

ICP - AES 法测定工业污泥中铜、铅、锌、镉

杨叶青

(福建省三明市环境监测站 福建 365000)

摘要 本文利用 IRIS/AP - ICP - AES 同时测定工业污泥中的铜、铅、锌、镉,对波长、入射功率、雾化压力、提升量等分析条件进行优化。样品中的干扰因子通过谱线的背景校正方法予以消除。操作简便,结果准确。

关键词 ICP/AP-ICP-AES 工业污泥 Cu Pb Cd Zn 测定

前言

目前,对重金属元素测定多采用极谱法、原子吸收光谱法或其他的化学分析法进行测定,但不管上述哪种方法都不能做到同时测定多种元素和存在离子的干扰问题,如极谱法需加入支持电解质;原子吸收法需加入干扰抑制剂进行消除,操作繁琐,费时。本文介绍的方法是将工业污泥进行自然风干,筛分制备污泥样品,经烘干,硝酸-氢氟酸-高氯酸消解后,用 IRIS/AP - ICP - AES 同时测定 Cu、Pb Zn Cd 4 种元素,无需化学分离、操作简便、快速、被测元素无明显干扰、方法灵敏、结果令人满意。

1 实验部分

1.1 实验仪器和试剂

美国 TA 公司 IRIS/AP 全谱直读等离子光谱仪;CID 电荷注入式检测器

HNO_3 (G R) HClO_4 (G R) HF (G R)

去离子水 > 10Mcm(20) 中国环境监测总站的标准储备液和混合标样(0118)

1.2 仪器工作条件

经试验分析比较,仪器的最佳工作条件:功率 1150W;频率 27.12MHz;雾化器压力 2.07×10^5 Pa;积分时间低波 10s,高波 5s;冷却气 14L/min;辅助气 0.5L/min;提升量 1.76mg/min。

1.3 实验处理

1.3.1 干污泥样品的制备 将污泥样品置阴凉、通风处晾干,平铺于硬质白纸板上,用玻璃棒压散(勿破坏自然粒径),用玛瑙研磨到样品全部通过 100~200 目筛(尼龙制品网筛)。

1.3.2 污泥的消解处理 称取已风干的污泥样品 2.5g 置于聚四氟乙烯烧杯中,加浓硝酸 2.5mL,

待剧烈反应停止后,移至低温电热板上,加热分解,如反应过程中产生棕黄色烟,应反复补加适量 HNO_3 ,加热分解到不产生棕黄色烟为止。取下。稍冷,加入氢氟酸 2mL 加热煮沸,取下,稍冷。然后再加高氯酸 1mL 蒸发至近干,残渣为灰白色,冷却加入硝酸(1+1)1mL 和少量去离子水,煮沸溶解残渣,通过 0.45mm 孔径的滤膜过滤到 25mL 的比色管中水洗定容。

2 结果与讨论

2.1 功率的影响

实验结果表明,被测元素随入射功率的增大,对应谱线强度增大,但功率增大,信噪比有所下降。综合考虑,选取功率为 1150W 较合适。

2.2 雾化压力的选择

在其它条件不变的情况下,改变雾化器压力,通过实验发现 Cd 和 Zn 随雾化压力的增大,强度有所下降,而相对标准偏差却有所增大。经过优化比较,选择雾化压力为 2.07×10^5 Pa 为佳。

2.3 提升量的影响

实验表明,提升量在 1.48~2.03mL/min 之间时,被测元素谱线的强度变化不大。本法选择提升量为 1.76mL/min。

2.4 元素的干扰及消除

利用仪器上显示的谱线干扰“对话”框中被测元素谱线的强度及存在的干扰线进行筛选²,用混合标准和单一标准进行扫描对比,优选出干扰最小的谱线作为待测元素的被测谱线。试样中其它的干扰因子可应用背景校正的办法进行消除。

2.5 元素的线性范围

优选出来的元素谱线的线性范围(见表 1)。

表 1 元素的线性范围

元素	谱线 (nm)	级次	线性范围 (mg/L)	相关系数
Cd	214.4	120	0 ~ 1.0	0.9999
Cu	324.7	80	0 ~ 2.5	0.9999
Pb	220.3	117	0 ~ 5.0	0.9999
Zn	213.8	121	0 ~ 2.5	0.9999

2.6 精密度试验

按本法平等测定样品 6 次,测定污泥样品中铜、锌、铅、镉(见表 2)。

表 2 方法的精密度试验 (n = 6)

元素	测定值 (mg/kg)			平均值 (mg/kg)	标准偏差	相对标准偏差
Cu	450	454	448	451	3.13	0.69
	453	446	452			
Pb	118	123	124	121	3.90	3.20
	126	116	119			
Zn	421	417	419	4.20	3.22	0.76
	126	116	119			
Cd	5.32	5.40	5.35	5.36	0.03	0.56
	5.38	5.34	5.37			

2.7 样品加标回收率试验

称取干污泥样品 0.5g,加入一定量标准溶液,按试验消解分析步骤进行测定,测得回收率结果(见表 3)。

表 3 样品加标回收率试验

元素	样品含量 (mg/kg)	加入量 (mg/kg)	测得总量 (mg/kg)	回收率 (%)
Cu	451	100	553	100.4
Zn	420	100	518	99.6
Pb	121	50	169	98.3
Cd	5.36	10	15.28	99.5

综上所述,可看出运用 ICP/AP - ICP - AES 测定污泥中 Cu、Pb、Zn、Cd 介质干扰少,操作简便,精密度高,结果准确,完全适用于工业污泥中的 Cu、Pb、Zn、Cd 重金属的测定。

参考文献

- 1 沈兰荪. ICP - AES 光谱干扰校正方法的研究,北京:北京工业大学出版社,1997
- 2 魏复盛. 水和废水监测分析方法指南,北京:中国环境出版社,1994

ICP - AES measure Cu Pb Zn Cd in the industry sludge

Yang Yeqing

(Environmental protection bureau of Sanming city, Sanming 365000)

Abstract In this paper Cu Pb Zn Cd in the industry sludge were simultaneously measured using IRIS/AP - ICP - AES. The experimetal conditions were optimized including wave lengths, the power of the incounting light, the nebulizer pressure and the amount of injection analyte. The inference paramelers from samples were eliminated through the background correction of wavelight. It offered a simple operation and accurate results.

Key words IRIS/AP - ICP - AES Industry Sludge Cu Pb Zn Cd Measurement

(下接第 40 页)

Bilateral Symposium on Intelligent Electrophotonic Materials & Molecular Electronics, 9596, Oct, 17 - 18, 2002, Beijing, P. R. China

16 R. - Q. Zhang, Y. Lifshitz, S. - T. Lee, "Oxide - assisted growth of semiconducting nanowires", Advanced Materials,

2003, 15(7 - 8): 635 ~ 640

17 Q. G. ,H. Dang J. Cao ,et al, "Silicon nanowires grown on iron - patterned silicon substrates", Applied physics Letters, 2000, 76(21): 3020 ~ 3021

18 Y. Cui ,L. J. Lauhon, M. S. Gudlksen ,et al. , "Diameter - controlled synthesized of single - crystal silicon nanowires", Applied physics Letters, 2001, 78(15): 2214 ~ 2216

Improvements of ultrahigh vacuum electron beam evaporation system and its new aplications in nanotechnology

Wang Yinchuan Xu Xiangdong

(College of Chemistry & Molecular Engineering, Peking University, Beijing, 100871, China)

Abstract The disadvantages of ULS 400 electron beam evaporation (EBE) system limit its further applications, especially in the productions of desirable nanostructures. In order to solve these problems, we designed and installed a constant temperature controller. With this peculiar controller, EBE can be applied specially in synthesizing desirable nanomaterials. We opened up a new route to large - scale production of high - quality nanomaterials in ultrahigh vacuum. The works indicate new applications of EBE in nanotechnology.

Key Words Ultrahigh vacuum system Electron beam evaporation Constant temperature controlle ~ nanotechnology.