

原子吸收分光光度法测定固定废弃物铬渣中的总铬含量

AAS-029

摘要：参考“十二五”环境《固体废物总铬的测定火焰原子吸收分光光度法》标准（替代 GB/T 15555.6-1995），测定了 GSB07-1019-1999 铬渣标准样品中的总铬含量。实验结果表明，在 0.00 ~ 5.00 mg/L 范围内线性关系良好，相关系数 $r=0.9997$ ，称样量为 0.2 g 时，方法检出限为 3.75 mg/Kg，加标回收率在 99.52% ~ 100.00% 之间，该方法可准确快速的测定固体废弃物铬渣样品中的总铬含量。

关键词：十二五 环境 固体废弃物 铬渣 原子吸收

铬渣属于重金属危险废物，其中含有的六价铬(Cr^{6+})易溶且不稳定，具有强氧化毒性，可以对人体、农作物机体造成损伤。研究表明，铬渣中含有的铬酸钙（属六价铬）还具有较强的致癌和致突变特性。据国家环保部 2011 年 6 月发布的《2010 年中国环境状况公报》统计，截至 2010 年底，全国累计处置铬渣超过 300 万吨。列入整治方案的 19 个省（自治区、直辖市）中，河北、江苏、浙江、山东、湖北、重庆和陕西等 7 个省（直辖市）的铬渣已全部处置完毕。但尚有 12 个省市自治区（天津、山西、内蒙古、辽宁、吉林、河南、湖南、四川、云南、甘肃、青海、新疆）堆存着铬渣，数量大约 100 万吨。重金属造成的环境污染危害日益凸显，是当前亟待妥善解决的突出环境问题。2012 年年初，国务院就已正式批复《重金属污染综合防治“十二五”规划》（简称《规划》），这是我国出台的第一个“十二五”专项规划，充分体现了党中央、国务院对重金属污染防治的高度重视。本方法使用 GSB07-1019-1999 铬渣标准样品，验证了十二五最新《固体废物总铬的测定火焰原子吸收分光光度法》标准。

实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品（30% 硝酸浸泡 24 小时）；实验所用酸均为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

准确称取 0.2 g（精确至 0.0002 g）固体废弃物样品于微波消解罐种，用少量水润湿后加入 3 mL 浓 HNO_3 、1 mL 浓 HCl 和 1 mL $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ （ $w=5\%$ ）进行微波消解（表 1：微波消解条件），冷却后将试液转移至 50 mL 聚四氟乙烯烧杯中，控制电热板稳定，使样品保持微沸，驱赶白烟，取下烧杯稍冷，加入 2 mL 去离子水、2 mL H_2O_2 ，然后再电热板上继续加热，持续分次加热 1 mL H_2O_2 ，至沸腾现象不再产生或反应稳定，持续加热至内容物呈粘稠状。取下烧杯，加入 HCl 溶液 3 mL（1+2），温热解可溶性残渣，全量移至 50 mL 容量瓶中，加入 5 mL NH_4Cl （ $w=10\%$ ）溶液，去离子水定容，待测。同法制备空白。

表 1 微波消解条件

程序	升温时间 (min)	消解温度 (°C)	保持时间 (min)
第一步	10	室温 ~160	5
第二步	10	165~160	5

■ 结果与讨论

2.1 仪器工作参数

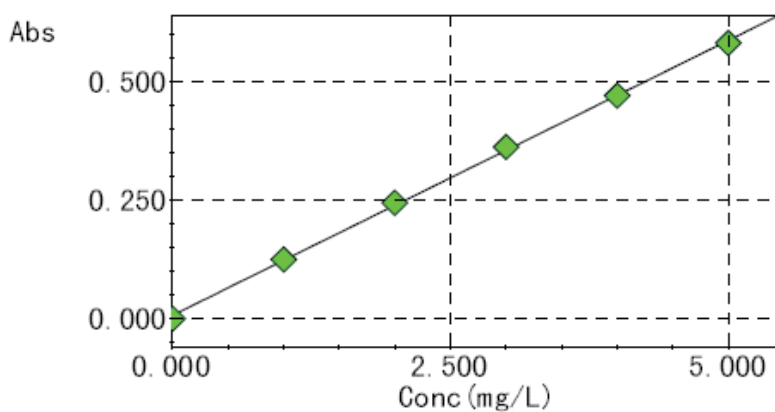
实验测定参数，请见表 2：

表 2 实验测定参数

元素	Cr
测定波长	357.90 nm
狭缝宽度	0.7 nm
灯电流	10 mA
电灯方式	BGC-D2
燃气流量	3.2 L/min
助燃气流量	15 L/min

2.2 标准曲线及检出限

配制 0.00,1.00,2.00,3.00,4.00 和 5.00 mg/L 铬的标准溶液，得到元素铬的工作曲线，如图 1。



$$\text{Abs}=0.11623\text{Conc}+0.0070857$$

$$r=0.9997$$

图 1 铬元素标准曲线

在 0.00 ~ 5.00 mg/L 浓度范围内，铬的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9997$ 。按照实验方法，称样量 0.2 g 时，该方法检出限为 3.75 mg/Kg。

2.3 样品测定结果

分别称取 GSB07-1019-1999 铬渣标准样品 2 份，微波消解定容到 50 mL 后，稀释 40 倍后分别测定试样中的铬含量，其结果见表 3。

表3 铬渣标准样品中铬元素的分析结果

样品名称	称样量 (g)	测定结果 (mg/L)	样品含量 (%)	标准含量 (%)	RSD (%)
铬渣标准样品	0.2012	3.21	3.21	3.21	0.88
铬渣标准样品	0.2018	3.21	3.21	3.21	0.76

该实验方法测定结果与 GSB07-1019-1999 铬渣标准样品的标准含量值相同。

2.4 加标回收实验

以同样的方法对铬渣样品进行前处理，样品前处理前，对 GSB07-1019-1999 铬渣标准样品进行了加标（加入 Cr 标准溶液 40 mg/L）回收率实验，其结果见表 4。

表4 铬渣标准样品的回收率

样品名称	加标前 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后 (mg/L)	回收率 (%)
铬渣标准样品	3.21	1.00	4.22	100.00
铬渣标准样品	3.21	1.00	4.19	99.52

结论

本文参考“十二五”环境《固体废物总铬的测定火焰原子吸收分光光度法》标准（替代 GB/T 15555.6-1995），测定了 GSB07-1019-1999 铬渣标准样品中的总铬含量。实验结果表明，在 0.00 ~ 5.00 mg/L 范围内线性关系良好，相关系数 $r=0.9997$ ，方法检出限为 3.75 mg/Kg，加标回收率在 99.52% ~ 100.00% 之间，该方法可准确快速的测定固体废弃物铬渣样品中的总铬含量。