

微波消解火焰原子吸收法测定污泥和土壤中的 Pb 和 Cr

AAS-026

摘要：建立了微波消解-火焰原子吸收法测定污泥和农田土壤中铅和铬含量的方法。该方法测定铬 Cr 和铅 Pb，回收率在 96%~103% 范围，铬 Cr 元素的相关系数为 0.9994，检出限为 0.0131 mg/Kg；铅 Pb 的线性相关系数为 1.0000，检出限为 0.0151 mg/Kg。低于国标中规定的 5 mg/Kg 检出限。该方法操作简便，完全满足环境样品的分析要求。

关键词：环境 污泥 土壤 铅 铬

将污泥用于农田堆肥是现阶段解决污泥难处理问题的一个简单经济的办法。充分利用污泥中的大量有机物质堆肥不但能改善一些农田的土质状况，而且减轻了城市污水处理厂处理污泥的负担。但是，污泥中也含有不少有害物质，比如金属元素，当金属含量超过一定指标时，用于农田堆肥将会对农田、农作物、环境造成严重的二次污染，甚至对人体健康产生严重危害。因此，对于农田堆肥的污泥一定要严格检测，只有其各项指标满足国家颁布的《GB19818-2002 农用污泥中污染物控制标准》时，才能使用。铅、铬是土壤样品中普遍存在、危害较大的主要污染物。土壤一旦被铅、铬污染，在短时间内很难消除，而且重金属在食物链中有富集效应，故对人体健康有很大的影响。美国工业环境实验室（EPA）多介质环境目标值（MEG）评价：其潜在危害指数均为 III 级。因而必须严格检测污泥中的重金属。本文采用微波消解火焰原子吸收法，比较了流经某汽车

电子生产工厂的河道污泥和普通土壤中的 Pb 和 Cr 含量的差异。该方法操作简便，完全满足环境样品的分析要求。

实验部分

1.1 仪器

AA-6300C（岛津）

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿和消解罐均用硝酸溶液（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、HF 试剂优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 仪器条件和参数

配制 Cr 和 Pb 的标准溶液。仪器稳定后，按图 1 和图 2 方式搜索最佳燃烧头高度。

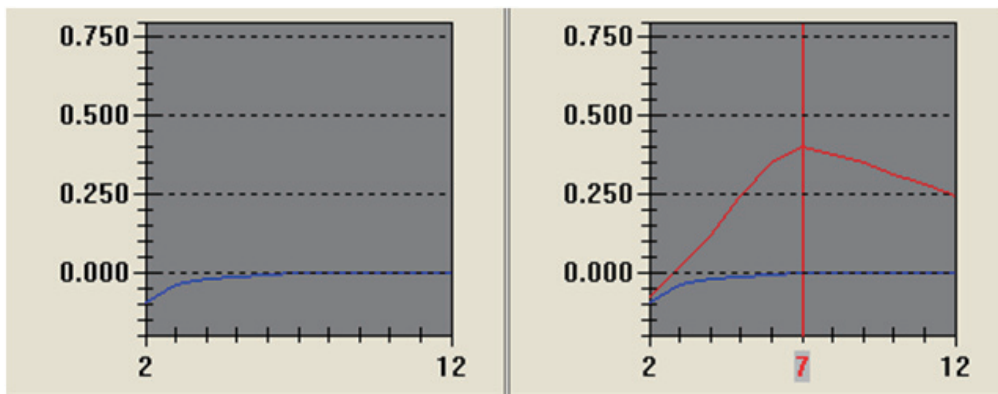


图1 Cr 元素最佳燃烧头高度搜索（蓝线：空白测定；红线：5 µg/mL Cr 标准溶液）

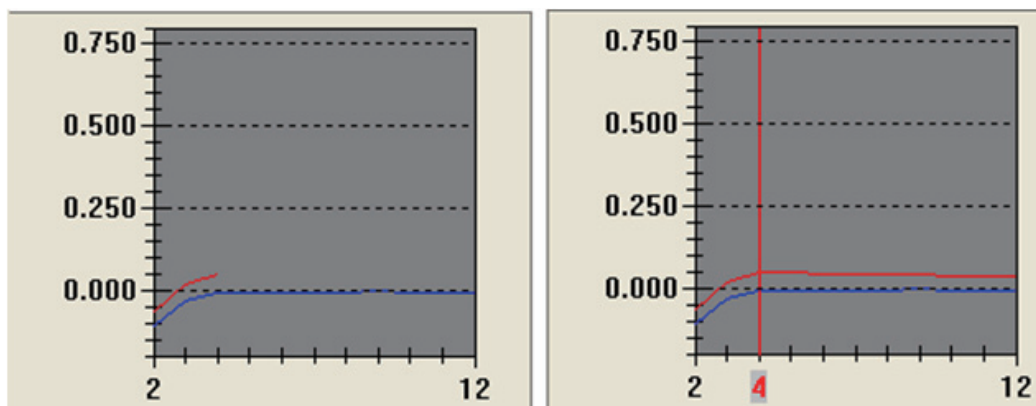


图 2 Pb 元素最佳燃烧头高度搜索 (蓝线: 空白测定; 红线: 5 µg/mL Pb 标准溶液)

测试结果表明, Cr 元素和 Pb 元素的最佳燃烧头高度分别为 7 cm 和 4 cm。

表 1 仪器工作条件

元素	波长 (nm)	光谱通带 (nm)	灯电流 (mA)	火焰类型	最佳燃烧头高度 (cm)
Cr	357.9	0.7	10	空气-乙炔	7
Pb	283.3	0.7	10	空气-乙炔	4

1.4 样品前处理

(1) 污泥中铅铬的测定

称量约 0.30 g 污泥置于消解罐中, 加入 2.0 mL HF, 3 mL HNO₃, 6 mL HCl, 盖上消解罐盖, 放入微波消解仪中按照设定程序消解。消解结束后冷却, 取出。置于电热板上赶酸至近干, 去离子水定容至 50 mL, 有极少量沉淀, 测试前用定量滤纸过滤溶液, 摇匀待测, 同法制备试剂空白。

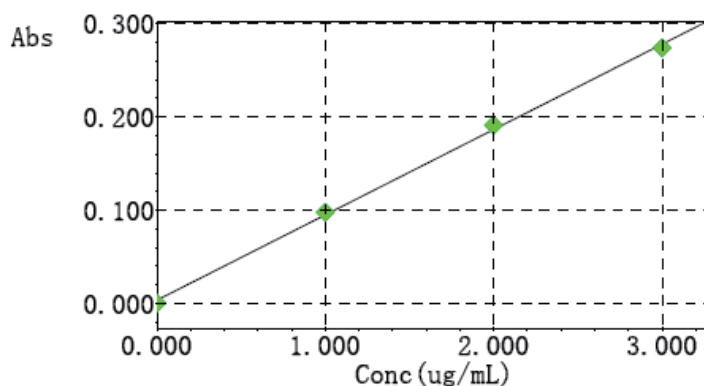
(2) 土壤中铅铬的测定

称量约 0.30 g 土壤置于消解罐中, 加入 2.0 mL HF, 3 mL HNO₃, 6 mL HCl, 盖上消解罐盖, 放入微波消解仪中按照设定程序消解。消解结束后冷却, 取出。得到澄清的消解溶液, 置于电热板上赶酸至近干, 去离子水定容至 50 mL, 同法制备试剂空白。

■ 结果讨论

2.1 线性方程和检出限

对元素 Cr 系列标准溶液进行测定，标准曲线如下图：



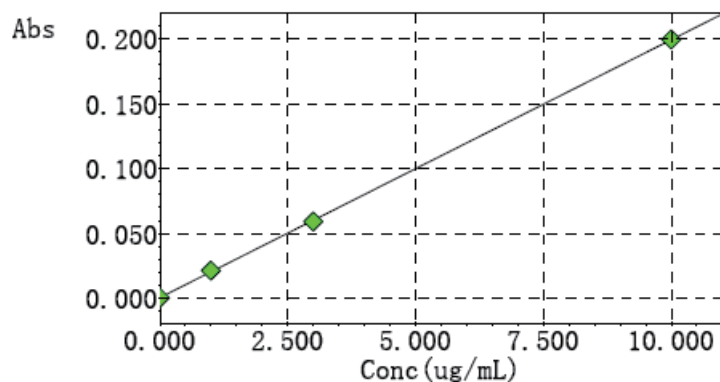
$$\text{Abs}=0.091380\text{Conc}+0.0036800$$

$$r=0.9994$$

图3 Cr的标准曲线

在 0.00 ~ 3.00 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内，Cr 的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9994$ 。按照实验方法，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铬的方法检出限分别为：0.0131 mg/Kg。

对 Pb 系列标准溶液进行测定，标准曲线如下图：



$$\text{Abs}=0.019880\text{Conc}+0.00059672$$

$$r=1.0000$$

图4 Pb的标准曲线

在 0.00 ~ 10 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内，Pb 的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=1.0000$ 。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铅的方法检出限为：0.0151 mg/Kg。

2.2 样品测定结果

分别称取3份污泥样品,3份土壤样品做平行,样品命名为1#、2#、3#,分别测定试样中的铅铬含量,其结果见表2。

表2 样品分析结果

样品名称元素		1# (mg/Kg)	2# (mg/Kg)	3# (mg/Kg)	平均值 (mg/Kg)	RSD (%)
污泥	Cr	15.67	15.78	15.36	15.60	1.39
	Pb	68.19	67.79	74.18	70.05	5.11
土壤	Cr	13.67	14.52	14.23	13.76	3.06
	Pb	58.76	59.47	62.69	60.31	3.47

实验数据表明,该实验平行性良好。

2.3 加标回收实验

以同样的方法进行前处理,以3次平行数据的平均值作为加标前的数值,进行了加标回收率实验,其结果见表3。

表3 样品回收试验结果

样品名称元素		平均值 (mg/Kg)	加标量 (mg/Kg)	测定值 (mg/Kg)	回收率 (%)
污泥	Cr	15.60	15	30.82	101.46
	Pb	70.05	60	131.32	102.12
土壤	Cr	13.76	15	28.28	96.80
	Pb	60.31	60	120.98	101.12

结论

本方法采用微波消解污泥和土壤样品,使用火焰原子吸收分光光度法测定铅和铬的含量,测定结果值平行性良好。结果发现,该污泥中Cr和Pb比土壤样品中含量略高,上述样品均远远低于《GB19818-2002 农用污泥中污染物控制标准》中的最大限值($Cr \leq 1000 \text{ mg/Kg}$; $Pb \leq 1000 \text{ mg/Kg}$)。该方法操作简便,完全满足污泥和土壤样品的分析要求。