

用电感耦合等离子发射光谱分析法同时测定 石油炼厂工业水中的十五种元素

朱 小 帆

(抚顺石油三厂)

电感耦合等离子发射光谱分析法是七十年代正式大量应用于实践的一种多元素同时分析的方法。我们应用此方法对石油炼厂工业用水中 15 种金属元素进行了检查,得出较完整的数据,并考察各元素的干扰及方法的回收率。

一、实 验 部 分

1. 仪器 ICPQ-100 型电感耦合等离子光谱计(日本岛津制作所产)。

2. 试剂与标准溶液 试剂为光谱纯或优级纯。单元素标准均配制成 1 毫克/毫升。将单元素标准溶液按表 1 配制成二个标准系列,贮于塑料瓶中待用。

3. 试样的前处理

取样及样品的保存同一般的水分析。分析水样中常量元素钙、镁、钠、钾等,取样 1—10 毫升,加入 2.5 毫升浓盐酸于烧杯中煮沸,过滤于 25 毫升容量瓶中待测。

分析微量元素取水样 250 毫升加入浓盐酸 10 毫升于烧杯中浓缩至约 10 毫升,其它操作同前。空白为含 10% (体积) 的盐酸溶液。

4. 实验条件与工作参数

仪器功率 1.6 千瓦,冷却气流量 10.5 升/分;等离子气流量 1.5 升/分;载气流量 1.0 升/分;观察高度线圈以上 16 毫米处;曝光时间 20 秒。

二、结 果 与 讨 论

1. 各元素的波长及检测下限

根据本仪器预定的各元素的波长测得各元素的检测下限见表 2。

2. 干扰情况

水中含大量的钙、钠、钾、镁等元素,为此考察了这些元素对微量元素测定时的干扰情况,结果见表 3。

在测定样品时必须先用标 1 测定,后用

表 1 标准溶液系列

标准系列一	元素名称	Na	K	Ca	Mg	HCl 浓	
	含量 $\mu\text{g/ml}$	125	125	125	125	10% (体)	
标准系列二	元素名称	Co	Ni	Si	Sn	Hg	Pb
	含量 $\mu\text{g/ml}$	10	10	10	10	10	10
	元素名称	As	Al	Fe	Cu	Zn	Cr
	含量 $\mu\text{g/ml}$	10	10	5	2	2	2
	元素名称	Cd	Mn	Ba	P	HCl 浓	
	含量 $\mu\text{g/ml}$	1	1	1	10	10% (体)	

表 2 各元素的波长与检测下限

元素名称	波 长 (埃)	检测下限 ppm	元素名称	波 长 (埃)	检测下限 ppm
Mg	2790.8	0.025	Si	2881.6	0.023
Al	3961.5	0.012	P	2136.2×2	0.07
Ca	3933.7	0.0007	Cr	2835	0.0037
Mn	2576.1	0.0008	Fe	2599.4	0.0012
Co	3453.5	0.03	Ni	2316	0.014
Cu	3247.5	0.0011	Zn	2025.5	0.0014
As	1937	0.039	Sn	1899.9	0.027
Pb	2203.5	0.072	Na	5890	0.1
Cd	2265	0.0044	Hg	2536.5	0.024
Ba	4554	0.00035			

表 3 干扰情况考察(背景光强换算成元素浓度 ppm)

	Al	Si	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	As	Sn	Pb	Cd	Hg	Ba
5μg/ml 钙	0.30	0.0024	0.0035	0.0006	0.002	0.036	0.0072	0.0027	0.0077	0.041	0.030	0.0075	0.0008	0.0056	0.0054
25μg/ml 钙	1.68	0.05	0.0036	0.0006	0.0027	0.036	0.0071	0.0027	0.0074	0.21	0.068	0.033	0.0021	0.016	0.0048
50μg/ml 钙	2.99	0.048	0.0055	0.0006	0.0055	0.088	0.014	0.0027	0.011	0.23	0.12	0.071	0.0044	0.021	0.0044
125μg/ml 钙	6.37	0.033	0.012	0.0015	0.010	0.15	0.029	0.0043	0.027	0.44	0.28	0.17	0.0096	0.072	0.0054
250μg/ml 钙	10.48	0.048	0.022	0.0032	0.020	0.24	0.049	0.0058	0.037	0.72	0.43	0.29	0.016	0.12	0.006
钙、钾、镁、钠 各 5μg/ml	0.31	0.088	0.011	0.0026	0.014	0.08	0.030	0.0091	0.017	0.052	0.03	0.018	0.0015	0.030	0.0055
钙、钾、镁、钠 各 25μg/ml	1.37	0.12	0.022	0.0039	0.021	0.11	0.036	0.0080	0.028	0.11	0.21	0.024	0.0046	0.062	0.0068
钙、钾、镁、钠 各 50μg/ml	2.57	0.14	0.032	0.0044	0.023	0.14	0.033	0.010	0.046	0.25	0.27	0.083	0.008	0.078	0.0078

表 4 水中各元素加入量回收率考察

元素名称	Mg	Al	Cr	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	As	Pb	Sn	Cd	Hg	Ba	Ca
加入量 μg/ml	4.0	0.40	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.40	1.0	1.0	1.0	0.1	1.0	0.01	2
回收量 μg/ml	3.96	0.403	0.198	0.203	0.196	0.199	0.202	0.393	1.02	0.99	1.01	0.0993	1.02	0.0103	2.03
回收率 %	99	100	99.3	102	98.3	99.5	101	98.3	102	99	101	99.3	102	103	101

标 2 测定，并按预先作好的干扰曲线扣除由于样品中大量的钙、钠对其它元素引起的干扰，此校正也可用电子计算机进行。

3. 回收率考察

为检验方法的准确度，考察了方法的回收率，结果如表 4。

表 5 石油炼厂装置循环水、污水分析结果

单位: 毫克/升

样品来源	Al	Si	P	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	As	Sn	Pb	Cd	Hg	Ba	Mg	Ca
电镀车间	0.28	3.15	0.50	170	0.20	1.67	0.85	0.058	2.48	43.9	0.36	0.33	0.23	0.011	0.18	0.065	6.42	21.43
蒸馏车间	0.29	4.75	0	0.024	0.058	1.03	0.13	0.044	0.26	0.28	0	0.14	0.22	0.012	0.12	0.049	5.32	20.65
焦化车间	0.054	3.03	0	0.024	0.092	0.42	0.049	0.065	0.023	0.046	0.076	0.12	0.19	0.0068	0.061	0.048	4.44	17.93
石蜡车间	0.14	5.18	10.82	0.022	0.095	0.19	0.049	0.022	0.022	0.051	0	0.097	0.12	0.0060	0.046	0.051	5.45	22.20
干馏车间	0.14	10.25	0.67	0.022	0.0067	0.089	0.033	0.026	0.007	0.034	0	0.13	0.14	0.0083	0.054	0.050	5.72	23.25
润滑油车间	0.32	9.12	0.31	0.023	0.13	1.42	0.049	0.034	0.022	0.036	0.04	0.13	0.15	0.0087	0.081	0.056	5.29	21.03
催化车间	0.21	6.02	0	0.022	0.11	0.23	0.12	0.055	0.03	0.051	0.14	0.16	0.20	0.011	0.090	0.040	4.57	17.26
重整车间	0.20	6.94	0	0.015	0.99	0.099	0.10	0.050	0.023	0.083	0.12	0.15	0.20	0.01	0.080	0.042	5.06	19.54
裂化车间	0.46	10.08	0	0.007	0.031	0.45	0.022	0.040	0.03	0.031	0.14	0.14	0.18	0.007	0.060	0.025	0.58	11.71

由表可见元素的回收率都在 97—103%.

4. 分析结果

对二个石油炼厂的装置循环水、污水等进行了检验,结果见表 5.

5. 精密度

十次分析的变差系数在分析下限处为 20%, 在分析下限 10 倍处为 3%, 在分析下限 100 倍处为 1.3%.

污 水 中 BOD₅ 快 速 测 定 法

纪 国 良 蔡 新 华

(兰州炼油厂研究所)

生物化学需氧量 (BOD₅) 作为水质评价和水质监测中物质变量的一个重要参数指标, 自 1870 年产生并广泛应用以来^[1], 无论在生产上还是在科学研究上都曾起着重要作用. 但由于分析误差大, 分析时间长, 在生产应用中显得不足. 为此, 国内外许多科学工作者为缩短分析时间, 作了大量工作^[2-8].

Flagal 等人^[4]曾提出利用生化反应曲线会产生一拐点值, 借此缩短分析时间. 但是, 此法对于某些污染物成份复杂的工业废水, 如兰炼污水场处理的废水, 其拐点很不明显, 此法受到限制. 本法是根据微生物在某一确定条件下的呼吸速率与水样中污染物的浓度有一定的关系这一特性^[9,10], 进行了试验研究.

一、原 理

对于污水的生物化学反应, Monod 提出如下生物化学反应方程式:

$$R_g = \frac{K'cx}{K'' + c} \quad (1)$$

式中, R_g 为生化反应速率; c 为污染物浓度; x 为微生物浓度; K' 为反应速率常数; K'' 为饱和反应速率常数.

当 $c \ll K''$ 时, (1) 式为:

$$R_g = Kcx \quad (2)$$

式中 $K = K'/K''$. 将 (2) 式对 c 进行微分, 得:

$$dR_g = Kxd c \quad (3)$$

假定微生物的内呼吸速率为 R_0 , 反应时