

火焰原子吸收测定不锈钢酸洗污泥中金属元素含量

闫宇望（山西省化工研究所（有限公司），山西 太原 030021）

摘要：采用原子吸收分光光度法对不锈钢酸洗污泥中的 Cd、Cr、Ca、Ni、Mg、Pb、Zn、Fe 金属元素进行测定分析，首先对火焰原子吸收分光光度法的回收率、相对标准偏差、检出限进行分析测试，均在合理的测试范围内，符合仪器规程。对不锈钢酸洗污泥的 Cd、Cr、Ca、Ni、Mg、Pb、Zn、Fe 金属元素进行测试分析后，测试发现 Ca、Fe、Cr 元素元素的含量均超过 10%，Ni 元素含量超过 3%，Pb、Mg 元素含量较低，Cd 元素含量最少。

关键词：不锈钢酸洗污泥；火焰原子吸收分光光度法；金属元素

在当今生产环境中，环保要求不断提高，资源回收利用越来越受到重视，而不锈钢酸洗产生的污泥中含有大量的金属元素，如不妥善处理，不仅造成资源浪费，还会对环境造成污染。如果能够合理的回收利用这些酸洗污泥，既能实现资源的回收利用，也能减轻环保压力。因此，对酸泥中金属元素的含量检测分析尤为重要^[1-2]。

金属元素的主要测定方法有火焰原子吸收分光光度法、石墨炉原子吸收分光光度法、电感耦合等离子体质谱法等。火焰原子吸收分光光度法与其他方法相比较，具备检测稳定、快速迅捷、操作简便等优点，是更为效率和准确的检测方法^[3]。

因此，采取火焰原子吸收分光光度法对不锈钢酸泥污泥中 Cd、Cr、Ca、Ni、Mg、Pb、Zn、Fe 金属元素进行定量测试分析。

1 实验部分

1.1 试剂与仪器

试剂硝酸，分析纯，自制；试剂盐酸，分析纯，自制；Cd、Cr、Ca、Ni、Mg、Pb、Zn、Fe 标准溶液，购于国家标准物质中心；不锈钢酸泥 A、B、C、D 共 4 份，均由山西太钢不锈钢股份有限公司提供；其余试剂均为分析纯，实验用水为超纯水。

AA-7000 系列原子吸收分光光度计，日本岛津仪器公

司；各元素空心阴极灯，日本岛津仪器公司。

1.2 配制标准溶液和标准曲线的建立

用超纯水逐级稀释金属离子标准溶液 1000mg/L，配制标准溶液。Cd、Cr、Ca、Ni、Mg、Pb 标准溶液：0，0.1，0.2，0.3，0.4，0.5mg/L，Zn、Fe 标准溶液：0，0.2，0.4，0.8，1.2，1.6mg/L，运用火焰原子吸收分光光度法测定标准溶液的吸光度，绘出标准曲线，得到标准方程及相关系数 R^2 ，见表 1。由表 1 中数据可知，8 种元素的相关系数 R^2 大于 0.9990，符合仪器标准曲线绘制规定。

1.3 样品处理及测定

准确称量样品 3.0000g 置于陶瓷坩埚中，加入 10mL 硝酸溶液，置于电炉上加热消解至无白烟冒出，放入 800℃ 马弗炉中高温灼烧 4h，取出冷却，加入 10mL 硝酸溶液清洗转移至 50mL 容量瓶中，用 10% 硝酸溶液定容，预测定样品中金属元素的吸光度并用 10% 硝酸溶液稀释，至样品溶液测定的吸光度在标准曲线范围内。用原子吸收分光光度计测定溶液中金属元素的含量。

2 结果讨论

2.1 方法稳定性验证

火焰原子吸收分光光度法测定时需要要对仪器和方法的回收率、标准偏差、检出限进行分析表征，见表 2。向样品溶液中加入 0.05，0.1，0.15mg/L 的标准（下转第 123 页）

表 1 标准曲线方程及相关系数

元素	曲线方程	相关系数
Pb	$y=0.0200x+0.0017$	0.9992
Cr	$y=0.0501x+0.0002$	0.9999
Cd	$y=0.4320x+0.0038$	0.9994
Fe	$y=0.0138x+0.0003$	0.9999
Zn	$y=0.0578x+0.0180$	0.9991
Ca	$y=0.2098x+0.0005$	0.9999
Mg	$y=0.0163x+0.0007$	0.9999
Ni	$y=0.0101x+0.0001$	0.9996

表 2 金属元素的回收率和相对标准偏差

元素	回收率 /%	RSD /%	检出限 /mg · kg ⁻¹
Pb	105.20	0.14	0.021
Cr	98.30	0.25	0.031
Cd	101.40	0.57	0.005
Fe	102.50	0.28	0.091
Zn	96.80	0.81	0.042
Ca	105.80	0.07	0.001
Mg	100.90	0.46	0.042
Ni	99.20	0.52	0.077

表 3 不锈钢酸洗污泥中金属元素的含量

样品	Pb/%	Cr/%	Cd/%	Fe/%	Zn/%	Ca/%	Mg/%	Ni/%
A	0.05	10.37	-	23.15	1.20	41.25	0.50	3.17
B	0.01	12.06	-	22.99	0.70	42.36	0.50	3.20
C	0.03	10.12	-	20.36	0.93	37.85	0.78	3.11
D	0.10	11.23	0.01	15.57	0.99	46.98	0.37	3.15

如下图5所示。复位弹簧可在一定程度上保护胶筒,提高胶筒使用寿命。

4 现场应用

改进后的Y211封隔器已在长庆油田采油一厂王加平16井、王平43井使用,使用情况如下表1所示。改进后的单趟管柱平均施工6段,高于改进前单趟管柱施工3段的平均水平。现场应用情况表明,该进后的Y211封隔器施工效率明显提升,更加适合油田水平井水力喷射体积压裂工艺。

表1 改进后的Y211封隔器使用情况统计

井号	设计段数(段)	施工段数(段)	使用封隔器数量(套)	平均施工效率(段/套)
王加平16	7	7	1	7
王平43	5	5	1	5
合计	12	12	2	6

5 结论

① Y211封隔器轨道槽沉砂是封隔器坐封时变轨不灵

活及变轨失效的主要原因,改进后的结构表明增加中心管轨道槽的深度和宽度,以及增加排砂孔机构可以降低封隔器变轨失效率,提高封隔器整体使用性能;

② Y211封隔器增加复位弹簧可有效保护胶筒,提高胶筒使用寿命;

③改进后的Y211封隔器施工效率明显提升,更加适合水平水力喷射体积压裂技术。

参考文献:

- [1] 任国富,徐自强,王在强,付钢旦,桂捷,邵媛,蒙鑫,胡相君.Y211型拖动压裂封隔器研制与应用[J].石油矿场机械,2015(09):60-61.
- [2] 刘鹏.水力喷射压裂工具问题分析及工艺优化[J].中国石油和化工标准与质量,2019(13):253-254.

作者简介:

舒勇(1990-),男,汉族,四川遂宁人,助理工程师,主要从事井下工具技术服务工作。

(上接第121页)2015,对采集样品进行预处理^[7],检测分析。各元素Cu、Fe、Mn、Zn和Mg的测定标准值为(0.589±0.023),(0.841±0.059),(0.442±0.028),(0.621±0.031),(0.691±0.034)mg/L,结果分别为0.580,0.856,0.462,0.630,0.688mg/L。

3 结语

电感耦合等离子体发射光谱法具有简单、快速、高效的优点,作为一种极具潜力的检测重金属的分析手段,特别是在重金属定量方面较为准确。但由于其仪器本身价格较为昂贵,限制该仪器的推广和使用。相信不就得将来,随着仪器的推广,该技术将得到越来越广泛的应用,并产生巨大的经济效益。

参考文献:

- [1] 林武滔,游宗保,陈必群.ICP-AES测定工业废水中的总磷[J].光谱实验室,2005,22(004):837-840.

- [2] 龚昌合.ICP-AES法测定工业废水中Cu、Pb、Zn、Cd、Cr、As和Hg[J].黑龙江环境通报,2006,30(4):92-93.
- [3] 王晓燕,刘子靖,王利明.ICP-AES法测定工业废水中的多项金属元素[C]//第八次全国环境监测学术交流会.中国环境科学学会,2007.
- [4] 龚昌合.ICP-AES法测定工业废水中Cu、Pb、Zn、Cd、Cr、As和Hg[J].黑龙江环境通报,2006(04):94-96.
- [5] 汪张懿,杨颖,任荣等.ICP-AES法和分光光度法测定工业废水中总磷的方法比较[J].环境监测管理与技术,2016.
- [6] 贺小双,薛晓康,林建.电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法测定工业废水中的颜料绿58[J].中国无机分析化学,2017(04):1-4.
- [7] 陈必群.ICP-AES法精确测定工业废水中的总磷[J].海峡科学,2007,06(6):134-134.

(上接第120页)溶液测定吸光度;金属元素的回收率均在96.8%至105.8%;对空白溶液进行11次重复测定,得到标准偏差均在1.0%以下;检出限用下式计算:

$$c=K \times Sd/S$$

式中:c为检出限,单位为mg·kg⁻¹;Sd为空白溶液吸光度标准偏差,单位为mg·kg⁻¹;S为标准曲线斜率;K值为常数3。

2.2 检测结果分析

火焰原子吸收分光光度法测定的不锈钢酸洗污泥中金属元素的含量如表3所示,整理比较分析后可知,A、B、C、D四份不锈钢酸洗污泥中金属元素的含量大致相同,其中含有大量的Ca、Fe、Cr元素,这三种元素的含量均超过10%,Ni元素含量较高,含量超过3%,Pb、Mg元素含量较低,Cd元素含量最少。

3 结论

本文对不锈钢酸洗污泥中Cd、Cr、Ca、Ni、Mg、Pb、

Zn、Fe的含量进行测定分析,采用了火焰原子吸收分光光度法。结果表明,4份不锈钢酸洗污泥中均含有大量的金属元素,如果不进行妥善处理,势必会造成资源浪费和环境污染。其中含有大量的Cr、Fe、Ca元素,在后续不锈钢酸洗污泥处理中需要重点关注,可以使用还原法无害化处理或固化稳定化对不锈钢酸洗污泥进行处理填埋。

参考文献:

- [1] 房金乐,杨文涛.不锈钢酸洗污泥的处理现状及展望[J].中国资源综合利用,2014(32):29-33.
- [2] 贺慧,赵俊学,马红周等.不锈钢酸洗废水处理技术分析[J].甘肃冶金,2009(05):42-46.
- [3] 赵璇,高庆瑞,秦世丽,高立娣.洗护发产品中8种重金属元素含量的测定[J].日用化学工业,2021(51):83-87.

作者简介:

闫宇望(1992-),男,汉族,山西吕梁人,化工助理工程师,研究方向:分析化学和聚氨酯弹性体。