

文章编号:1672-4461(2004)03-0072-02

# 原子荧光测定化探样品中 As、Sb、Bi、Hg 时注意的问题

丁 秦

(甘肃省有色地质勘查局 天水总队,甘肃 天水 741025)

**摘 要:**常规化学分析是难以满足化探分析要求的。目前,氢化物发生-原子荧光光谱法技术对 As、Sb、Bi、Hg 的分析测定已成为成熟可靠的分析方法。

**关键词:**原子荧光测定;化探样品;微量元素

**中图分类号:**0657.31 **文献标识码:**A

## 1 前 言

在地球化学样品中,砷是各类含金矿床极有效的探途元素,锑也是锑矿床、金矿床及多金属矿床的指示元素。在化探和地热工作中,也已发现铋和汞是很重要的指示元素。根据 Taylor 的资料,砷在地壳中的丰度为  $1.8 \times 10^{-6}$ 、锑为  $0.2 \times 10^{-6}$ 、铋为  $0.17 \times 10^{-6}$ 、汞为  $0.077 \times 10^{-6}$ 。而地质部关于 1:20 万和 1:5 万的区域化探样品的分析方法要求 As、Sb 的检出下限为  $1 \times 10^{-6}$  和  $0.2 \times 10^{-6}$ , Bi、Hg 的检出下限为  $0.5 \times 10^{-6}$  和  $0.01 \times 10^{-6}$ , 因此,一般常规化学分析是难以满足化探分析要求的。目前,氢化物发生-原子荧光光谱法技术对 As、Sb、Bi、Hg 的分析测定已成为成熟可靠的分析方法,该技术一般是利用一次取样,As 和 Sb、Bi 和 Hg 能同时测定的方法。现就 AFS-1201 双道原子荧光光度计(北京海光仪器公司生产)在测定化探样品中的 As、Sb、Bi、Hg 时,应注意的问题进行讨论。

## 2 试验与结果

称取 0.2500 g 试样于 25 mL 比色管中,加入 3.0 mL HCl + HNO<sub>3</sub>(9+1),振荡后置于沸水浴中分解 1 h(中途摇动 2~3 次),取下冷却。加入 5% 硫脲 + 5% 抗坏血酸的混合溶液 5 mL,摇匀后,用含 5.0 g/L 酒石酸的 3 mol/L HCl 稀释至刻度,澄清后,在与绘制标准工作曲线相同的条件下测定。在大批量实际生产操作中,用含 5.0 g/L 酒石酸的 3 mol/L HCl 稀释,多有不便,改为加完 5% 硫脲 + 5% 抗坏血酸的混合溶液 5 mL 后,直接加 2.5 mL HCl,再用 5.0 g/L 酒石酸稀释至刻度,澄清后,在与绘制

标准工作曲线相同的条件下用 AFS-1201 双道原子荧光光度计(北京海光仪器公司生产)测定。

所作化探样标样(NCS 系列、GSD 系列、GSS 系列)结果和不直接加 2.5 mL 盐酸结果一样,分析结果与推荐值都比较吻合,符合地球化探样品的误差要求。

## 3 测定过程中应注意的问题

(1) 首先在进行氢化物发生-荧光原子光谱法分析时,必须注意各种污染的可能性,工作中曾遇到过所用试剂盐酸中含有很高的砷和汞。试剂纯度不够,常会造成污染,特别是处理样品的化学试剂,所用的酸最好用前检查,确定其中是否含被测元素。在分析工作中必须采用蒸馏水或去离子水,5.0 g/L 酒石酸溶液最好存贮在惰性塑料桶中。

(2) 标准系列的配制。氢化物发生-原子荧光光谱法一般采用的方法是标准曲线法。As 和 Sb 配成一份标准系列,As 最高配到 0.20 μg/mL,曲线采用二次拟合曲线;Sb 最高配到 0.025 μg/mL,曲线采用线性拟合曲线。Bi 和 Hg 配成一份标准系列,Bi 最高配到 0.060 μg/mL, Hg 最高配到 0.020 μg/mL,曲线全部采用线性拟合曲线。超过此值分取溶液测定。

(3) 5% 硫脲 + 5% 抗坏血酸最好用新配制的,时间一长颜色就会发黄,影响测定结果,特别是会造成锑的测定结果严重偏低。大批量生产时,可先配好 5% 硫脲,用时再加 5% 抗坏血酸。硼氢化钾溶液每天在工作前现用现配,称取 5.00 g KOH 溶于 1000 mL 蒸馏水中,溶解后加入 20 g KBH<sub>4</sub> 继续溶解,配好后最好放在外面带有黑罩的塑料瓶中。

(4) 对于反应比较激烈的样品,他们在石英炉原子化时,会发生激烈的氢化物反应现象,产生爆沸现象,样品甚至崩溅出炉口,使脉冲电流值上下弯曲,得不到真实结果,遇此样品,只能分取溶液测定。

(5) 石英炉的温度不要太高,以增加石英炉的寿命。过高的炉温会使灵敏度降低并增加噪声,一般建议采用 750 ~ 800℃ 的炉温。实际操作中,所购炉丝的质量有好有坏,最好用万用表量好电阻,选用炉丝电阻相同的,可以在氢化物发生时用肉眼观察石英炉炉口是否有小火焰(因氫氢焰近于无色,观察时应特别注意)。石英炉温度足够高时如炉口无火焰产生,可检查管路及石英炉炉口是否堵塞、屏蔽气量和载气流速是否合适、样品和硼氢化钾溶液是否被泵转动吸入混合器等。在分析操作过程中,可用吸洗耳球吸出石英炉炉口的水。石英炉炉高也是一个重要的参数,炉高过低,将导致气相干扰,使检出限变坏,过高的炉高会导致灵敏度的下降,还会降低测定精度,一般炉高为 6 ~ 8 mm。

(6) 原子荧光光度计使用的光源是特殊的空心阴极灯,在荧光屏上显示空心阴极灯的电流为脉冲电流值,根据不同的灵敏度可以选择不同的灯电流。选择过大的灯电流将会缩短灯的寿命,一般新灯根据灵敏度可选择较低的灯电流,如 As 新灯,刚开始

(上接第 70 页)

(3) 2880 大型布袋除尘系统除尘点多,但通过设置风量调节阀及时调整各点除尘风量,可以得到理想的风量分配。

(4) 在除尘器入口处设集合管,可以有效平衡各支系统之间的阻力。

(5) 利用除尘风机总负压逐仓反吸清灰,分仓检修,更换布袋,可以保证排放浓度达标和生产设备连续作业需要。

## 5 实施效果

### 5.1 环境效益

(1) 除尘器排放浓度经实测均在 80 ~ 107 mg/Nm<sup>3</sup> 之间,达到了国家规定排放标准,有力地抑制了粉尘对大气环境的污染。

(2) 岗位粉尘合格率由投产初期的 53.3% 提高了到 88.58%,极大改善了岗位作业环境。

### 5.2 经济效益

统计资料表明,除尘器年捕集粉尘 13 547 t。这些粉尘全部参与烧结生产配料,生石灰按 150 元/t 计算,折合内部经济效益 203.2 万元/年。

## 6 结 语

用时可选 30 mA 灯电流,以便延长灯的寿命。

(7) 所要测定的 As、Sb、Bi、Hg 等元素中,Sb 的记忆效应最大。高含量 Sb 对管道污染严重,遇到 Sb 含量高的,一定要在测定前提前分取溶液。如没有分取溶液,测定完后管道需用 15% 盐酸溶液和硼氢化钾溶液多清洗几次才可测定下一个样品。否则严重影响铋的测定结果,使测定结果不准,造成严重偏高。样品全部测定完毕后,一定要用蒸馏水多多清洗几次管道才可关机。

## 4 结 语

双道原子荧光由于光学系统简单、线性范围宽、检出限低、精密度好、干扰少和操作简单方便等优点,已广泛应用于地球化探样品的测定中。在使用双道原子荧光仪测定化探样品中 As、Sb、Bi、Hg 样品时,从溶样到测定,应掌握关键操作,事事注意,一定能分析出合格的样品,可以使 As、Sb、Bi、Hg 的合格率达到 100%。

参考文献:(略)

收稿日期:2004-05-09

作者简介:丁秦(1964-),女,工学学士,化验工程师。

(1) 烧结厂石灰生产的粉尘治理工作取得了良好的效果,其治理历程有两个显著特点:一是除尘设备高效化,除尘系统大型化、集中化;二是推广应用清洁生产工艺,即污染物的治理由“末端治理”转向“源头控制”,减轻了除尘负荷,强化了除尘效果。

(2) 实践说明,酒钢烧结厂的石灰煅烧、成品工序按照粉尘性质、废气温度、工艺衔接等因素综合设计一个集中除尘系统是合理的,其应用是成功的;紧紧围绕生产实际,不断探索、不断创新,才能保证除尘器稳定、高效。

(3) 除尘灰采取负压气力输送装置运输,具有操作简单、运行稳定、无粉尘二次污染、投资省的优点,是输送距离较短(< 100 m)、落差较小(< 20 m)条件下运输物料的理想选择。

(4) 除尘设计阶段,除尘设备的选择应充分考虑其存在的周围环境条件和该项技术实际应用效果的可靠性,切实做到即保证设计高效又达到运行实效,利用原除尘系统设备、工艺和布局,切合实际、因势利导,防止片面追求高新技术造成资金浪费。

收稿日期:2004-03-12

作者简介:程 昌(1973-),男,工程师。