

非全量消解 - 悬浮液进样火焰原子吸收光谱法 测定煤灰中的铜和铅

时 岚¹, 沈雯桦¹, 顾咏红²

(1. 苏州市工业园区环境监测中心站, 江苏 苏州 215021; 2. 苏州市新区环境监测站, 江苏 苏州 215011)

摘 要: 试验了用非全量消解 - 悬浮液直接进样火焰原子吸收光谱法测定煤灰中的铜和铅, 结果表明: 铜和铅的方法检出限(3 σ)分别为 0.038 mg/L 和 0.23 mg/L, 测定吸光度与其浓度的线性范围均为 0.5 mg/L ~ 5.0 mg/L, 样品加标回收率在 87% ~ 97% 之间, 相对标准差(n = 4)小于 7%。

关键词: 铜; 铅; 消解; 火焰原子吸收光谱法; 煤灰

中图分类号: O659.31 文献标识码: B 文章编号: 1006 - 2009(2003)03 - 0026 - 02

Using Flame Atomic Absorption Spectrometry to Detect Cu and Pb in Coal Ash by Non- whole Quantity Digestion and Suspension Sample

SHI Lan¹, SHEN Wen-hua¹, GU Yong-hong²

(1. Suzhou Industrial Zone Environmental Monitoring Center, Suzhou, Jiangsu 215021, China;

2. Suzhou New District Environmental Monitoring Center, Suzhou, Jiangsu 215011, China)

Abstract: To detect Cu and Pb in coal ash using flame atomic absorption spectrometry by non - whole quantity digestion and suspension sample. The detection limit of Cu and Pb (3 σ) were 0.038 mg/L 和 0.23 mg/L. Linear limit was 0.5 mg /L ~ 5.0 mg/L. Recovery rate of odd standard was between 87% ~ 97%. Relative standard deviation (n = 4) was less 7%.

Key words: Cu; Pb; Digestion; Flame atomic absorption spectrometry; Coal ash

对于土壤和煤灰之类的环境样品, 如用酸全量消解, 费工费时。今在前人^[1,2]工作基础上改用样品非全量消解, 即加入少量浓酸, 低温消解 10 min, 再将这种样液以琼脂制成悬浮液, 直接喷入原子吸收光谱仪的火焰进行测定, 方法简便可行。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

收稿日期: 2002 - 09 - 11; 修订日期: 2003 - 05 - 10

作者简介: 时 岚(1969 -), 女, 江苏苏州人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。

表 4 土壤样测定精密度和加标回收率 (n = 6) %

农 药	相对标准差	加标回收率
甲拌磷	5.0	95
二嗪磷	9.6	80
异稻瘟净	8.9	108
杀螟农	7.1	94
水胺硫磷	7.4	95
溴硫磷	8.5	89
稻丰散	7.2	92
杀扑磷	6.2	93

3 结语

采用该方法进行样品预处理, 简便易行, 节约溶液和时间, 对环境的污染较小。

分析时应注意以下几点:

(1) 脉冲式火焰光度检测器稳定时间较长, 在作分析前先作好预稳定。

(2) 提高光电倍增管的电压或加大氢的流量, 可大大地提高仪器的灵敏度, 但会影响仪器的使用寿命。

WFX-1B 型原子吸收光谱仪,北京瑞利公司;铜、铅空心阴极灯。100 mg/L 铜、铅标准溶液,上海计量测试所;1.5 g/L 琼脂液:称取琼脂 1.5 g 于 1 L 烧杯中,加水 0.6 L,浸泡过夜,加热到微沸,保持至

溶液透明,加水至 1 L,搅匀;邻苯二甲酸二丁酯。

1.2 仪器工作参数

火焰原子吸收光谱仪工作参数见表 1。

表 1 火焰原子吸收光谱仪测 Cu、Pb 的工作参数

元素	波长 / nm	灯电流 / mA	狭缝 / mm	空气 $q_v / (L \cdot \min^{-1})$	乙炔 $q_v / (L \cdot \min^{-1})$	燃烧器高度 h / mm
Cu	324.8	4	0.4	7.0	1.5	4
Pb	283.3	6	0.7	7.0	1.0	6

1.3 测定方法

称取 200 目筛煤灰样品 0.500 g 于 50 mL 高型烧杯中,加浓硝酸 5 mL,在电热板上低温加热 10 min,稍冷,加入邻苯二甲酸二丁酯 1 mL,再加 1.5 g/L 琼脂液 15 mL,摇匀,用水稀释至刻度,再用力振摇 2 min。同时制备空白悬浮液,与铜和铅标准系列悬浮液一起进样测定。

2 结果与讨论

2.1 样品非全量消解

煤灰样品加入浓硝酸,在电热板上低温加热 10 min,样品绝大部分(90%以上)被消解,烧杯剩余溶液约为 0.5 mL,稍冷,可将此样液配制成为悬浮液测定。

2.2 样品悬浮液的稳定性

取非全量消解样液 4 份,各加入邻苯二甲酸二丁酯 1 mL,分别加入 1.5 g/L 琼脂液 5 mL、10 mL、15 mL 和 20 mL,用水稀释,用力振摇 2 min,静置至固液分层,其稳定时间分别为 2 min、20 min、60 min 和 90 min。鉴于火焰原子吸收法分析时间较快,取 60 min 稳定时间足够,选择琼脂液加入量为 15 mL。

2.3 邻苯二甲酸二丁酯的考察

取上述非全量消解的样液 5 份,各加入邻苯二甲酸二丁酯 0 mL、2 mL、4 mL 和 6 mL,摇匀,再各加入 1.5 g/L 琼脂液 15 mL,用力振摇 2 min,静置,其稳定时间分别为 40 min、60 min、90 min、100 min 和 120 min。试验表明,该试剂使悬浮物的稳定性有所改善,今选择 1 mL。如分析样品不多,测定时间较快,也可不加。

2.4 样品粒度的影响

样品粒度的大小直接影响测定结果的准确性和重现性^[3]。试验表明,样品粒径 50 μm 便可进行测定。该试验是将煤灰通过 200 目标准筛。

2.5 标准曲线

由于样液黏度大,雾化效率相对较低,不宜采用工作曲线。但需按测定方法,配制 0.0 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、1.2 mg/L、3.0 mg/L、4.0 mg/L 和 5.0 mg/L 铜、铅标准系列悬浮液和标准加入法的系列悬浮液进行测定并绘制标准曲线。结果发现,铜和铅这两种悬浮液的标准曲线基本吻合,表明样品在悬浮液状态下,基体对测定元素无明显影响。回归方程为: $y_{\text{Cu}} = 0.1169x + 0.0021$, $r = 0.9997$; $y_{\text{Pb}} = 0.0163x + 0.0015$, $r = 0.9993$ 。

2.6 检测限

对空白悬浮液按铜、铅测定条件各连续测定 11 次,以 3 倍标准差计算检测限,铜为 0.038 mg/L,铅为 0.23 mg/L。

2.7 样品精密度和加标回收率

对两个煤灰样品进行测定,结果列表 2。表 2 表明,相对标准差在 7% 以下,精密度较好,回收率在 87% ~ 97% 之间,符合测定质量要求。

表 2 样品测定的精密度和加标回收率 ($n=4$)

样品	元素	测定均值 / $(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	相对标准差 / %	加标量 / $(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	回收率 / %
样 1	Cu	23.5	5.5	20	97
	Pb	22.8	5.4	20	94
样 2	Cu	21.1	6.1	10	87
	Pb	17.8	6.8	10	92

[参考文献]

- [1] 刘立行,沈春兰,赵崇峰.非完全消化悬浮液进样火焰原子光谱法测木耳中钾铜锌[J].理化检验,化学分册,2001,37(2): 563-564.
- [2] 戴秀丽.悬浮液直接进样石墨炉原子吸收法测定湖泊底泥中铅[J].环境监测管理与技术,2002,14(1): 30-31.
- [3] 李 蓉.悬浮液进样石墨炉原子法测定土壤中铋[J].理化检验,化学分册,1998,34(8): 361.