

微波消解-ICP-OES 法测定固体废物中六价铬的含量

ICP-186

摘要：本文参考《固体废物 六价铬的测定 微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法》（DB37/T 4542-2022），使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪 ICPE-9820 建立了碱体系微波消解-ICP-OES 测定固体废物中六价铬含量的方法。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好，检出限低，准确度高，重复性好，适用于固体废物中六价铬含量的测定。

关键词：ICP-OES 固体废物 六价铬

技术特点：

- ❖ 使用 Mini 炬管，相比标准炬管减少 40% 氩气成本消耗。
- ❖ 前处理简单，仪器检出限低，准确度高，满足标准要求。

铬广泛存在于自然环境中，化合物常见的有三价和六价。六价铬有强毒性，易被人体内许多组织和器官的细胞吸收而积累，可干扰人体内很多重要的酶的活性，损害肝脏和肾脏，是公认的致癌物质，其对人体的毒性远大于三价铬，半致死量 ED50 是三价铬的 100 倍。铬的工业污染源主要来自矿石加工、金属表面处理、皮革鞣制、印染印刷等行业的铬渣堆存或废水排放，已被环保部门列为实施总量控制的指标之一。

六价铬检测的经典方法主要有 UV-VIS、AAS，但是 UV-VIS 法易受溶液颜色及环境温度波动的影响；AAS 存在线性范围较窄且易受基体干扰的缺点。电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）具有操作简单、干扰影响少、线性范围宽的优势，检出限达到 $\mu\text{g/L}$ 级，综合性能更加优异。

微波消解与传统电热板消解方式相比，具有加热速度快、消解能力强、溶剂用量少、选择性好、准确度高、通用性强等显著特点。在微波消解规定的温度和时间范围内，碱性体系保证了对固体样品基体的破坏作用，将晶格中的 Cr(VI) 全部释放到溶液中；含 Mg^{2+} 的磷酸缓冲溶液的加入可以有效抑制 Cr(III) 的氧化。用 $0.45\ \mu\text{m}$ 的滤膜进行过滤后，可以将六价铬（溶液）与三价铬（沉淀）分离。

《固体废物 六价铬的测定 微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法》（DB37/T 4542-2022）标准适用于固体废物、受污染土壤及污泥中六价铬的测定，本文参考该标准，使用碱体系微波消解提取，岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪测定固体废物和土壤中六价铬的含量，方法准确可靠，满足标准测试要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

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 分析条件

仪器分析条件见表 1。

表 1 仪器分析条件

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	同心雾化器
雾化室	旋流雾化室	高频频率	27.12 MHz

1.3 样品前处理

精确称取 2.0 g 土壤和固体废物样品于聚四氟乙烯消解罐中，加入 15 mL 碱性提取剂，同时加入 200 mg 无水氯化镁和 1.0 mL 的磷酸盐缓冲溶液，90°C 微波消解 20 min。消解完毕后，取下消解罐，冷却至室温。将消解液通过 0.45 μm 的滤膜进行过滤，用 20% 盐酸调节溶液的 pH 值为 9.0±0.2，将此溶液转移至 100 mL 容量瓶中，去离子水定容后摇匀。

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线和轮廓图

使用纯水配制系列浓度为 0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.25 mg/L、1.00 mg/L、2.50 mg/L、5.00 mg/L 的六价铬标准溶液，标准曲线见图 2，谱峰轮廓见图 3。

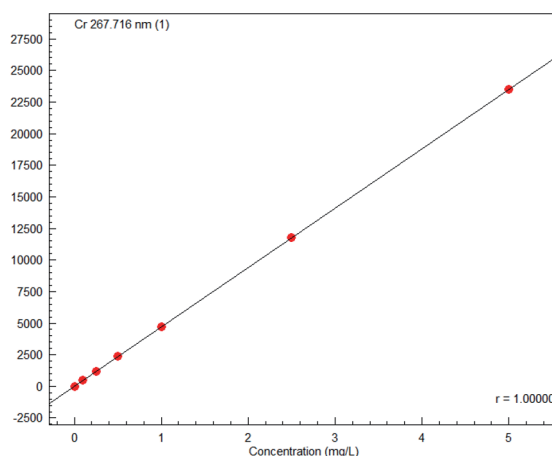


图 2 岛六价铬标准曲线

Cr 267.716 Best
条件 1

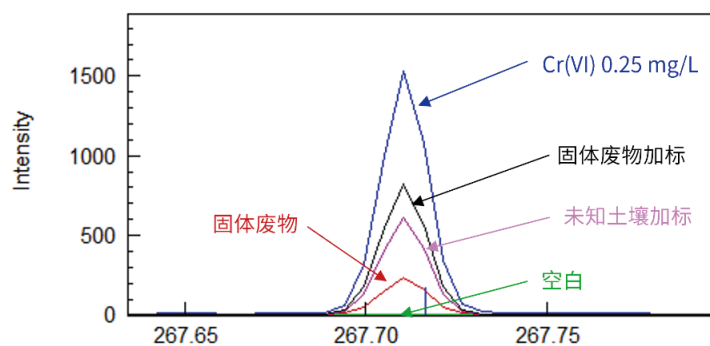


图 3 六价铬谱峰轮廓图

2.2 检出限

使用样品空白溶液测定 7 次，分别以浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算检出限和定量限。按样品称量 2.0 g，样品溶液为 100 mL，计算方法检出限和定量限，结果见下表 2 所示。

表 2 仪器检出限及定量限

元素	观测方向	仪器检出限 (mg/L)	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)	标准规定方法检出限 (mg/kg)
Cr(VI)	轴向	0.0004	0.020	0.068	0.089

2.3 样品测试结果

分别对未知土壤样品和固体废物样品进行测定，样品六价铬含量的分析结果见表 3。

表 3 样品测试结果

样品	测定值 (mg/L)	测定值 (mg/L)	RSD (%, n=3)	加标量 (mg/L)	加标回收率 (%)	RSD (%, n=3)
未知土壤	N.D.	N.D.	--	0.10	97.6	0.26
固体废物	0.0355	1.775	0.56	0.10	98.2	0.43

注：N.D. 表示未检出。

■ 结论

本文参考标准《固体废物 六价铬的测定 微波消解 - 电感耦合等离子体发射光谱法》(DB37/T 4542-2022)，利用岛津公司 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪建立了测定固体废物中六价铬的方法。结果显示：方法线性良好 ($r=1.0000$)，方法检出限低，测定精密度好 ($RSD < 0.56\%$)，准确度高，满足标准测定要求。

岛津应用云

