



根据 METHOD 6010 使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定 RCRA 法案涉及的 TCLP 提取物中的金属

Thomas J. Gluodenis, Dennis A. Yates, Zoe A. Grosser
PerkinElmer Instruments, 761 Main Avenue, Norwalk, CT 06859 USA

简介

1976 年的资源保护回收法案 (RCRA) 赋予美国环境保护局 (EPA) “终身”管理危险物质的责任。其中许多重要的任务是为废弃物定性，以确定其是否危险。

EPA 固体废物部规定要执行以下四项测试，以确定未知的废弃物是否危险：

- 可燃性 – 引起火灾或加大火势
- 腐蚀性 – 超出 pH 限制或腐蚀钢
- 反应性 – 不稳定
- 毒性 – 可能从填埋物中渗出并污染地表水

毒性定性是四项测试中最可定量进行的测试，可使用毒性特征浸出试验 (TCLP) 来进行该测试。TCLP 模拟自然条件下废物可能会在填埋物中暴露的过程类型。如果危险成分从废品站转移到水源，则可能会污染饮用水供给。

TCLP 测试包含两部分：污染物萃取使用乙酸缓冲溶液，然后分析产生的提取物，以测定代表污染物的浓度。无机污染物和最大污染级别 (MCL)

在表 1 中列出。如果 TCLP 测定这些元素存在的浓度结果超过了此 MCL，则最初的废物被认为是有毒的且必须遵守严格的处置法规进行处理。

1990 年，法规将 TCLP 的应用延伸到其它废物生产者，并将目标分析物列表扩展到包含大量其它有机污染物(1)。这些因素以及其它相关因素给环境实验室带来了压力，促使其更进一步地提升执行效率。

表 1. TCLP 法规限制

元素	MCL (mg/L)
Ag	5.0
As	5.0
Ba	100
Cd	1.0
Hg	0.2
Cr	5.0
Pb	5.0
Se	1.0

实验

使用珀金埃尔默仪器公司 (Perkinelmer) Optima 7300DV 电感耦合等离子体发射光谱仪对 TCLP 提取物进行分析。该仪器是具有中阶梯光栅 + 棱镜的二维光谱色散仪和分段固态电荷耦合器件 (SCD) 检测器的全谱直读型电感耦合等离子体发射光谱仪。背景与分析物谱线的同时测量为瞬间背景波动提供精确的校正。用于测定方法检出限和分析结果的仪器条件显示在表 2 中。

校正标准液由珀金埃尔默原产 TCLP 多元素标准液 (珀金埃尔默部件号 N930-0241) 制备。使用三种标准液

和一份空白溶液用于校正。如 Method 6010 方法中所指定, 在 HNO3/HCl 基体中将标准液制备为近似于样品的已消解基体。

提取物中所需的 TCLP 元素的分析测定遵循 Method 6010C, Revision 3 (2000)。Method 6010C 方法是 Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods, publication SW-846, with revisions (2) 中发布的 RCRA 程序方法。测量分析物所用的 SW-846 方法不是强制性的, 仅供指导使用。

RCRA 的样品由 GTEL Environmental Laboratories, Inc. of Milford, NH USA 通过 EPA Method 1311 方法进行了萃取。接收到的提取物已经过消解, 并装在塑料瓶中。分析元素所选择的波长及其背景校正点在表 3 中列出。为每个元素指定的第一个波长是 Method 6010 方法建议的。第二个波长是为识别潜在干扰所监视的替代谱线。汞不包括在分析物列表中, 尽管它可在使用轴向观测或双向观测等离子体时包括在内。

表 2. 电感耦合等离子体发射光谱仪操作条件

仪器	Optima 7300DV
RF 功率	1100 W
等离子气流速度	15 L/分钟
辅助气体流速	1 L/分钟
雾化器气流	0.95 L/分钟
样品泵流速	2 mL/分钟
等离子体观测	径向
观测高度	15 mm
处理模式	面积积分
积分时间	10 秒
重复次数	5
背景校正	手动, 1 个或 2 个点
雾化器	正交雾化器
雾室	Scott

表 3. 元素谱线和背景校正点位置

元素	波长 (nm)	左背景点 (nm)	右背景点 (nm)
Ag	328.068	0	0.20
	338.289	0	0.21
As	193.696	0.018	0.012
	197.197	0	0.018
Ba	455.403	0.042	0.042
	233.527	0.022	0.022
Cd	266.502	0.021	0.021
	214.438	0	0.020
Cr	267.716	0.025	0.025
	357.869	0.025	0.025
Pb	220.353	0.020	0.020
	216.999	0.020	0
Se	196.026	0.012	0
	203.991	0	0.019

结果和讨论

仪器性能通过测定方法检出限以及监视分析期间的多个质量控制 (QC) 参数来评估。方法检出限通过 SW-846 第一章中所述的步骤测定，其中规定含有相关分析物的溶液（浓度为预计 MDL 的 3-5 倍）应至少分析三次。平均浓度的标准偏差与检验统计量相乘，得出的 MDL 在表 4 中列出。所有测量的方法检出限均比 MCL 小 10 多倍，这确保在关键点附近进行测量的可信度。

分析期间，会执行多次 QC 检查以确保电感耦合等离子体正常运行。首先

在校正范围中间点处使用校准液检查校正。此标准液的回收率在方法中指定的 ± 5% 范围内。随后在样品工作列表中进行分析时，回收率在可接受的 ± 10% 范围内。

运行干扰检查样品，确保为方法选择的波长不会产生检测不到的光谱干扰。检查样品含有高浓度的 Al、Na、Ca 和 Mg 以及低浓度的相关分析物。分析物的回收率在所需的限制范围内，这表示不再需要进一步的方法开发。对样品 1 的稀释液 (1:5) 进行了测定，回收的分析物浓度范围在未稀释样品浓度的

10% 以内，这进一步说明了对此特定基体的干扰已消除。

运行实验控制样品 (LCS) 来验证仪器和方法的性能。已知成分的控制样品由独立的实验室制备并在该实验室通过仪器分析进行验证。LCS 值的回收率在所需限制的 ± 10% 以内。

重复样品经分析且分析物的回收率在原始样品的 20% 以内，再一次表明整个过程在控制之中。

仪器的性能和方法在通过 RCRA 土壤样品得到的 TCLP 提取物上得到测试。

表 4. TCLP 分析结果

样品 1				样品 2		样品 3		
元素	MDL (mg/L)	样品 (mg/L)	稀释 (mg/L)	加标 (%回收率)	样品 (mg/L)	加标 (%回收率)	样品 (mg/L)	加标 (%回收率)
Ag	0.001	ND	ND	95.4	ND	93.4	ND	87.0
As	0.048*	ND	ND	99.9	ND	102	ND	99.1
Ba	0.003	0.68	0.68	98.0	10.9	96.0	13.2	94.1
Cd	0.007	ND	ND	93.3	ND	93.9	0.016	90.3
Cr	0.004	ND	ND	95.1	ND	93.4	0.013	90.5
Pb	0.060	ND	ND	96.8	0.97	91.1	121	--
Se	0.110	ND	ND	96.9	ND	94.4	ND	93.9
平均值				96.4		94.8		93.5

在样品消解之前对其加标 (Ag 和 Cr 为 0.2 mg/L; Cd 为 0.5 mg/L; As、Pb、Se 为 2 mg/L; Ba 为 10 mg/L)。在表 4 中列出的三种样品的回收率具有最佳平均回收率 94.9%。0.1-ppm 的浓度级别下仪器的精度通常高于 1%。

对于此方法, 预消解加标回收率的 EPA RCRA 限制为 75-125%。由于样品 3 中铅的含量高, 因此预消解加标级别不合适。以系数 500 倍稀释样品, 增加 2 mg/L 的后消解加标以进行测量, 得到 101% 的回收率。

全谱直读型的 Optima ICP 使用 SCD 检测系统测量各元素的发射谱线及强度, 同时进行背景校正。分析期间监视 Method 6010 方法中列出的其它污染物以更充分地定性样品。可识别潜在的干扰或者定义特殊的样品基体。

Al、Mn、Sr 和 Zn 的测得浓度较低。在全部的三种样品中测得的 Ca 和 K 的浓度均较高。多数情况下, 为每种元素选择两个波长, 以对识别的浓度进行快速确认。

Optima 电感耦合等离子体发射光谱仪在 Method 6010 方法所设定的所有限制以内执行 TCLP 分析测定。展示了与 LCS 已建立值的完美加标回收率及一致性。结果可以通过使用每种元素的第二个波长进行快速确认来迅速获取。

参考文献

1. US Federal Register, 55 (126) Friday, June 29, 1990.
2. Test Methods for Evaluating Solid Waste, Physical/Chemical Methods, Publication SW-846, 955-001-00000-1, 3rd Edition, Government Printing Office, Washington, D.C. Published 3/93, revised 11/99.

可访问我们的网站, 网址为 www.perkinelmer.com

PerkinElmer Instruments
761 Main Avenue
Norwalk, CT 06859-0010 USA
电话: 800-762-4000 或
(+1) 203-762-4000
传真: (+1) 203-762-4228

PerkinElmer、Optima 和 Optima 3000 是珀金埃尔默有限公司的商标。

© 1993 - 1999 PerkinElmer, Inc. 美国印制



D-6256
ICPAS68
KG129901