

## 微波消解-ICP-OES 测定废水中 8 种重金属元素

北京莱伯泰科仪器股份有限公司

### 摘要:

本文采用硝酸+盐酸+过氧化氢辅以微波消解的样品前处理技术, 结合 ICP-OES 法测定废水中 Pb、Cd、Cr、As、Se、Cu、Ni、Hg 等 8 种重金属元素, 方法检出限为 0.023~0.089mg/L, RSD 为 2.37~4.25%, 加标回收率为 84.1~107.6%。结果表明, 微波消解样品处理具有较好的准确性和重现性、操作简单、快速高效、污染小、检出限低、基体干扰小等优点, 可用于废水样品的批量分析。

**关键词:** ICP-OES 微波消解 废水

### 1、前言

随着现代工业的发展和人类生活水平的提高, 越来越多的重金属污染物被排放到地表水中。地震、泥石流等自然灾害也可能导致地下、地上的矿物大量浸入地表水, 上游的化工厂等一旦被破坏, 更是会严重污染水源, 造成水中重金属元素超标, 威胁人类健康。准确测定废水中重金属含量是废水治理中重要的一环, 对如何合理选择治理方案, 评估治理结果及后续工作的开展具有重要的指导作用。



分光光度法、原子荧光法、原子吸收光谱法、电感耦合等离子体发射光谱法被广泛应用于废水中金属元素的测定。但是, 分光光度法、原子吸收光谱法、原子荧光法只能单元素逐一测定, 且不同元素需要不同的前处理方法, 测定多个元素耗时时间长, 工作效率低。电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-OES), 具有多元素同时测定, 检出限低, 精密度高、干扰小等优点, 并且分析时间短, 准确度高, 线性范围宽, 广泛用于水中重金属含量的测定。

### 2、实验部分

**北京莱伯泰科仪器股份有限公司**

地址: 北京顺义区空港工业区B区安庆大街6号

电话: 010-80486450

传真: 010-80486354

## 2.1 主要仪器与试剂

ETHOS UP 微波消解仪（意大利 MILESTONE 公司）

iCAP7400 电感耦合等离子体发射光谱仪（美国赛默飞世尔科技有限公司）

10mg/L 等离子发射光谱分析混合离子标准物质（Pb、Cd、Cr、As、Se、Cu、Ni）上海市计量院测试技术研究院

GBW(E)080124 汞单元素标准溶液 100mg/L

硝酸、盐酸、过氧化氢优级纯

实验室用水为超纯水。

## 2.2 标准曲线的配制

分别吸取 0, 0.50, 1.00, 2.50, 5.00, 10.00mL 混合标准溶液和 0, 0.05, 0.10, 0.25, 0.50, 1.00mL 汞元素标准溶液于 50mL 容量瓶中，用 3%的硝酸定容，最终得到浓度分别为 0.00, 0.10, 0.20, 0.50, 1.00, 2.00mg/L 的标准溶液。

## 2.3 实验步骤

吸取 25mL 废水于微波消解罐中，然后加入 2.5mL 硝酸，2.5mL 盐酸和 2mL 过氧化氢。另取 1 个消解罐做空白实验。安装好消解罐，设置消解程序如表 1。消解完成后，待消解罐冷却至室温后再通风柜内打开消解罐，用去离子水定容至 50mL。

表 1 微波消解条件

步骤	时间 t/min	功率 P/W	温度 °C
1	5	1800	120
2	5	1800	120
3	5	1800	180
4	15	1800	180

## 2.4 仪器工作条件

冲洗泵速 100rpm；分析泵速 50rpm；RF 功率 1150W；雾化器流量 0.5L/min；辅助气流量 0.5L/min；冷却气流量 12L/min。

# 3、微波消解-ICP-OES 法测定废水重金属的线性范围、准确度、精密度和检出限

## 3.1 线性范围

用浓度为 0.00mg/L, 0.10mg/L, 0.20mg/L, 0.50mg/L, 1.00mg/L, 2.00mg/L 的标准溶液, 做标准曲线。

表 2 各元素的曲线拟合方程

元素	曲线拟合方程	相关系数
Pb	$y=866.6x+8.3$	0.9999
Cd	$y=45192x+245.5$	0.9999
As	$y=1974.4x+34.8$	0.9998
Se	$y=2246.8x+53.9$	0.9999
Cu	$y=33768x+299.7$	0.9999
Ni	$y=13515x+102.7$	0.9999
Hg	$y=5482.6x+76.3$	0.9995
Cr	$y=33132x+249.7$	0.9999

《污水综合排放标准》中第一类污染物最高允许排放的浓度要求, 各重金属限值在 0.05~1.5mg/L。因此选择以上浓度点来做标准曲线。由上表可知, 待测的 8 个重金属元素的相关系数都在 0.995 以上。

### 3.2 方法的检出限

方法的检出限通过分析检测连续的 11 个测试空白进行计算。计算公式为:  $MDL=3s$ ,  $s$  指连续 11 次测试空白的标准偏差, 结果见表 3。

表 3 ICP-OES 测定水中各元素的方法检出限 (mg/L)

测定元素	检出限	测定元素	检出限
Pb	0.079	Cu	0.089
Cd	0.043	Ni	0.031
As	0.028	Hg	0.027
Se	0.032	Cr	0.023

各元素的检出限在 0.023~0.089mg/L 之间, 低于《污水综合排放标准》第一类污染物最高允许排放浓度要求中各种金属元素的限值, 符合分析要求。

### 3.3 方法精密度与准确度实验

取一所采水样, 加入标准溶液, 原样和加标样分别测定 6 次, 计算精密度和回收率, 测

试验结果见表4，加标回收率在84.1~107.6%之间，RSD为2.37~4.25%。

表4 加标回收试验

元素	本底值 (mg/L)	加标量 (mg/L)	测定值 (mg/L)	回收率/%	RSD/%
Pb	0.2117	0.2000	0.4187	103.5	2.57
Cd	0.1924	0.2000	0.3878	97.7	2.37
As	0.1578	0.2000	0.3567	99.5	3.02
Se	0.1908	0.2000	0.3865	97.9	2.92
Cu	0.2122	0.2000	0.4034	95.6	2.87
Ni	0.2202	0.2000	0.4103	95.0	2.73
Hg	0.1511	0.2000	0.3193	84.1	4.25
Cr	0.1915	0.2000	0.4068	107.6	2.64

### 3.4 结论

微波消解-ICP-OES法是测定废水中重金属的有效方法。该方法消解时间短，试剂用量少，检出限低，具有良好的精密度和准确度，加标回收率结果满意，完全满足当前环境监测中测定废水中重金属含量的要求。

#### 参考方法：

污水综合排放标准

撰稿人：唐江红