

监测与评价

# 水中重金属监测前处理方法

余金静<sup>1</sup>, 乔欢欢<sup>1</sup>, 李健<sup>2</sup>

(1.三门峡市环境监测站, 河南 三门峡 472000; 2.三门峡市环保局, 河南省  
三门峡 472000)

**摘要:**随着工业化的发展, 含有重金属离子的废水产生量越来越多。由于重金属在生物体内富集、吸收与转化, 并通过食物链危害人体健康, 如致癌、致畸等。故而重金属的监测在环境保护中起到了至关重要的作用。本文详细介绍了重金属在监测过程中的前处理方法, 以便更好地为水中重金属的监测和处理提供依据。

**关键词:**重金属; 监测; 前处理

中图分类号: X832

文献标识码: A

文章编号: 1006-8759(2015)01-0063-02

## PRETREATMENT METHOD OF HEAVY METALS IN MONITORING

YU jinjing<sup>1</sup>, QIAO Huanhuan<sup>1</sup>, LI Jian<sup>2</sup>

(1. Sanmenxia environmental monitoring station, Henan Sanmenxia 472000; 2. Sanmenxia  
Environmental Protection Agency, Henan Sanmenxia 472000)

**Abstract:** With the development of industrialization, the waste water containing heavy metal ions has produced more and more. Heavy metal has become one of the most important, the most common contaminants. Due to heavy metals in organisms enrichment, absorption and transformation, which is harmful to human health through the food chain. Such as carcinogenic, teratogenic, so heavy metals monitoring plays a crucial role in environmental protection. This paper introduces in detail the pretreatment method of heavy metal in the monitoring process, in order to better provide the basis for monitoring and treatment of heavy metals in water.

**Key words:** Heavy metal; Monitoring; Pretreatment

### 1 引言

随着工农业的迅猛发展, 化学产品日益剧增, 经过各种途径进入水环境的有害物质越来越多, 对水体造成严重污染<sup>[1]</sup>。一方面危害水生态系统, 对水生生物产生各种有害作用; 另一方面通过饮用水、皮肤接触、食物链途径直接或间接地影响人类健康<sup>[2]</sup>。在水中重金属监测过程中, 清洁的地表水和地下水一般不需要前处理; 例如 3838-2002《地表水质量标准》中的铜、铅、锌、镉等一般可以不用前处理, 按照采样技术规范采样、固定后直接进样。污水都需要前处理<sup>[3]</sup>。例如《污水综合排放标准》中规定项目总

铜、总铅、总锌、总镉都需要进行前处理。砷、汞、总铬都需要消解。可溶态重金属过 0.45 μm 膜即可<sup>[4]</sup>。

### 2 水中重金属监测的前处理方法

#### 2.1 酸消解法

(1) 100 ml 水样+5 ml 硝酸, 不沸腾情况下蒸至 10 ml, 加入 5 ml 硝酸和 2 ml 高氯酸, 继续消解到 1 ml 左右; 冷却后, 加水溶解少量残渣, 定容至 100 ml; 此前处理方法适用于测定水中总铜、总铅、总锌、总镉。

(2) 如石墨炉分析不要加入高氯酸, 可用 10 ml 30% 双氧水代替; 空白为 0.2% 硝酸做同样操作, 测试应扣除样品空白。

测定总铬时也不能用高氯酸, 加入 10 ml 30

收稿日期: 2014-12-10

第一作者简介: 余金静(1983—), 女, 河南三门峡市人, 工程师, 主要从事水质分析工作。

%双氧水消解;定容时加入 10 %氯化铵 2 ml 和 3 mol/L 盐酸 10 ml。空白使用蒸馏水。

## 2.2 MIBK 萃取法

(1)100 ml 水样(或 A 法消解好水样),用 10 %氢氧化钠调节 pH=3.0(单萃 Pb,pH=2.3 最佳),加入 2 %吡咯烷二硫代氨基甲酸铵(APDC)2 ml,摇匀后加入甲基异丁基酮(MIBK)10 ml,摇 1 min,进有机相。

(2)50 ml 水样(或 A 法消解好水样)加入 1 mol/L 的 KI 溶液 10 ml,摇匀后加入 5 %抗坏血酸 5 ml,摇匀;加入 MIBK 10 ml,摇 1 min,测试有机相。

次前处理方法适用于测定水中总铜、总铅、总镉。样品中含其他强氧化剂会严重干扰测定。萃取温度对结果影响较显著。

## 2.3 Hg 的高锰酸钾—过硫酸钾消解法

(1)100 ml 水样+2.5 ml 硫酸(使得样品中硫酸含量为 0.5 mol/L=2.5 %;9 %=2 mol/L;13.5 %=3 mol/L;38 %=10 mol/L;98 %=36.7 mol/L)+(1+1) 硝酸 2.5 ml + 5 %高锰酸钾 4 ml(保证溶液 15 min 内是紫色,褪去应继续加入,总量少于 30 ml)+ 5 %过硫酸钾溶液 4 ml,水浴 95 °C 保持 1 h 后取下冷却,测定前,摇动加入 20 %盐酸羟胺溶液,使得紫色褪去(无二氧化锰颗粒)后,用 0.2 %重铬酸钾稀释液定容到 100 ml。此前处理方法使用于测汞仪测试水中汞。

(2)10 ml 水样+0.1 ml 浓硫酸+0.1 ml 5 %高锰酸钾(以水样紫红为准),加塞摇匀后再烘箱 105 °C 消解 1 h,冷却后加入 10 %盐酸羟胺溶液摇动使紫色褪去即可测试。此前处理方法适用于测汞仪测水中汞;汞的浓度一般较低,应主要实验用水和试剂的纯度。高锰酸钾溶液加入量应使得溶液呈紫红色,褪色应补加;盐酸羟胺切勿过量,会导致测试结果偏低。

## 2.4 As 的硝酸—高氯酸消解法

(上接第 28 页)

化学精制的原理是利用热碱溶液溶解硅屑,并用热水洗涤去除硅酸钠。用稀硫酸溶解在加工过程中混合的铁等金属杂质,用热水洗涤去除被酸溶解生成的硫酸亚铁等硫酸盐,防止因硫酸亚铁残留而造成制品发黄,影响回收产品的质量。

## 3.4 PEG 精制

PEG 精制主要的核心是用物理的方法去除固液分离后 PEG 中残留的固体微粒、水份,并在加工过程中不好分解变色。PEG 粗品先用粉状活性炭吸附脱色,用压滤分离活性炭,再用精密过滤及超滤去除残留的胶体,澄清液再经阴阳离子交换去除痕量的阴阳离子,控制物料的电导率在 30  $\mu\text{s}/\text{cm}$  以下,精制液再在高真空下三效浓缩蒸发,

50 ml 水样(污水,清洁水无须消解)+(1+1)硝酸—高氯酸 5 ml,电热板消解至冒白烟后冷却,加入 5 ml(1+1)盐酸加热赶除硝酸至黄褐色烟散尽,冷却后定容测试。

此前处理方法适用于原子荧光法测试水中砷。注意测试器皿的清洁和盐酸的空白。

## 2.5 微波消解法

(1)25 ml 水样+4 ml 硝酸+1 ml 盐酸于消解罐中,10 min 升温到 170 摄氏度,保温 10 min。冷却后再电热板上 120 °C 加热 30 min 赶除黄棕色烟雾后冷却,纯水定容至 25 ml,上机测试。此前处理方法适用于一般污水中铜、铅、锌、镉、铬、砷的测定。

(2)25 ml 水样+2 %高锰酸钾溶液 1 ml+浓硫酸 1 ml+5 %草酸溶液 1 ml 于消解罐中,10 Mpa 压力保持 5 min 后冷却,进样即可。此前处理方法适用于一般污水中汞的测定。

## 3 结论

重金属的前处理主要是将样品中对测定有干扰的有机物和悬浮颗粒物分解掉,使待测金属以离子形式进入溶液中,加入的酸和氧化剂要和以后的测定方法不产生干扰,也不导致待测金属的玷污和损失。所以在监测过程中要根据水样的特点和所使用的分析方法来选择合适的前处理方法。

## 参考文献

- [1]孟庆庆,刘蕊.原子吸收法测定废水中重金属前处理方法的选择[J].黑龙江环境通报,2008,12(32).
- [2]刘明辉.水中重金属污染治理综[J].科技创新导报,2011,32.
- [3]刘建利,蔺凯,张沛,王晓岩.不同环境样品中重金属前处理方法探索[J].广东化工,2013,18(40).
- [4]卢露,吴卫国.原子吸收光谱分析食品内重金属前处理技术进展[J].粮食与油脂,2014,9(27).

防止 PEG 在浓缩过程中因氧化而变质,当水份小于 0.35 %后,降温出料,称重包装入库。

## 4 结论

该工艺已成功用于浙江硅晶材料有限公司的硅晶切割废浆回收生产线中,年处理废砂浆 2 万吨,处理后产品质量优于表 1、表 2,达到生产回用要求,排放污水 COD<sub>Cr</sub> 小于 1 500 mg/L,经混凝沉淀及生化处理后 COD<sub>Cr</sub> 小于 250mg/L,能稳定达标排放。吨浆耗水小于 5 t,碳化硅回收率 30 %,PEG 回收率 42 %,在同类企业中属高效低耗生产线。硅晶切割废浆液的成功回收利用大大节约了宝贵的绿碳化硅及 PEG,实现资源综合利用,具有广泛的社会效益。