

原子吸收光谱法测定废气中的锡

陈 谦 毛志瑛

(常州市环境监测中心站, 江苏 常州 213001)

摘 要 样品用硝酸和硫酸进行消解, 用火焰原子吸收光度法测定废气固定源中的锡; 用石墨炉原子吸收光度法测定废气散源中的锡。

关键词 废气; 锡; 原子吸收光谱法

锡是可在人体和动物组织中积蓄的有毒金属, 有机锡化合物的毒性比无机锡大, 可经过消化道、呼吸道和皮肤侵入人体。有机锡化合物侵入体内后常潜伏 3~5 天, 然后出现头痛、头晕、多汗、瘫痪等症状。严重时, 可有口吃、四肢瘫痪状态。当引起急性脑水肿时, 患者失眠或嗜睡、精神失常、失语、抽搐, 甚至在昏迷中死亡或因呼吸循环衰竭而死。在采矿、冶金、焊接、电镀、塑料制造业及聚酯纤维生产中, 均会向大气中排放出锡。现在我国已颁发了 GB 16297—1996《大气污染综合排放标准》, 对锡及其化合物的排放作了规定和控制。现对大气污染源中的锡用超细玻璃纤维滤筒采集固定源, 用过氯乙烯滤膜采集散源, 样品消解后, 用原子吸收光谱法测定。

1 实验

1.1 仪器、材料及实验条件

所用仪器为 TAS-986 原子吸收分光光度计。锡的空心阴极灯。烟尘采样装置: 超细玻璃纤维滤筒。测定条件见表 1。

表 1 火焰原子吸收光度法

测定元素	锡
波长(nm)	224.6
灯电流(mA)	3.0
狭缝(nm)	0.4
C ₂ H ₂ (L/min)	2.0
Air(L/min)	6.0
背景校正	自吸

1.2 试剂

HNO₃、H₂SO₄、HCl 全部为优级纯。

锡标准使用液。用 1.00g/L 锡标准储备液, 逐级稀释成 50.0mg/L 和 100.0μg/L 的标准使用液。

1.3 测定

1.3.1 样品的采集

固定源: 如焊接一类的固定源借烟尘采样装置利用超细玻璃纤维滤筒进行等速采样, 采样时间为 10~30min, 共采 3 只滤筒, 且采样总体积不低于 1m³, 以确保锡的检出。

1.3.2 样品的处理及测定

将载有样品的超细玻璃纤维滤筒剪碎, 放入 250mL 锥形瓶中, 加入一定量的蒸馏水将样品浸湿, 再加入 5mL 浓硝酸, 0.5mL 硫酸, 盖上表面皿, 在电热板上加热微沸 (150℃左右), 直到产生白烟时取下, 冷却, 用 5mL 水洗涤表面皿, 继续加热, 将硫酸挥发干, 稍冷, 再沿烧杯内壁加入 5mL 盐酸, 然后用水反复洗涤, 用中速定量滤纸定量转移至 50.0mL 容量瓶中定容, 按表 1 火焰原子吸收光度法的测定条件进行测定。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线

火焰原子吸收光度法锡的曲线范围为 0.0~300mg/L, 标准曲线见表 2。

表 2 标准序列表

序号	1	2	3	4	5	6
浓度	0.0	50.0	100	150	200	300
吸光度	0.000	0.060	0.113	0.158	0.211	0.302

由以上标准序列得出标准曲线, $C = -1503.9A^3 + 1129.1A^2 + 788.98A - 0.2681$, 相关系数 r 为 0.9994。

2.2 空白试验

玻璃纤维滤筒含有金属杂质, 所以每次分析均做两次以上的全程序空白实验。不同牌号、不同批号的滤筒中的金属含量也不同。从近年来所做的近十批样品的分析看, 滤筒的锡的全程序空白值比较高, 约 10—30mg/L, 而且滤筒的全程序空白值的波动幅度也比较大。

2.4 方法的精密度

由于滤筒波动比水质分析中的全程序空白值的波动大, 因而使得该方法的精密度也比水质分析中的精密度要稍差。由于固定源的排放波动较大, 难以采集到平行样, 所以我们取 6 只滤筒分别加上 5mg 锡, 用前述方法消解、定容和测定, 作精密度的试验, 火焰法的 RSD 为 9.3%。

2.5 方法的准确度

对某焊接工序的监测样品进行准确度的分析, 采用直接测定法和标准加入法进行比

较, 结果见表 3。

表 3 固定源样品对比测定 mg/Nm^3

样品	锡	
	直接法	加标法
1	0.0120	0.0130
2	0.0140	0.0130
3	0.0074	0.0072
4	0.0070	0.0069

由表 3 和表 4 可见, 直接法和标准加入法的测试结果基本一致。

2.6 方法检出限

以试剂空白值的 3 倍标准差 ($n=12$) 作为检出限。火焰法的采样量为 350L, 锡的检出限为 $4.5 \times 10^{-3} \text{mg}/\text{Nm}^3$ 。石墨炉法采样量为 14m³, 锡的检出限为 $2.0 \times 10^{-6} \text{mg}/\text{Nm}^3$ 。

参 考 文 献

- [1] 《原子吸收光谱分析技术》, 孙汉文著, 中国科学技术出版社, 1992 年 211
- [2] 《原子吸收光谱法》 [西德] 威尔茨著, 地质出版社, 1985 年 318~378
- [3] 《空气和废气监测分析方法》, 国家环保局编, 中国环境科学出版社, 1990 年—40, 345—413, 413

Detection of Tin in Waste Gas by Atomic Absorbtion Spectrophotometry

Chen Qian Mao Zhiying

(Chang Zhou Shi Environment Monitoring Centre Jiang Su Chang Zhaou 213001)

Abstract: The paper detailed the method of detecting Tin in the waste gas. HNO_3 and H_2O_2 were used for digestion of samples Flame AAs used for stationed sources.

Key words: Waste Gas, Atomic Absorbtion spectrophotometry

作者简介: 陈谦 (1964—), 男, 辽宁省人, 工程师, 1984 年毕业于东北大学, 从事环境监测工作, 已发表论文 5 篇。