

联合消解 - 原子吸收法测定垃圾中重金属元素含量

高智席, 吴艳红, 薛永富 (遵义师范学院化学系, 贵州遵义 563002)

摘要 [目的]探讨采用盐酸-硝酸-高氯酸消解-原子吸收法测定垃圾中 Pb、Cu、Mn 含量的方法。[方法]采用硝酸-盐酸-高氯酸消解垃圾样品,并用火焰原子吸收分光光度法测定遵义市垃圾中 Pb、Cu、Mn 的含量。[结果]垃圾中 Pb、Cu、Mn 的含量均比黄土中的含量高,相对标准偏差均小于 2.0%。以硝酸-盐酸-高氯酸消解垃圾样品,火焰原子吸收分光光度法测定样品中的 Pb、Cu、Mn 的含量,无论在时间上、程序上都要简单方便,适合大批量样品多种元素的测定。该方法准确、快速、简便,用于垃圾中 Pb、Cu、Mn 含量的测定,结果令人满意。[结论]以硝酸-盐酸-高氯酸消解垃圾样品,火焰原子吸收分光光度法测定样品中的 Pb、Cu、Mn 含量的方法可行。

关键词 原子吸收光度法;遵义市;垃圾;联合消解;重金属

中图分类号 X705 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2009)31-15108-02

Research on the Determination of Heavy Metal Content in the Refuse with the Method of Joint Digestion-atomic Absorption

GAO Zhi-xi et al (Department of Chemistry, Zunyi Normal College, Zunyi, Guizhou 563002)

Abstract [Objective] The testing method of the content of Pb, Cu and Mn in garbage with the hydrochloric acid-nitric acid-perchloric acid digestion was explored. [Method] The samples of refuse were digested by the nitric acid-hydrochloric acid-perchloric acid and the content of Pb, Cu and Mn in garbage in Zunyi City was determined with the flame atomic absorption spectrophotometric method. [Results] The content of Pb, Cu, Mn in garbage was more than that in the loess and the relative standard deviation was less than 2.0%. The method was simple, convenient and suitable for the determination for a variety of samples and a large amount in both time-consuming and procedure. The test result from the method was satisfied. [Conclusion] It was feasible to digest samples of refuse with nitric acid-hydrochloric acid-perchloric acid ion and to determine the content of Pb, Cu and Mn with the flame atomic absorption spectrophotometric method.

Key words Atomic absorption spectrophotometry; Zunyi City; Refuse; Joint reduction; Heavy metal

随着经济的增长,城市生活垃圾的数量日益增多,给环境带来很大的压力。重金属与其他许多污染物不同,在垃圾中一般不易随水移动,也不能被微生物分解,常在土壤中积累,甚至转化为毒性更强的化合物。它也可以通过植物吸收在植物体内富集、转化,对人类带来潜在的危害^[1]。重金属在土壤中的积累初期,往往不易被人们觉察,属于潜在危害,一旦毒性表现出来,就难以消除。重金属对土壤的污染与其他的环境污染相比,治理难度更大,污染危害也更大。处理后的垃圾可用作堆肥^[2],用作农作物及树木花草的肥料,但应控制垃圾堆肥产品的施用量,使进入土壤中的重金属含量在不危害农作物生长的范围之内。生活垃圾中含有的重金属元素主要有 Pb、Hg、Cr、Cd、As、Cu、Zn、Ni 等,测定重金属元素含量是生活垃圾无害化处理的重要参考之一。一般采用火焰原子吸收分光光度法^[3-7]测定重金属元素含量,但采用盐酸-硝酸-高氯酸^[8]消解-原子吸收法测定垃圾中 Pb、Cu、Mn 的含量尚未见文献报道。因此,笔者对其进行了研究。

1 材料与方

1.1 材料 TAS-986 原子吸收分光光度计(北京普析通用仪器公司),空心阴极灯,电子天平(SHIMAZU AUX220 Max 220 g Min 10 mg),Pb、Cu、Mn(100 μg/ml)标准溶液(标准溶液购自国家标准物质研究中心),硝酸(优级纯)、盐酸(优级纯)、高氯酸(优级纯)(遵义师范学院试剂厂),所有试验用水均为二次去离子水。

1.2 方法 垃圾样品经盐酸-硝酸-高氯酸消解,破坏垃圾中的矿物晶体,使试样中 Pb、Cu、Mn 以离子的形式进入试液中,将试液直接喷入空气-乙炔火焰中,用原子吸收分光

光度法直接测定垃圾样品中 Pb、Cu 和 Mn 的含量。

1.2.1 样品采集。采集样品使用梅花形采样法^[8],垃圾样品取样均在堆肥 20~30 cm 内,将不同距离、不同位置的堆肥土壤混合组成。同时,在遵义师范学院校园内采集基本未被污染的黄土作对比。

1.2.2 样品处理。把样品放在阴凉处风干,直到基本成干沙状,通过大孔径的筛子将大的杂质(如石子瓦片玻璃片等)筛出,将样品用研钵研磨,用 200 目分样筛筛出末状的土壤,采用四分法取样。

用电子分析天平准确称取用 200 目分样筛筛过的土壤 0.6 g 于 100 ml 锥形瓶中,用少量去离子水润湿,加入 15 ml 盐酸和 5 ml 硝酸,在电炉上煮沸,直至黄色浓烟冒尽,此时锥形瓶中大约剩余 1 ml 左右的微黄色液体,将锥形瓶取下冷却并过夜,再加入 10 ml 高氯酸,继续加热直到冒大量白烟,使试样至粘稠状。待试样冷却后加入少量去离子水,调低电炉温度,使试样中高氯酸完全挥发出来,此时的样品为灰白色,冷却,过滤,用浓度 1% 硝酸定容于 25 ml 容量瓶中,备用。黄土处理方法同样品。

1.2.3 仪器工作条件。将处理好的待测试液直接喷入原子吸收分光光度计,测定 Pb、Cu、Mn 的含量,其工作条件见表 1。

表 1 TSP-986 原子吸收分光光度计工作条件

Table 1 The working conditions of TSP-986 atomic absorption spectrophotometer

元素 Element	波长//nm Wavelength	灯电流//mA Lamp current	光谱通带//nm Spectrum passband	燃烧器高度//mm Burner height
Pb	283.3	2.0	0.4	5.0
Cu	324.7	2.0	0.2	6.0
Mn	279.5	2.0	0.2	5.0

1.2.4 标准曲线的绘制。

(1)标准溶液的配制。分别配制一系列 Pb、Cu、Mn 标准

溶液,其浓度均依次为:0、0.500、1.000、2.000、2.500 $\mu\text{g}/\text{ml}$,用火焰原子吸收分光光度法测得其吸光度,数据见表2。

表2 Pb、Cu、Mn的浓度和吸光度 *Abs*

Table 2 The concentration of Pb, Cu and Mn

浓度// $\mu\text{g}/\text{ml}$ Concentration	Pb (<i>Abs</i>)	Cu(<i>Abs</i>)	Mn(<i>Abs</i>)
0	-0.001	-0.001	-0.001
0.500	0.016	0.108	0.142
1.000	0.033	0.208	0.268
1.500	0.048	0.300	0.369
2.000	0.064	0.387	0.475
2.500	0.080	0.473	0.569

(2)标准曲线的制作。按表2仪器工作条件分别测定Pb、Cu、Mn的标准系列液,由计算机处理后得出各种元素标准曲线的回归方程和相关系数(表3)。

表3 Pb、Cu、Mn标准曲线的回归方程和相关系数

Table 3 The regression equation and correlation coefficient of the standard curve of Pb, Cu and Mn

元素 Element	回归方程 Regression equation	相关系数 Correlation coefficient
Pb	$y=0.0322x-0.0003$	0.9996
Cu	$y=0.1885x+0.0102$	0.9978
Mn	$y=0.2254x+0.0220$	0.9941

2 结果与分析

2.1 试验条件的选择结果 试验结果表明,当盐酸:硝酸:高氯酸用量为3:1:2(15 ml 盐酸、5 ml 硝酸、10 ml 高氯酸)时,能有效地分解垃圾中的有机物及垃圾矿物晶体,且对火焰原子吸收分析无明显影响。

应用盐酸、硝酸、高氯酸分解样品时,如果直接用高温分解样品,将导致测定结果偏低。故选择先低温消解至有机物消解完全后,再用高温消解矿物晶体,直至垃圾消解完全。

2.2 样品分析结果 将遵义市垃圾中重金属元素测定结果与遵义师范学院校园内黄土中重金属元素含量进行对比,结果见表4。

表4 垃圾和黄土中重金属元素含量对比结果

Table 4 The contrast results of heavy metal content in garbage and loess

类别 Kinds	Pb	Cu	Mn
垃圾 Garbage	72.57	108.70	160.32
黄土 Loess	55.24	42.36	127.14

(上接第15090页)

参考文献

- [1] KLIPP E, HERWIG R, KOWALD A et al. Systems biology in practice: Concepts, implementation and application[M]. Berlin: Wiley-VCH, 2005.
- [2] CHAI L H, SHOJI M. Self-organization and self-similarity in boiling systems[J]. ASME J. Heat Transfer, 2002, 124(3): 507-515.
- [3] FENG Q Y, CHAI L H. A new statistical dynamic analysis on vegetation patterns in land ecosystems[J]. Physica A: Statistical Mechanics and Its Applications, 2008, 387(14): 3583-3593.
- [4] CHEN L M, CHAI L H. A theoretical analysis on self-organized formation of microbial biofilms[J]. Physica A: Statistical Mechanics and Its Appli-

由表4可知,垃圾中Pb、Cu、Mn元素含量均高过黄土中Pb、Cu、Mn元素含量。垃圾经处理后可用作堆肥,用作农作物及树木花草的肥料,因此,应控制垃圾堆肥产品的施用量,使进入土壤中的重金属数量在不危害农作物的范围之内,防止Pb、Cu、Mn对植物以及对人类健康的危害。

2.3 精密度的测定结果 选用不同含量的垃圾样品,按样品处理及分析步骤用火焰原子吸收分光光度法测得Pb、Cu、Mn质量浓度并计算其相对标准偏差,结果相对标准偏差分别为1.924 3%、0.481 8%、0.095 9%。所测得的3种重金属元素的相对标准偏差均小于2.0%,由此可见用该方法测定重金属含量的精密度较高。

3 结论与讨论

(1)以硝酸-盐酸-高氯酸消解垃圾样品,火焰原子吸收分光光度法测定样品中Pb、Cu、Mn的含量,无论在时间上、程序上都要简单方便,适合大批量样品多种元素的测定。

(2)对垃圾和黄土中重金属元素含量的比较结果表明,垃圾中Pb、Cu、Mn的含量均高于黄土中Pb、Cu、Mn的含量,因此在用处理后的垃圾作堆肥种植树木花草时要注意Pb、Cu、Mn对植物以及对人类健康的危害。

(3)试验结果表明,采用盐酸-硝酸-高氯酸消解-原子吸收分光光度法所测的重金属质量浓度相对标准偏差均小于2.0%,说明该方法灵敏、快速、准确、可靠,用于垃圾中Pb、Cu、Mn含量的测定,结果令人满意。

参考文献

- [1] 丛艳国,魏立华. 土壤环境重金属污染物来源的现状分析[J]. 现代化农业, 2002(1): 18-20.
- [2] 魏复盛. 空气污染对呼吸健康影响研究[M]. 北京: 中国环境科学出版社出版社, 2001.
- [3] 傅昀, 赵黔榕, 方绮军. 原子吸收直接测定土壤中的铅[J]. 土壤通报, 2001, 32(1): 47-48, 50.
- [4] 奚旦立, 孙裕生, 刘秀英. 环境监测[M]. 北京: 高等教育出版社, 1995.
- [5] 中国标准出版社. 中华人民共和国国家标准. 土壤质量铅、镉的测定 KI-MIBK 萃取火焰原子吸收分光光度法(GB/T17140-1997)[S]. 北京: 中国环境科学出版社, 1997.
- [6] EDZARD ERNST. Toxic heavy metal and undeclared drugs in asian herbal medicine[J]. Trends in Pharmacological Sciences, 2002, 23(3): 136-139.
- [7] 中国科学院南京土壤研究所微量元素组. 土壤和植物中微量元素分析方法[M]. 北京: 科学出版社, 1979.
- [8] 尚久方, 林长青. 环境污染分析方法[M]. 2版. 北京: 科学出版社, 1987.
- [9] GAO S J. 6 Determination of the trace element contents in plants using atomic absorption spectrophotometer[J]. Agricultural Science & Technology, 2008, 9(2): 6-9.
- [10] ... cations, 2006, 370(2): 793-807.
- [11] 黄京飞, 刘次全. 蛋白质的分形及其与进化关系的研究[J]. 动物学研究, 1997, 18(2): 229-234.
- [12] GOODMAN M, MOOR G W, MASUDA G. Darwinian evolution in the genealogy of haemoglobin[J]. Nature, 1975, 253(5493): 603-608.
- [13] FENG D F, KRAUT J, ROBERTUS et al. Chymotrypsinogen: a crystal structure, comparison with chymotrypsin, and implications for zymogen activation[J]. Biochemistry, 1980, 9: 1977-2009.
- [14] JOHNSON M S, SUTCLIFFE M J, BLUNDELL T L. Molecular anatomy: Phyletic relationships derived from three-dimensional structures of proteins[J]. Mol. col, 1990, 30(1): 43-59.