

谱临晟应对 GB 5085.3-2007 固体废物 氰根离子和硫离子的测定提供解决方案 离子色谱-直流安培法

固体废物是指没有“利用价值”而遗弃的固体或半固体物质。固体废弃物的种类繁多，大体可分为工业废弃物、农业废弃物和生活废弃物三大类。工业废弃物，包括采矿废石、冶炼废渣、各种煤矸石、炉渣及金属切削碎块、建筑用砖、瓦、石块等；农业废弃物，包括农作物的秸秆、牲畜粪便等；生活废弃物，即生活垃圾。固体废物是环境的污染源，除了直接污染外，还经常以水、大气和土壤为媒介污染环境。

固体废物中的氰化物是指化合物分子中含有氰基的化合物，是一类既有剧毒又容易降解的特殊化合物。氰化物对人的致死量从中毒病人的临床资料看，氰化钠的平均致死量为 150mg、氰化钾 200mg、氰化氢 100mg 左右；人一次服氢氰酸和氰化物的平均致死量为 50~60mg 或 0.7~3.5mg/kg 体重。总之，少量的氰化物就会致人于死地。

固体废物中的硫化物包括可溶性硫化物，酸可溶性金属硫化物以及未电离的有机、无机硫化物。在酸性条件下，有硫化物形成，从浸出液中逸散于空气，产生臭味，且毒性很大，危及人的生命。硫化物不仅能自身腐蚀金属，还可被污水中的微生物氧化形成硫酸，进而腐蚀下水道。

本文对 GB 5085.3-2007 固体废物 氰根离子和硫离子的测定提供解决方案。

01 分析条件

离子色谱仪：谱临晟 IC-20 离子色谱仪

色谱柱：氰根、硫离子专用柱

流动相：100mM 氢氧化钠+250mM 醋酸钠

流速：1.0mL/min

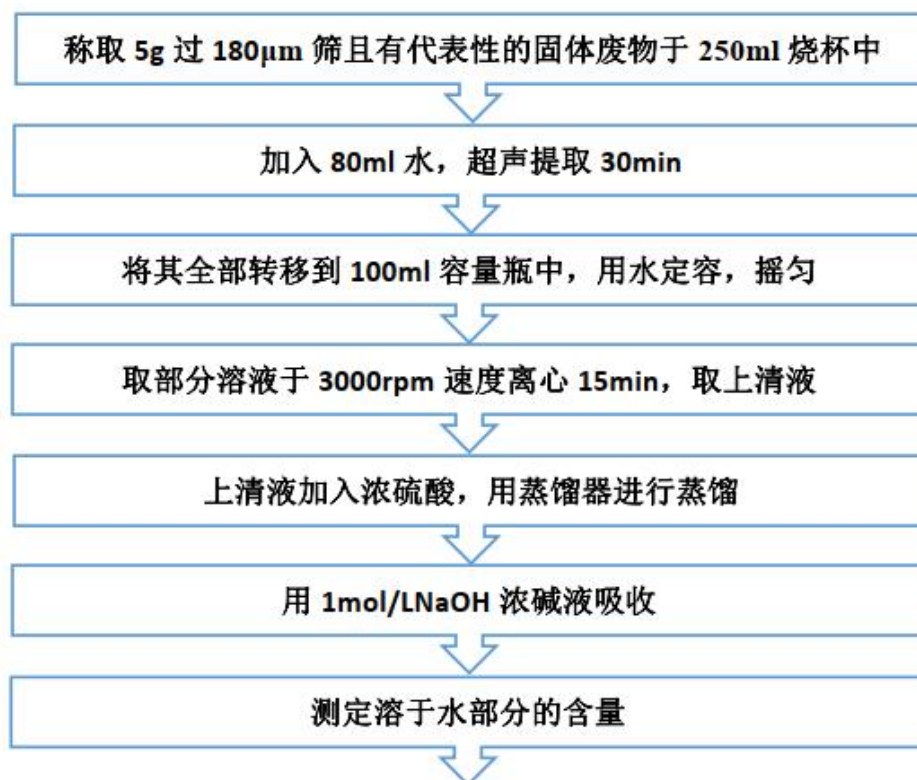
进样体积：100 μ L

检测器：安培检测器

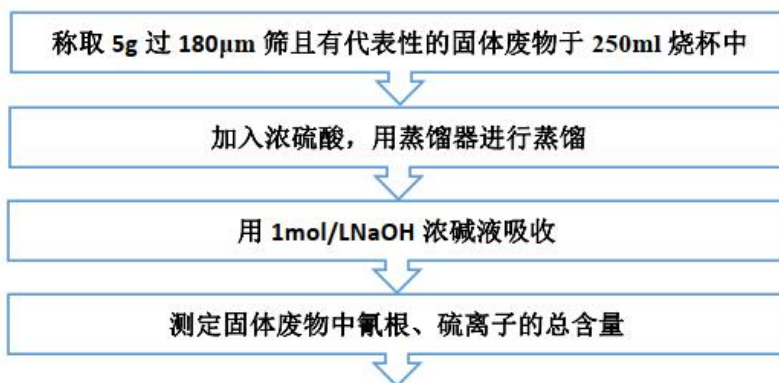
电压：0V

02 样品处理

a.测定溶于水的部分：



b.测定固体废物中氰根、硫离子的总含量:



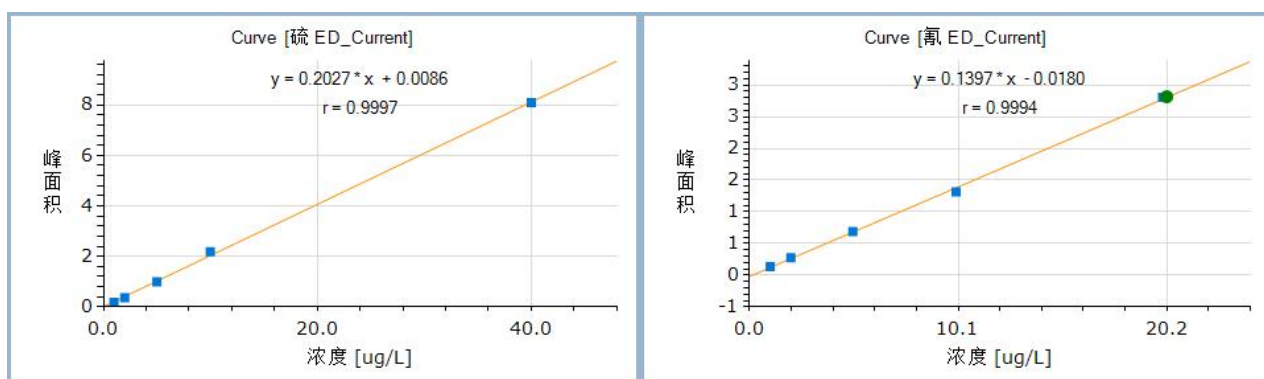
03 标准系列

用 250mM 氢氧化钠溶液配制以下浓度的硫离子、氰根离子标准溶液:

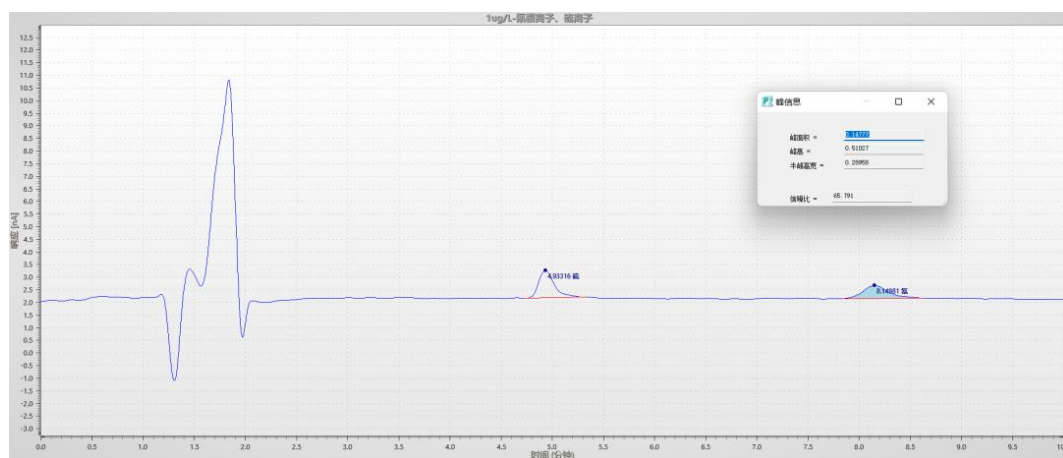
离子名称	标准系列浓度 (μg/L)				
硫	1	2	5	10	40
氰根	1	2	5	10	20

04 标准曲线

a.硫离子、氰根离子线性均优于 0.999:

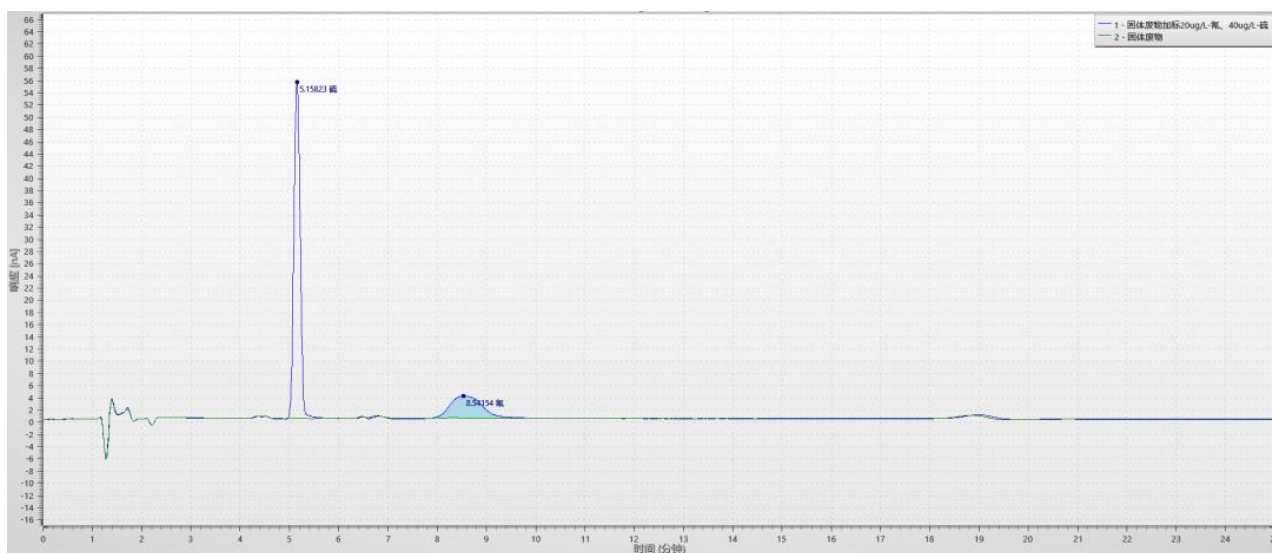


b.1 $\mu\text{g/L}$ 的硫离子、氰根离子标准溶液图谱:



05 样品图谱

固体废物与固体废物加标 $20\ \mu\text{g/L}$ 氰根离子、 $40\ \mu\text{g/L}$ 硫离子图谱:



06 加标回收率

固体废物加标后，得到硫离子和氰根离子的回收率为 98%-100%。

样品名称	硫 ($\mu\text{g/L}$)	氰 ($\mu\text{g/L}$)
固体废物	0.000	0.000
固体废物-加标 40 $\mu\text{g/L}$ 硫、20 $\mu\text{g/L}$ 氰	39.322	19.913
回收率	98%	100%

07 重复性

将标准溶液 1 $\mu\text{g/L}$ 重复连续进样 4 次，记录峰面积以及计算峰面积间的相对标准偏差，结果显示，RSD 在 0.31%-0.37%之间，稳定性良好。结果如下：

项目	峰面积 (nA*min)				结果
	重复性 1	重复性 2	重复性 3	重复性 4	
离子 名称					RSD
硫	0.183	0.184	0.183	0.184	0.31%
氰	0.137	0.137	0.137	0.136	0.37%

08 计算检出限

以 3 倍信噪比对应的浓度作为检出限，结果如下：

组分	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	峰高 (nA)	信噪比	检出限($\mu\text{g/L}$)
硫	1	1.08543	139.947	0.02144
氰	1	0.51027	65.791	0.04560

小结

Prin-Cen 的 IC-20 离子色谱仪, 在进样量 $100\ \mu\text{L}$ 时, 硫离子的检出限为 $0.02\ \mu\text{g/L}$ 、氰根离子的检出限为 $0.05\ \mu\text{g/L}$, 优于 GB 5085.3-2007 固体废物 氰根离子和硫离子测定要求的检出限。以硫的浓度 $1\ \mu\text{g/L}$ - $40\ \mu\text{g/L}$ 、氰的浓度 $1\ \mu\text{g/L}$ - $20\ \mu\text{g/L}$ 建立曲线, 硫、氰根离子的线性均优于 0.999。浓度为 $1\ \mu\text{g/L}$ 时, 重复测定 4 次, 峰面积的 RSD 均小于 0.4%。用固体废物进行高浓度的加标回收试验时, 得到硫离子和氰根离子的回收率为 98%~100%。总体分析时间 25 分钟。