

微波消解-火焰原子吸收法测定污泥中的钙

1 前言

污泥是污水处理过程所产生的固体沉淀物质，是一种由有机残片、细菌菌体、无机颗粒、胶体等组成的极其复杂的非均质体。污泥的主要特性是含水率高（可高达 99%以上），有机物含量高，容易腐化发臭，并且颗粒较细，比重较小，呈胶状液态。可通过微波消解的方法对污泥进行前处理，本方法消解迅速，酸用量少，酸雾污染小，有利于后续检测设备对钙元素的准确快速测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

TANK PLUS 微波消解仪，TK-20 赶酸器，原子吸收光度计，钙空心阴极灯，分析天平(十万分之一)等



2.2 试剂

硝酸(68%)，盐酸(37%)，氢氟酸(40%)，钙标液

3 实验方法

3.1 样品制备

将采集后样品在实验室中风干、破碎、过筛、保存。样品采集、运输、制备和保存过程应避免沾污和待测元素损失。

3.2 取样

称取 3 组样品质量为 0.1g (精确至 0.1mg)

3.3 消解

分别加入 6mL 浓硝酸、2mL 浓盐酸和 1mL 的氢氟酸，同时做试剂空白，室温静置一段时间，待其反应完全后，则组装消解罐，按照如下设置参数进行消解：

阶段	温度/°C	压力/psi	升温时间/min	保温时间/min
1	150	350	8	2
2	180	350	3	2
3	210	350	5	20

3.4 赶酸定容

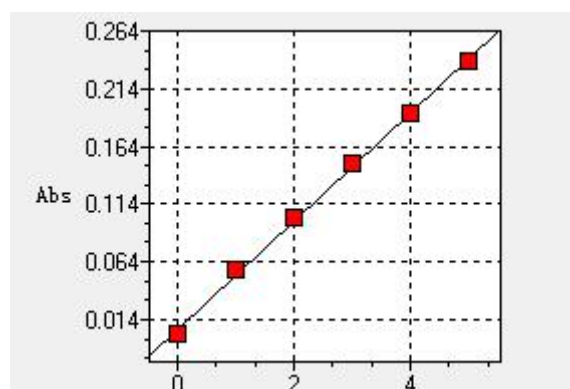
消解完成，冷却后取出消解罐，加入 0.5mL 高氯酸，150°C 赶酸至小于 1mL，冷却、转移至 100mL 容量瓶中。消解液中存在少量残渣，使用原子吸收检测前，使用滤纸对待测液进行过滤。

3.5 配置标准溶液

分别精密移取 0.0mL、0.1mL、0.2mL、0.3mL、0.4mL、0.5mL 钙标准溶液置于 5 个 100mL 容量瓶中，用质量分数 1%硝酸溶液稀释至刻度，得到每 1mL 溶液含钙分别为 0 μ g、1 μ g、2 μ g、3 μ g、4 μ g、5 μ g 的系列标准溶液。

3.6 标准曲线

波长 422.7nm，光谱带宽 0.4nm，滤波系数 0.3，灯电流 3mA，计算方式为连续法。



曲线方程: $[A]=K_1[C]+K_0$

$K_1=0.0467$, $K_0=0.0065$

线性相关系数: 0.99914

4 实验结果

测试项目	测定值 mg/g	平均值 mg/g	RSD/%
钙含量	95.81	96.79	0.88
	97.20		
	97.36		

该污泥样品中钙含量为 96.79mg/g，测量结果的 RSD=0.88%，重复性较好。

参考文献

[1] HJ 832-2017 土壤和沉积物 金属元素总量的消解 微波消解法