文章编号: 1001-0580(2009)03-0380-02 中图分类号: O 657.31 文献标志码: B 【检验技术】

煤及燃烧物中多种金属元素 ICP-AES法测定*

王莹[1,2], 康万利[3], 康艳红[1], 辛士刚[1], 郑志国[1], 勾颖[4]

关键词: 煤; 燃烧物; 金属元素

随着社会的发展, 人们对环境的关注也日益增加, 煤燃烧对环境造成的污染引起重视[1,2], 煤燃烧过程中污染元素进入大气、水、土壤, 易被人体和动物直接吸收, 危及整个生态系统和人体健康[3-5]。因此, 准确测定这些元素在煤及其燃烧产物中的含量非常重要。本研究采用高压密封硝化罐对原煤及煤燃烧后的底灰、飞灰样品进行处理, 将化学计量学应用于电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)法测定原煤及底灰、飞灰中 25种金属元素的含量。结果报告如下。

1 材料与方法

1.1 实验仪器与工作条件 DRE电感耦合等离子原子发射光谱仪(美国 Leeman公司)。功率 1.0 kW、氩气压力 0.55 MPa、冷却气流量 15 L/min、辅助气流量 0.5 L/min、雾化器压力 374.06 Pa、提升量 1.5 ml/min、观察位置自动优化。高压硝化罐(聚四氟乙烯高压熔样器)(上海冶金研究院)。超纯水器(Airum611di), 电子天平(B211D)(德国赛多利斯公司)。

1.2 试剂与标准溶液 硝酸(MOS级)、高氯酸、氢氟酸(GR, 北京化学试剂研究所)。标准储备液: Ca、Mg、K、Co、Ni、Al、Zn、Cu、Ba、Li、Sr、Mn、Cd、Cr、Se、Sn、As、Hg、Pb、Au、Pt、V、Ti、Tl、Ce的标准液均为 1 000 μg/ml(国家钢铁材料测试中心冶金部钢铁研究总院)。混合标准溶液 1: 将标准储备液用 2%硝酸逐级稀释, 混合至 Ca、Mg、K、Co、Ni、Al、Zn、Cu、Ba、Li、Sr、Mn浓度分别为 0.00、5.00、10.00 μg/ml。混合标准溶液 2: 将标准储备液用 2%硝酸逐级稀释, 混合至 Cd、Cr、Se、Sn、As、Hg、Pb浓度分别为 0.00、1.00、2.00 μg/ml。混合标准溶液 3: 将标准储备液用 2%硝酸逐级稀释, 混合至 Au、Pt、V、Ti、Tl、Ce浓度分别为 0.00、1.00、2.00 μg/ml。

1.3 样品处理 将煤及底灰、飞灰样品研磨碎过 100目筛, 准确称取样品 0.2000 g于高压消化罐中, 时间为 3 h, 取出硝化罐冷却, 把硝化罐中的溶液全部移入 50 ml容量瓶中, 以 2%硝酸定容, 待测。同时做空白实验。

1.4 测定方法 在 ICP-AES仪器最佳工作条件下, 制作各元素标准曲线, 对样品进行测定。每个样品重复测定 3次。

2 结 果

2.1 分析波长的选择及背景的校正(表 1) ICP-AES法对每个元素的测定都可以同时选择多条特征谱线, 而且光谱仪具有同步背景校正功能, 因此, 实验中对每个测定元素选取 2~3条谱线进行测定, 综合分析强度、干扰情况及稳定性, 选择谱线干扰少、精密好的分析线。

表 1 各元素分析线波长

元素	波长(nm)	元素	波长(nm)	元素	波长(nm)	元素	波长(nm)	元素	波长(nm)
Ca	393.366	Al	309.271	Sr	407.771	Sn	189.926	Pt	214.423
Mg	279.553	Zn	213.856	Mn	257.610	As	188.977	V	309.331
K	766.490	Cu	324.754	Cd	214.438	Hg	253.265	Ti	334.941
Co	225.162	Ba	455.403	Cr	425.235	Pb	220.553	Tl	190.801
Ni	221.647	Li	670.784	Se	196.026	Au	242.795	Ce	413.765

2.2 最佳硝化条件的选择 本文采用化学计量学中正交实验设计, 选择 $L_{16}(4^4)$ 正交表, 按四因素、四水平进行正交实验, 通过方差分析选择最佳的样品处理条件为: 硝化温度: 120℃; 硝化时间: 3 h; 酸配比(HNO_3: $HClO_4$: HF= 4: 2: 1); 酸用量为 8.00 ml。

2.3 方法的检出限、精密度 对空白样品溶液重复测定 10次, 取 3次标准偏差所对应的浓度为各元素的检出限, 各元素检测限为 0.0002~0.0153 μg/g。相对标准偏差 < 2.31%。

2.4 回收率测定 采用最佳实验条件, 对原煤样品中 25种元素分别做加标回收实验, 回收率为 90.0%~110.0%。

2.5 样品含量的测定(表 2) 对抚顺煤矿的煤及其燃烧后的底灰、飞灰样品中金属元素的含量进行了测定。

3 讨 论

采用低温高压密封硝化罐对原煤及煤燃烧后的底灰、飞灰样品进行处理, 此硝化方法用样量少, 环境污染也小; 而化学计量学是将数学方法应用于分析化学实验中, 通过正交实验设计优化实验条件, 通过方差分析选择最佳实验条件, 即省时、又省力, 能够以少的实验次数获得更多的信息; 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)法简单、快速、灵敏度高, 准确性好, 且多元素同时测定。本文将几种方法相结合测定了原煤及底灰、飞灰中 25种金属元素的含量。研究表明: 煤燃烧后的底灰、飞灰中微量金属元素普遍得到了富集。依照 GB15618-1995土壤环境质量标准规定的标准值, 常量元素 Cu、Zn等基本在正常范围。而煤燃烧后的底灰、飞灰中, 元素 As、Hg、Pb、Cd、Cr等严重超标, 这些元素均为环境毒害元素, 因此, 煤燃烧后底灰、飞灰的处理、排放及再利用一直是研究的重点课题。

* 基金项目: 国家科技部国际合作重大项目(2004DF02700); 沈阳大型仪器共享合作项目(2006)

作者单位: 1. 沈阳师范大学化学与生命科学学院分析教研室, 沈阳 110034; 2. 大庆石油学院石油工程学院; 3. 中国石油大学(华东)提高采收率研究中心; 4. 沈阳市质量信息服务中心

作者简介: 王莹(1966-), 女, 黑龙江人, 教授, 博士, 主要从事光谱分析工作。

中国公共卫生 CPH

表 2 煤及底灰、飞灰中金属含量 (mg/g)

样 品	Ca	Mg	K	Co	Ni	Al	Zn	Cu	Ba
原煤	1.77	0.992	2.49	0.0202	0.657	13.3	0.0274	0.0165	0.0819
底灰	11.6	5.34	14.9	0.0785	3.01	71.0	0.0690	0.0823	0.406
飞灰	9.19	3.85	9.48	0.0568	2.31	48.8	0.150	0.0681	0.282
样 品	Li	Sr	Mn	Cd	Cr	Se	Sn	As	Hg
原煤	0.0151	0.0763	0.0581	0.0323	0.0260	0.0485	0.0513	0.0698	0.0684
底灰	0.0563	0.301	0.551	0.0875	0.165	0.277	0.211	0.418	0.284
飞灰	0.0425	0.198	0.323	0.0689	0.109	0.149	0.137	0.275	0.189
样 品	Pb	Pt	Au	V	Ti	Tl	Ce		
原煤	0.202	0.120	0.0281	0.0440	0.900	0.202	0.0957		
底灰	0.508	0.446	0.0592	0.230	7.30	0.598	0.566		
飞灰	0.358	0.154	0.0297	0.0781	4.77	0.425	0.426		

参考文献

〔1〕 刘迎晖,郑楚光, 游小清, 等. 燃煤过程中易挥发有毒痕量元素的相互作用 [J]. 燃烧科学与技术, 2001, 7(4): 29-33.

〔2〕 赵桂贞,王琴萍, 吕兴梅, 等. 环境污染化学 [M]. 北京: 当代中国出版社, 2002. 178-183.

〔3〕 胡长兴,周劲松, 骆仲泱, 等. 烟气脱汞过程中活性炭喷射量的影响因素 [J]. 化工学报, 2005, 56(11): 2172-2177.

〔4〕 邹本东, 敖登高娃, 尚洪山, 等. 褐煤中金属元素的形态分布 ICP-AES分析 [J]. 环境化学, 2005, 24(1): 69-72.

〔5〕 吕海亮, 陈皓侃, 李文, 等. 义马煤中几种微量污染元素的赋存形态研究 [J]. 燃料化学学报, 2003, 31(1): 34-37.

收稿日期: 2008-06-28 (宋艳萍编辑 刘铁校对)

中国公共卫生 CPH

文章编号: 1001-0580(2009)03-0381-01 中图分类号: R 181.8+1 文献标志码: B

【基层公共卫生】

营口市 1996~2008年艾滋病疫情分析

马德坤, 尤义, 陈世哲, 赵宇

关键词: 艾滋病; 防控措施; 疫情分析

目前, 我国艾滋病 (AIDS) 疫情有从高危人群向普通人群扩散趋势[1], 并且近几年疫情快速增长。[2]为了解辽宁省营口市 1996~2008年艾滋病流行变化趋势, 为今后有效预防和控制艾滋病的流行和蔓延, 为制定可行有效的防控措施提供依据, 对辽宁省营口市近 13年来艾滋病疫情进行分析。结果报告如下。

材料与方法 资料来源于营口市艾滋病疫情报告和艾滋病网络直报系统, 采用描述流行病学方法进行分析。

结 果 营口市从 1996年以来累计报告人类免疫缺陷病毒 (HIV)感染者 /AIDS病人 38例, 其中 HIV感染者 29例, 病人 9例, 死亡 6例。时间分布: 1996~2003年共报告病例 4例、2004年 4例、2005年 8例、2006年 7例、2007年 4例、2008年 1~5月份 11例, 占总报告数的 28.94%。人群分布: 38例艾滋病患者年龄最小 22岁, 最大 62岁; 以 35~45岁具多, 共 25例, 占报告病例数的 65.78%。男性 30例, 女性 8例, 性别比为 3.75∶1。职业以农民为主 18例, 占报告发病例数的 47.37%。感染途径: 38例艾滋病患者及感染者中通过性接触感染 33例, 占报告例数的 86.84%; 其中异性性接触感染 28例, 同性感染 5例, 单采血浆 3例, 占 7.9%; 注射吸毒 2例, 占 5.26%。发现途径: 医疗门诊或住院病人常规检验发现 17例, 占 44.73%; 监测 (含健康体检) 发现 15例, 占 39.47%; 艾滋病病人和感染者的性伙伴 6例, 占 15.79%。

讨 论 营口市于 1996~2008年 5月共发现艾滋病患者及感染者 38例, 男性显著高于女性, 性别比值为 3.75∶1。从感染途径看主要是以性接触为主, 占 86.84%。因此, 应加强嫖娼、卖淫者监管及健康教育, 提高安全套的使用率。从病例发现年度分析结果显示, 1996~2003年 8年中仅发现 4例, 2004年以后迅速上升, 其原因可能是 2003年以前健康教育不够, 监测不力, 存在严重病例漏报现象。近年来, 病例报告上升与 2004年以后加强检测和监测力度, 医疗机构、献血均将 HIV检验作为常规检验有关。因此, 通过形式多样的宣传提高广大群众的艾滋病防治知识水平, 是目前预防艾滋病最有效办法[3,4]。今后应充分发挥政府的主导作用, 进一步加强艾滋病相关的知识教育和监督检测工作, 以有效地防治艾滋病疫情的扩散。

作者单位: 辽宁省营口市疾病预防控制中心性病艾滋病防制科, 115000

作者简介: 马德坤 (1953-), 男, 辽宁营口人, 主管医师, 大专, 主要从事性病艾滋病防制工作。

参考文献

〔1〕 李秀芳, 张北川, 王燕飞, 等. 女性性服务者性病患者及相关因素分析 [J]. 中国公共卫生, 2008, 24(4): 398-399.

〔2〕 陈胜林, 董宏伟. 舟山市 1997-2007年艾滋病监测分析 [J]. 中国公共卫生, 2008, 24(4): 392.

〔3〕 王百锁, 李翔, 常文辉, 等. 陕西省 HIV感染者和艾滋病患者管理模式 [J]. 中国公共卫生, 2007, 23(12): 1418-1419.

〔4〕 杜双燕, 骆华松. 云南省艾滋病防治宣传教育政策评估效果分析 [J]. 中国公共卫生, 2006, 22(11): 1297-1298.

收稿日期: 2008-07-08 (郭长胜编辑 刘铁校对)