测试，样品测定结果和加标样测定结果见表 4。

表 4 样品测试结果

元素	测定结果 (mg/L)	RSD (n=3, %)	加标浓度 (mg/L)	加标样测定结果 (mg/L)	加标回收率 (%)
As	N.D.	--	0.10	0.10	102
Pb	N.D.	--	0.30	0.30	101
Cd	N.D.	--	0.030	0.030	100
Cr	0.041	0.42	0.20	0.24	98
Cu	0.047	0.93	1.00	1.10	105
Ni	0.021	0.04	0.20	0.21	96
Zn	0.25	0.47	1.00	1.32	107
Mn	0.66	1.25	1.00	1.72	106

注：N.D. 表示未检出。

■ 结论

参考《GB/T 30760-2014 水泥窑协同处置固体废物技术规范》和《GB/T 30810-2014 水泥胶砂中可浸出重金属的测定方法》，利用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 测定了水泥熟料中可浸出重金属含量，采用仪器推荐的波长进行定量。分析结果表明，该方法检出限可满足水泥熟料中可浸出重金属含量分析的要求，准确性好，限值浓度加标回收率在 96%~107% 之间，分析速度快，可用于水泥熟料中可浸出重金属含量的快速测定。

岛津应用云

