

# AA-6880 测定农用粉煤灰中的铜、钼、镍和铍含量

## AAS-072

**摘要:** 参考《固体废物铍、镍、铜、钼的测定 – 石墨炉原子吸收分光光度法》和《固体废物铍、镍、铜、钼的测定 – 火焰原子吸收分光光度法》完成对四项元素的分析；实验表明：该方法所得各元素标准曲线线性关系良好，检出限低，回收率高，适合农用粉煤灰中 4 种元素含量的测定。

**关键词:** 农用粉煤灰 原子吸收 固体废物

粉煤灰，是从煤燃烧后的烟气中收捕下来的细灰，粉煤灰是燃煤电厂排出的主要固体废物。粉煤灰是我国当前排量较大的工业废渣之一，随着电力工业的发展，燃煤电厂的粉煤灰排放量逐年增加。大量的粉煤灰不加处理，就会产生扬尘，污染大气；若排入水系会造成河流淤塞，而其中的有毒化学物质还会对人体和生物造成危害。然而，粉煤灰的用途却是比较广泛，如作为混凝土的掺和料、改良土壤等。根据《GB8173-87 农用粉

煤灰中污染物控制标准》中的限值要求：铜、镍、钼的限值要分别低于 250、200、10 mg/kg，2013 年 7 月份新推出的征求意见稿《固体废物铍、镍、铜、钼的测定 – 石墨炉原子吸收分光光度法》和《固体废物铍、镍、铜、钼的测定 – 火焰原子吸收分光光度法》两项标准也重点指出了铜、镍、钼、铍的检测方法。

本文参照相关标准，采用微波消解的前处理方法，使用 AA-6880 检测了粉煤灰中的铜、镍、钼和铍含量。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 AA-6880 原子吸收分光光度计

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿包括玻璃器皿和聚四氟乙烯容器 (30% 硝酸浸泡 24 小时)；实验所用硝酸为优级纯试剂，

实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 仪器条件和参数

配制 4 种元素的一系列标准溶液，开机待仪器稳定后，按表 1 和表 2 中的仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表1 火焰法工作条件

元素	波长 (nm)	火焰类型	燃烧头高度 (mm)	点灯方式	狭缝 (nm)	灯电流 (mA)	燃气流量 (L/min)	助燃气流量 (L/min)
Cu	324.8	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	BGC-D2	0.7	8	1.8	15.0
Ni	232.0	Air-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	7	BGC-D2	0.2	12	1.6	15.0
Be	234.9	N <sub>2</sub> O-C <sub>2</sub> H <sub>2</sub>	11	BGC-D2	0.7	16	7.0	11.0

表2 石墨炉法工作条件

元素	波长 (nm)	狭缝 (nm)	点灯方式	灯电流 (mA)	干燥		灰化		原子化		清洁	
					温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)	温度 (°C)	时间 (s)
Mo	313.3	0.2	BGC-D2	10	250	33	1200	3	2800	3	2850	2

注：测定时，加入 5 μL 浓度为 100 mg/L 的硝酸钡 + 硝酸镁为基体改进剂。

### 1.4 样品前处理

将粉煤灰至于 120℃烘箱里面干燥一个小时候左右，冷却至室温，然后精确称量 0.5 g 粉煤灰于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入 5 mL 硝酸、3 mL 氢氟酸和 2 mL 盐酸，消解结束之后冷却至室温，然后加入 4 mL 高氯酸再运行一个微波消解过程；两次微波消解的程序参考表 3。

样品消解结束之后，将样品转移到聚四氟乙烯烧杯中，将烧杯置于加热板上，于 180 °C 的温度下加热赶酸至烧杯内液体近干后以 1% 硝酸定容于 50 mL 容量瓶内，过滤残渣待测。

除不称取样品外，按照上述同样步骤做样品空白实验。

表3 微波消解升温程序

步骤	时间(min)	温度(°C)
升温 1	15	210
恒温 2	30	210

## 结果与讨论

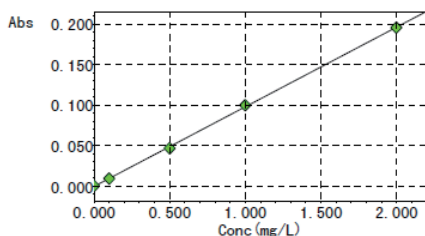
### 2.1 标准曲线及方程式

依照表 4 中所述，配制 4 种元素的不同浓度标准溶液，以测得的吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，得标准曲线。

表4 各元素标准曲线浓度

元素	浓度				
Cu	0	0.1	0.5	1.0	2.0
Ni	0	0.1	0.5	1.0	2.0
Be	0	0.1	0.2	0.5	1.0
Mo	0	5.0	10.0	20.0	---

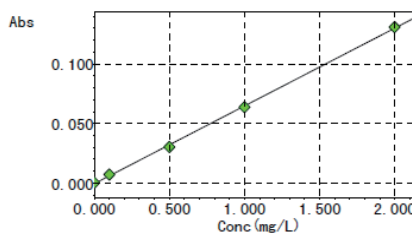
注：Cu、Ni 和 Be 浓度单位为 mg/L，Mo 浓度单位为 μg/L。



$$\text{Abs} = 0.098232\text{Conc} - 6.7316\text{e-}005$$

$$r = 0.9998$$

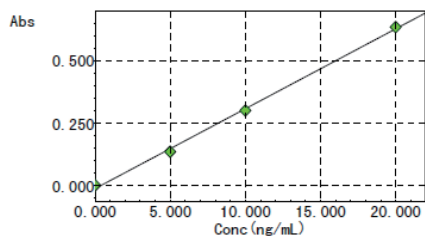
图1 Cu标准曲线



$$\text{Abs} = 0.065217\text{Conc} - 0.00043598$$

$$r = 0.9997$$

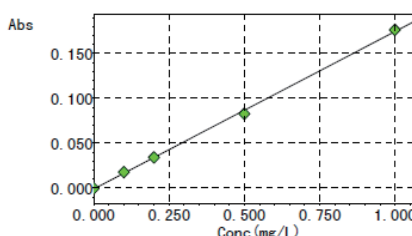
图2 Ni标准曲线



$$\text{Abs} = 0.031992\text{Conc} - 0.012480$$

$$r = 0.9991$$

图3 Mo标准曲线



$$\text{Abs} = 0.17537\text{Conc} - 0.00091472$$

$$r = 0.9995$$

图4 Be标准曲线

在各自的浓度范围内，4种检测元素的吸光度与浓度有着良好的线性关系，相关系数为  $r=0.9991\sim 0.9998$ 。

## 2.2 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定11次，根据3倍的标准偏差除以标准曲线斜率求得各元素的检出限，结果如表5所示：

表5 各元素检出限

元素	Cu	Ni	Mo	Be
检出限	0.006	0.005	0.85	0.005

注：Cu、Ni和Be浓度单位为mg/L，Mo浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ 。

## 2.3 样品检测结果、加标回收率和精密度

粉煤灰消解定容后按照表1和表2中条件检测，得样品中4种元素含量；粉煤灰加标后，以同样的方法前处理后检测得加标后含量，并计算加标回收率和精密度。

表6 样品分析结果

元素名称	Cu	Ni	Mo	Be
测定结果(mg/kg)	81.9	39.9	0.64	8.05
RSD(%)	0.44	1.38	3.0	2.67

表7 加标回收率和精密度

元素	粉煤灰				
	加标前	加标量	加标后	回收率(%)	RSD(%)
Cu	0.823	1.0	1.897	107.4	0.48
Ni	0.399	0.6	1.028	104.8	2.66
Mo	10.399	5	15.475	101.5	4.64
Be	0.081	0.05	0.137	112	1.86

注：Cu、Ni和Be浓度单位为mg/L，Mo浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ 。

## 结论

参考《GB8173-87 农用粉煤灰中污染物控制标准》、《固体废物铍、镍、铜、钼的测定-石墨炉原子吸收分光光度法》和《固体废物铍、镍、铜、钼的测定-火焰原子吸收分光光度法》等相关标准，使用AA-6880测定了粉煤灰中Cu、Ni、Mo、Be这4种元素的含量。实验表明：该方法所得各元素标准曲线线性相关系数  $r=0.9991\sim 0.9998$ ，回收率在101.5~112%之间，完全满足固体废物中四种元素的分析要求。