

火焰原子吸收光谱法测定烟囱烟灰中的铊

时 岚

(苏州新区环境监测站, 江苏 苏州 215011)

摘 要: 提出了火焰原子吸收光谱法测定冶炼厂烟囱烟灰中铊的分析方法。试验表明: 方法检测限(3σ)为 0.11 mg/L, 回收率在 92% ~ 103% 之间, 相对标准差 < 3%, 方法简便快速。

关键词: 火焰原子吸收光谱法; 铊; 烟灰; 烟囱

中图分类号: O657.31 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2004)01-0032-01

To Detect Thallium in Soot in Stack with Flame Atomic Absorption Spectrometry

SHI Lan

(Suzhou New District Environmental Monitoring Center, Suzhou, Jiangsu 215011, China)

Abstract: To detect thallium in soot with flame atomic absorption spectrometry. The detection limit(3σ) of this method was 0.11 mg/L, recovery rate was between 92% and 103%, relative standard deviation was less 3%. It is simple and fast.

Key words: Flame atomic absorption spectrometry; Thallium; Soot; Stack

冶炼厂烟囱中的烟灰需定期清除。对废弃烟灰必须监测其有毒有害物质, 以便严加控制和处理, 铊是其中之一。有关铊的测定, 以往多用有机试剂萃取法^[1], 但该法操作繁琐。今在前人工作的基础上^[2], 试验了用火焰原子吸收光谱法测定冶炼厂烟囱烟灰中铊的方法, 取得了满意的效果。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

PE-300 型原子吸收光谱仪; 铊空心阴极灯, 上海电光器件公司。1 g/L 铊标准储备液: 称取硝酸铊($TlNO_3$) 0.2607 g, 移入 200 mL 棕色容量瓶中, 加入浓硝酸 20 mL, 摇动容量瓶使铊盐溶解, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀; 100 mg/L 铊标准工作液: 吸取 1 g/L 铊标准储备液 10 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中, 加入 7.5 mol/L 硝酸 20 mL, 用水稀释至刻度, 摇匀; 硝酸, 盐酸, 均为优级纯。

1.2 仪器工作参数

波长 276.7 nm, 灯电流 6.5 mA, 光谱通带 0.7 nm, 燃烧器高度 5 mm, 空气流量 6.5 L/min, 乙炔流量 1.2 L/min。

1.3 工作曲线

用 2.2 mol/L 硝酸稀释 100 mg/L 铊标准工作液配成 0.0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、6.0 mg/L、8.0 mg/L 和 10.0 mg/L 系列标准溶液, 按仪器工作条件测定吸光值, 绘制工作曲线, 回归方程: $y = 0.02195x + 0.0007$, $r = 0.9999$ 。

1.4 样品测定

称取烟囱烟灰样品 0.500 g 于 50 mL 高型烧杯中, 加入硝酸 2 mL, 在电热板上低温加热溶解, 取下, 用水洗表面皿和杯壁, 加热煮沸片刻, 取下冷却, 过滤于 20 mL 比色管中, 用水洗杯壁及滤纸二次, 定容, 摇匀, 测定, 同时作空白试验。

2 结果与讨论

2.1 酸及酸度影响

Tl(III) 即使在 pH 值 1 的溶液中, 仍然有 $TlOH^+$ 和 Tl_2O_3 胶体存在^[2]。试验表明, 测定铊溶液的酸度必须保持在 10% 以上。酸度在 10% 以上

(下转第 38 页)

收稿日期: 2003-02-19; 修订日期: 2003-12-07

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。

使面板显示 SO_2 质量浓度值接近 1.05 mg/m^3 。按 SPAN、按 ENTR 确认跨度数值。

(5) 因调节高压电源(HVPS)而导致光路变化,则必须重新进行光测试。按面板 SETUP- MORE-DIAG, 翻页到 OPTIC TEST, 按 ENTR 进行光测试。翻动 TEST 菜单到显示 PMT 项, 调节前放板上的增益旋钮 R25 直至显示值为 $2\ 000 \text{ mV} \pm 100 \text{ mV}$, 退出。

(6) 继续稳定数分钟, 通过高压细调 S1 钮及前放板上的微调旋钮 R19 调节面板 SO_2 读数稳定至 $1.05 \text{ mg/m}^3 \pm 0.01 \text{ mg/m}^3$, 按 SPAN、按 ENTR 确认跨度数值。

2.3 再次手工零点校准

因调节高压电源(HVPS)而对零点造成影响, 因此必须再进行一次零点校准。校准步骤同 2.1。

2.4 多点校准

输入一系列 SO_2 量, 绘制标准曲线, 应保证相

关系数 > 0.99 , 斜率在 $0.99 \sim 1.01$ 之间。若差距较大, 应按 2.1 及 2.2 步骤重新校准, 同时对梯度浓度进行微调。

3 说明

(1) 对于无 API MODEL 700 及 701 系统的子站, 可用内部零气和渗透管代替。

(2) 高压细调 S1、粗调 S2 及微调旋钮 R19 的调节都会对光路系统产生影响, 因此每次调节后都应进行一次光测试, 并用增益旋钮 R25 进行调整。

(3) 在仪器校准前, 应至少开机 1 h 以上, 以保证仪器达稳定状态。在仪器校准零点及跨度时, 应至少稳定 10 min 以上, 待读数稳定后, 方可按 ENTR 键输入确认值。

(4) 仪器面板的斜率 SLOPE 应显示在 $0.8 \sim 1.2$ 之间, 否则应进行高压电源(HVPS)及微调旋钮 R19 的调节修正。

(上接第 32 页)

的硝酸和盐酸对铊的测定均无影响。考虑到硝酸溶解烟灰样品效果较好, 故选择硝酸, 酸度为 10%。

2.2 乙炔与空气流量的选择

通过不同乙炔流量和空气流量的匹配试验, 表明乙炔在 1.2 L/min 和空气在 6.5 L/min 时, 测定铊的吸光值最大, 故选择该匹配流量为测定所用乙炔和空气的流量。

2.3 共存元素的干扰

以 4.0 mg/L Tl 溶液进行测定, 结果表明: 100 mg/L 的 Fe^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Zn^{2+} 、 K^+ 、 Na^+ , 50 mg/L 的 As^{3+} 、 Cu^{2+} 、 Mn^{2+} , 10 mg/L 的 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Pb^{2+} , 5 mg/L 的 Sn^{2+} 、 Cd^{2+} 均无明显干扰。

2.4 检测限

对空白溶液连续测定 11 次, 得标准偏差 (σ) 为 0.036 mg/L , 以 3σ 计算其检测限为 0.11 mg/L 。

2.5 精密度和加标回收率

取烟囱烟灰和回收金属后的废弃烟灰各 2 份, 进行 6 次平行测定和加标回收试验, 结果表明相对标准差在 3% 以下, 加标回收率在 92% ~ 103% 之间, 方法准确可靠, 且操作简便快捷。

[参考文献]

- [1] 天津冶金地质调查所, 南开大学. 甲基异丁酮萃取原子吸收分光光度法测定矿石中铊[A]. 冶金系统原子吸收光谱分析经验交流会资料汇编[C]. 北京: 冶金工业出版社, 1978. 55-57.
- [2] LELOUX M S, LICH N P, CLAUDE J R. Flame and Graphite Furnace Atomic Absorption Spectroscopy Methods for Thallium—A Review [J]. Atomic Spectroscopy, 1987, 8(2): 71-73.

• 简讯 •

南通市环境监测中心站在《江海晚报》开设环保宣传专栏

自 2003 年 10 月 6 日起, 南通市环境监测中心站与《江海晚报》社约定, 每周在“环保与气象”专版开设一期环保知识宣传栏目。内容涉及空气、饮用水源水、地表水、声环境和楼盘等与百姓生活密切相关的环境质量问题评述以及一些环保知识的介绍。

摘自中国环境监测总站《环境监测信息简报》2003 年第 10 期