

# ICPE-9820 测试水泥窑协同处置污染土中重金属元素

ICP-160

**摘要：**本文参考《水泥窑协同处置污泥及污染土中重金属的检测方法》（征求意见稿），使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）建立了水泥窑协同处置污染土中多元素含量的测定方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好（ $r > 0.9998$ ），方法检出限在 0.08-6.00 mg/kg 之间，测定结果准确，重复性良好，适用于水泥窑协同处置污染土中多元素含量的测定。

**关键词：**ICPE-9820 水泥窑协同处置污染土 多元素

国家发改委等部门在《关于抑制部分行业产能过剩和重复建设引导产业健康发展若干意见的通知》中针对水泥行业，明确提出“支持企业在现有生产线上进行余热发电、粉磨系统节能改造和处置工业废弃物、城市污泥及垃圾等。”但固体废弃物如污泥及污染土中的重金属如铅、铬、镉、铜、砷等金属含量如果超标，经水泥窑高温处理后无机物包括重金属保留在熟料中，进而引入到水泥成品中，被再次循环进入环境当中，造成二次污染，如进入人体中，将会对人类的健康产生严重的危害。因此，检测水泥窑协同处置污泥及污染土中重金属的含量非常重要。

我国已制定了 GB 30760-2014《水泥窑协同处置固体废物技术规范》，对于固体废弃物掺入入窑生料中的重金属有含量的限制，但无适宜的测定方法，电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）具有测定线性范围宽、精密度高、运行成本低等优点，是水泥窑协同处置污染土中多元素含量测定的有力工具。

本文参考《水泥窑协同处置污泥及污染土中重金属的检测方法》（征求意见稿），使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）建立了水泥窑协同处置污染土中多元素含量的测定方法，该方法操作简单、快速、准确，满足水泥窑协同处置污染土中多元素含量测试要求。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪。

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO<sub>3</sub>、HCl、HF 试剂为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件

岛津全谱直读型 ICPE-9820 采用微型炬管和真空型光室设计以及轴向和径向自动切换功能，可高通量低成本的实现全元素高低含量同时分析。

表 1 ICPE-9820 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	同轴雾化器
雾化室	旋流雾化室	高频频率	27.12 MHz

## ■ 样品前处理

准确称取 0.2 g 试样，精确至 0.0001 g，置于消解罐中，加入少量水润湿，使试样分散，依次加入 6 mL 盐酸、2 mL 硝酸、2 mL 氢氟酸，摇匀，待反应结束后置于微波消解仪中消解，待罐内温度降至室温后在通风橱中取出，缓慢泄压放气，打开消解罐盖。放入赶酸仪直至试料全部溶解，然后用快速滤纸过滤消解后的溶液，用热水洗涤，滤液及洗液收集于 100 mL 容量瓶，用水稀释至标线，摇匀。同时制备样品空白和加标溶液。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 校准曲线溶液配制

使用 2% 硝酸配制系列混合标准溶液，标准溶液浓度见表 2。

表 2 标准溶液浓度

元素	浓度 (mg/L)						
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7
As	0.00	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
Ba	0.00	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
Cd	0.00	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
Co	0.00	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
Cr	0.00	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
Cu	0.00	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
Mn	0.00	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
Ni	0.00	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
Pb	0.00	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
Sb	0.00	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
Sr	0.00	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
V	0.00	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00
Zn	0.00	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	5.00

### 3.2 标准曲线

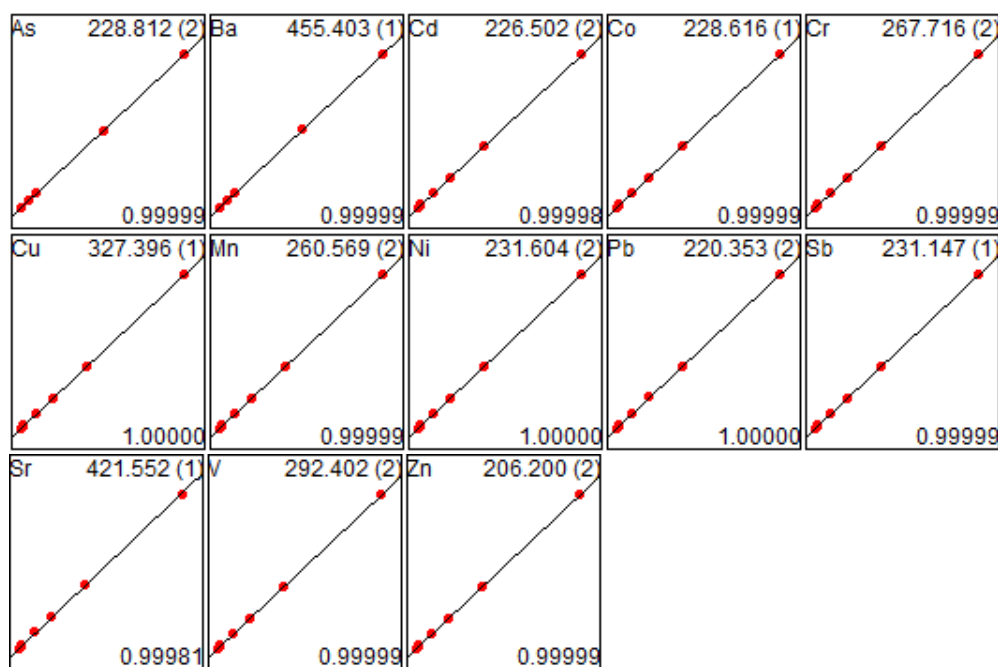


图 1 各元素标准曲线

### 3.3 部分元素轮廓图

多元素同时分析时，因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）。当测试结果存在光谱干扰时，岛津 ICPEsolution 软件具有独特的“最佳波长优化”功能，可以从全部波长范围的测定数据中，根据元素各波长灵敏度以及相互干扰情况，自动选择最佳波长。

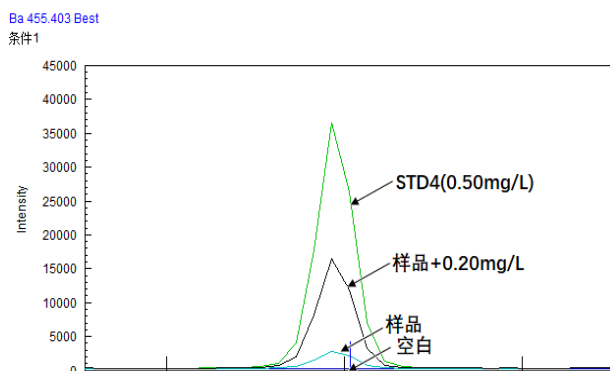


图 2 钡 (Ba) 谱峰轮廓图

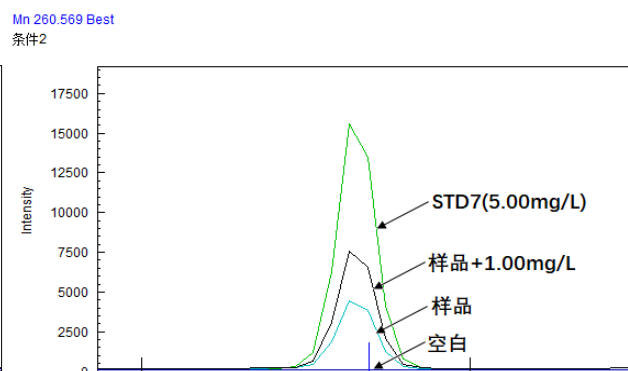


图 3 锰 (Mn) 谱峰轮廓图

### 3.4 样品结果及检出限

按照样品处理程序对样品处理后上机测试。

使用样品空白溶液测定 10 次，软件中设置 [ 显示定量下限 ]，软件自动计算各元素的检出限和定量限。按照样品称样量 0.2 g，定容体积 100 mL，计算得到该方法的检出限和定量限，结果见表 3。

表 3 样品结果和方法检出限

元素	波长 (nm)	观测方向	测定浓度 (mg/L)	测定结果 (mg/kg)	RSD (% , n=6)	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)
As	228.812	径向	N.D.	N.D.	-	1.50	5.00
Ba	455.403	轴向	0.03	15	1.44	0.08	0.27
Cd	226.502	径向	N.D.	N.D.	-	0.98	3.25
Co	228.616	轴向	0.02	10	2.31	0.95	3.15
Cr	267.716	径向	0.17	85	0.99	2.25	7.50
Cu	327.396	轴向	0.14	70	0.71	1.30	4.45
Mn	260.569	径向	1.38	690	0.54	0.50	1.72
Ni	231.604	径向	0.18	90	1.60	3.00	10.0
Pb	220.353	径向	0.18	90	4.48	6.00	20.0
Sb	231.147	轴向	N.D.	N.D.	-	1.11	3.65
Sr	421.552	轴向	0.37	185	0.44	0.07	0.22
V	292.402	径向	0.08	40	1.19	2.50	8.50
Zn	206.200	径向	0.66	330	0.10	3.15	10.5

备注：N.D. 表示未检出。

### 3.5 加标回收和精密度试验

按照测试方法对样品进行加标回收试验，加标浓度分别为 0.20 mg/L 和 1.00 mg/L，加标回收率在 90.0-100.0% 之间。每份样品测定 6 次，RSD 值小于 2.50%，仪器精密度良好。

表 4 加标回收率和精密度

元素	测定浓度 (mg/L)	加标浓度 (mg/L)	测试结果 (mg/L)	RSD (%, n=6)	加标回收率 (%)
As	N.D.	0.20	0.20	0.65	100.0
Ba	0.03	0.20	0.22	0.62	95.0
Cd	N.D.	0.20	0.19	0.41	95.0
Co	0.02	0.20	0.20	0.75	90.0
Cr	0.17	0.20	0.37	0.74	100.0
Cu	0.14	0.20	0.33	0.29	95.0
Mn	1.38	1.00	2.38	0.34	100.0
Ni	0.18	0.20	0.37	0.24	95.0
Pb	0.18	0.20	0.38	2.23	100.0
Sb	N.D.	0.20	0.18	1.32	90.0
Sr	0.37	1.00	1.33	0.28	96.0
V	0.08	0.20	0.28	0.52	100.0
Zn	0.66	1.00	1.62	0.36	96.0

## ■ 结论

本文参考《水泥窑协同处置污泥及污染土中重金属的检测方法》（征求意见稿），使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）测试了水泥窑协同处置污染土中多元素的含量。岛津 ICPE-9820 采用独家设计的真空型光室和 Mini 炬管，实现高通量低成本的多元素同时分析，垂直炬管设计可防止炬管积碳和积盐。操作软件自动推荐最佳波长功能，保证了测定结果准确度和精密度。实验结果表明，该方法线性良好，检出限低，测试准确度高，精密度好，适用于水泥窑协同处置污染土中多元素含量的测定。

岛津应用云

