

对固体废物重金属总量测定微波消解特殊情况的处理研究

杨晓晶, 毛伟全

云南省生态环境厅驻临沧市生态环境监测站, 云南 临沧

收稿日期: 2023年11月1日; 录用日期: 2023年12月1日; 发布日期: 2023年12月8日

摘要

对固体废弃物按《固体废物22种金属元素的测定电感耦合等离子体发射光谱法》(HJ 781-2016)方法对固体废物总量测定前处理微波消解法进行检测: 浓硝酸、浓盐酸、氢氟酸、过氧化氢。在实验过程中固废在处理过程中在加完四酸后产生大量泡沫并外溢出消解罐而无法继续进行微波消解(方法提示: 有机质含量较高的样品, 需要提前加入5 ml浓硝酸浸泡过夜), 但是部分含量高的样品浸泡过夜仍然反映剧烈, 出现泡沫外溢情况通过实验采用3酸: 浓硝酸、浓盐酸、氢氟酸进行前处理后按分析方法进行前处理后上机分析通过方法的质量保证书和质量控制, 分析结果满意, 解决了富含有机物(具体不明)的固体废物前处理的障碍, 为有机物固体废物测量重金属总量微波消解过程出现特殊情况, 无法继续进行分析方法寻找到解决方法。

关键词

固体废物, 重金属, 微波消解

Study on the Treatment of the Special Situation of Microwave Digestion for the Determination of the Total Amount of Heavy Metals in Solid Waste

Xiaojing Yang, Weiquan Mao

Ecological Environment Monitoring Station of Yunnan Provincial Department of Ecology and Environment in Lincang City, Lincang Yunnan

Received: Nov. 1st, 2023; accepted: Dec. 1st, 2023; published: Dec. 8th, 2023

Abstract

The solid waste is detected according to the method of “*Determination of 22 Metal Elements in Solid Waste by Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometry*” (HJ 781-2016) to determine the total amount of solid waste by pretreatment microwave digestion method: concentrated nitric acid, concentrated hydrochloric acid, hydrofluoric acid, hydrogen peroxide. During the experiment, the solid waste produced a large amount of foam after adding the tetra-acid during the treatment process and overflowed the digestion tank, making it impossible to continue microwave digestion. (Method Tip: Samples with high organic matter content need to be soaked overnight by adding 5ml of concentrated nitric acid in advance). However, some samples with high organic matter content still react violently and foam overflow occurs after soaking overnight. Through the experiment, three acids: concentrated nitric acid, concentrated hydrochloric acid, and hydrofluoric acid were used for pretreatment, followed by pretreatment according to the analysis method, and then analyzed on the computer. The quality assurance and quality control of the method were passed. The analysis results were satisfactory, and the problem of rich organic matter (specifically unknown) obstacles in the pre-treatment of solid waste, for the measurement of the total amount of heavy metals in organic solid waste, there are special circumstances in the microwave digestion process, and it is impossible to continue the analysis method to find a solution.

Keywords

Solid Waste, Heavy Metals, Microwave Digestion

Copyright © 2023 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

依据中华人民共和国固体废物污染防治法国家对固体废物的监管方法和力度都不断完善, 监管需要各类技术支持, 其中通过对固体废物成分含量结果来进行对固体废物分类和采用不同的监管措施, 对固体废物的含量分析, 采用《固体废物 22 种金属元素的测定电感耦合等离子体发射光谱法》(HJ 781-2016) [1]来对固体废物进行重金属总量和浸出液浓度的测量。该方法中重金属总量测量前处理方法有两种: 1) 微波消解法。2) 电热板消解法, 微波消解作为一种高效的样品前处理方法, 能够很好的满足现代仪器分析对样品前处理过程的要求, 具备加热速度快、加热均匀、试剂用量少、低空白、节能高效等优点[2]。尤其在易挥发元素的分析检测中可以很好的保持样品完整性, 具备很高的样品回收率。采用该标准前处理方法在对农业部门提供的资质认定盲样考核样进行分析, 按前处理方法加入浓硝酸、浓盐酸、氢氟酸和过氧化氢后, 产生大量泡沫并外溢出消解罐, 而无法继续进行微波消解, 经过多次的前处理实验, 过氧化氢在微波消解过程起到加强氧化性, 使样品消解更加充分, 实验加入 3 种酸: 浓硝酸、浓盐酸、氢氟酸液体没有发生剧烈反映, 而加入过氧化氢后即发生剧烈产生大量泡沫, 不断带着样品外溢出消解罐, 加酸的前后顺序改变后也无法解决, 实验在不加入过氧化氢的情况下实验采用 3 种酸: 浓硝酸、浓盐酸、氢氟酸按方法要求的量加入后进入微波消解后, 按方法要求处理完成, 待测。

2. 材料和方法

2.1. 仪器设备

iCAP6300 Duo (赛默飞(中国)科技有限公司), 微波消解仪 WX-8000 (上海), 电子天平 SQP/PRACTUM224-1CN (德国赛多利斯集团)等。

主要试剂: 见表 1。

Table 1. List of reagents and solvents used

表 1. 使用试剂及溶剂一览表

名称	生产厂家、规格	纯化处理方法	备注
EMSURERea, PhEuriSO 65%硝酸	默克股份两合公司, 64271 达姆施塔特市德国、分析纯	—	
浓盐酸	四川西陇化工有限公司 500 mL 优级纯	—	
30%过氧化氢	重庆川东化工(集团)有限公司 500 mL 优级纯	—	
氢氟酸	重庆川东化工(集团)有限公司 500 mL 优级纯	—	
高氯酸	天津市鑫源化工有限公司 500 mL 优级纯	—	

2.2. 标准物质

工作曲线标准物质和标准固废及考核盲样品来源见表 2。

Table 2. Standard materials, standard solid waste and blind assessment samples

表 2. 标准物质、标准固废及考核盲样

名称	生产厂家、规格	纯化处理方法	备注
As、Be、Cd、Mo、Ni、Pb、Sb、 Se、Tl、V 多元素标准溶液	GNM-M103822-2013 国家有色金属及电子材料分 析测试中心/2023 年 09 月 04 日	—	
B、Ba、Co、Cu、Fe、Mn、Ti、Zn 多元素标准溶液	GNM-M083821-2013 国家有色金属及电子材料分 析测试中心/2023 年 09 月 04 日	—	
固体废物中 22 种重金属质量控制物质	RMU026a 东莞市精析标物计量科技有限公司 /2023 年 12 月	—	
盲样	云南省资质认定复审中心评审组		

2.3. 样品消解

固体废物试样微波消解法: 按《固体废物 22 种金属元素的测定电感耦合等离子体发射光谱法》(HJ 781-2016) [1]方法要求称取已经制备好的样品 0.1~0.5 g (精确至 0.0001 g), 置于微波消解罐中, 用少量水润湿后加入 9 ml 浓硝酸、2 ml 浓盐酸和 3 ml 氢氟酸, 不再按方法加 30%过氧化氢, 放入微波消解仪升温至 180°C 保持 16 分钟, 样品冷却 15 分钟后取出, 用少量实验用水将微波消解罐中全部内容物转移至 50 ml 聚四氟乙烯坩埚中, 加入高氯酸 2 ml, 置于电热板上加热至 180°C [3]。

3. 结果与结论

3.1. 分析结果及评价

3.1.1. 分析结果

实验选择测定固体废物中的三个元素锌、镉、镍的总量, 来进行分析说明, 样品(固体废物盲样、固体废物质控样品)按 1.3 消解后, 样品经过 ICP (iCAP6300 Duo)测定出各元素浓度, 通过和取样量的计算得到固体废物三个元素总量见表 3, 三个元素精密度的测试结果见表 4。

Table 3. Test results table of total amount of three elements zinc, cadmium and nickel in solid waste

表 3. 固体废物中的三个元素锌、镉、镍的总量测试结果表

固体废物中的元素	空白试验结果(mg/L)	方法要求(mg/L)	RMU026a 有证标物总量范围(mg/kg)	监测结果(mg/kg)	固体废物盲样范围(mg/kg)	监测结果(mg/kg)
总锌	0.015	0.03	248 ± 21	258	云南省资质认定	320
总镉	0.000	0.005	9.32 ± 0.88	10.2	复审中心评审组	21.3
总镍	0.001		105 ± 9.7	105	判定合格, 没有给出范围	171

Table 4. Total precision test results of the three elements zinc, cadmium and nickel in solid waste

表 4. 固体废物中的三个元素锌、镉、镍的总量精密度的测试结果表

固体废物中的元素	波长 nm	RMU026a 有证标物总量取样量(克)	监测结果(mg/kg)	相对偏差(%)	方法要求
总锌	213.8	0.3124	257	0.2	<35%
		0.2671	258		
总镉	228.8	0.3124	10.2	0.0	<35%
		0.2671	10.2		
总镍	341.4	0.3124	105	0.0	<35%
		0.2671	105		

3.1.2. 评价

按前处理方法, 不加导致反映剧烈而无法继续实验的过氧化氢, 完成前处理后按方法要求上机测定, 从表 3、表 4 测试结果说明, 在没有完全按《固体废物 22 种金属元素的测定电感耦合等离子体发射光谱法》(HJ 781-2016)前处理要求加过氧化氢消解, 固体废物的测定结果: 空白试验、精密度均达方法要求, 有证标物及固体废物盲样监测结果均在给定范围内, 准确度合格。

4. 结论

本文对固体废物重金属总量测定微波消解特殊情况: 加入过氧化氢后发生剧烈反映, 无法继续进行实验的情况, 采取 3 种: 浓硝酸、浓盐酸、氢氟酸进行消解, 按分析方法完成实验分析, 均达质量控制和质量保证要求, 采取该方法应对出现特殊情况下的一个处理方法, 来自不同生产工艺的固体废物成分复杂[4], 今后对在固体废物分析, 前处理过程中遇到的特殊情况, 采取处理方法使实验正常进行的一些应对措施, 探索和研究提供了思路。

参考文献

- [1] 环境保护部. 固体废物 22 种金属元素的测定 电感耦合等离子体发射光谱法: HJ 781-2016[S]. 2016.
- [2] 陈波, 陈素兰. 微波消解/ICP-AES 法分析冶炼厂固体废物中多种痕量重金属[C]//中国环境科学学会. 2013 中国环境科学学会学术年会论文集(第五卷), 2013: 5.

- [3] 钟跃汉, 王利华, 孙友宝, 等. ICP-AES 法测定固体废物中 22 种金属元素的含量[J]. 环境化学, 2016, 35(9): 1974-1976.
- [4] 李倩. 固体废物不同体系浸出液与全量消解液中重金属含量的研究[D]: [硕士学位论文]. 广州: 华南理工大学, 2015.