

doi:10.3866/pku.DXHX20150356

沙尘天气对 AAS、ICP-AES 测定的影响^{*}

兰景凤^{1**} 朱玲² 刘晓燕¹ 武兰晨²

(¹ 兰州大学化学化工学院 甘肃兰州 730000; ² 中国石油天然气股份有限公司兰州石化分公司 甘肃兰州 730060)

摘要 以大型仪器原子吸收光谱仪、电感耦合等离子体发射光谱仪为例,说明当沙尘天气发生时,空气中的粉尘和微小颗粒进入到仪器内部会引起空气压缩机故障、射频发生器的传感器不工作、助燃气堵塞等一系列问题;并针对这些问题进行处理,给以后仪器的使用和保养提供相应的参考。

关键词 粉尘 沙尘暴 AAS ICP-AES

中图分类号 O6;G64

The Impact of Dust Weather on AAS, ICP-AES Determination^{*}

Lan Jingfeng^{1**} Zhu Ling² Liu Xiaoyan¹ Wu Lanchen²

(¹ Chemistry and Chemical Engineering, Lanzhou University, Lanzhou 730000, Gansu, China;

² Lanzhou Petrochemical Research Institute, PetroChina, Lanzhou 730060, Gansu, China)

Abstract The frequent occurring sandstorms have a great impact not only on people's daily life in the northern region, but also on the routine working of the sophisticated instruments. In this paper, a summary was provided about the operation performance of the instrument in the circumstance of the dust weather. For the atomic absorption spectrometer (AAS) and inductively coupled plasma atomic emission spectrometer (ICP-AES), the entering of dusts in the interior of the instrument would cause the fault of the air compressor and the radiofrequency (RF) generator sensor, as well as the block of the pipes of the assistant gas. This paper provides solutions to these problems and suggestions are made for instrumental operation and maintenance.

Key Words Dust; Sandstorm; AAS; ICP-AES

沙尘暴天气是我国西北地区和华北地区近年经常出现的强灾害性天气^[1],可造成房屋倒塌、交通及供电受阻或中断、火灾、人畜伤亡等,并会污染环境、破坏作物生长,给国民经济建设和人民群众生命财产造成严重的损失和危害^[1-4]。在沙尘天气里,漂浮在空气中的浮尘对大型仪器的影响也很显著。精密仪器原子吸收分光光度计(atomic absorption spectrometer, AAS)和电感耦合等离子体发射光谱仪(inductively coupled plasma atomic emission spectrometry, ICP-AES)自身的风冷系统过滤层只能过滤颗粒直径大于10.0 μm 的悬浮物,而沙尘暴中的大量悬浮物为2.0~5.0 μm 的颗粒^[5-6],不能被过滤系统过滤。由于兰州地区频发沙尘暴,室内粉尘过多,且AAS和ICP-AES都是面向教学开放的,受教人数为每天十几次以上,教学任务很重,外部环境和繁重的教学任务使得这两种大型仪器不能处于密闭无尘的环境。针对上述情况,进行了一系列的测试和统计,期望能够对今后AAS和ICP-AES在使用过程中遇到的问题及时进行处理,并针对具体情况对仪器进行日常保养,以保证仪器良好运转。

^{*} 基金资助:国家自然科学基金(No. 21105039)

^{**} 通信联系人, E-mail: lanjf@lzu.edu.cn

1 样品采集与测定

根据文献[1],在沙尘暴样品中成分复杂^[1],本文在其数据的基础上用 Anderson 大气采样器收集空气浮尘样品,采集流量为 0.50L/min,收集滤膜为玻璃纤维膜,滤膜直径为 0.8μm,采集地点为兰州大学飞云楼顶层平台,采集时间为 2013 年 3 月 1 日至 3 月 31 日(每日采集时间为 24h)。样品采集后用微波消解法进行消解,应用 ICP-AES (varian vista-mpx) 对其含量进行测定^[3,7],测试条件为:燃气流量 1.5L/min,助燃气流量 1.0L/min,RF 发射功率 1.5kW,水平炬,载气流量 1.0L/min,样品提升量 1.5mL/min,分类列在表 1 中。

表 1 样品中铝、钙、镁含量与采样时间、天气情况的关系

时间	$\frac{w(\text{元素})}{w(\text{样品})} \times 10^{-6}$			天气情况	时间	$\frac{w(\text{元素})}{w(\text{样品})} \times 10^{-6}$			天气情况
	Al	Ca	Mg			Al	Ca	Mg	
3 月 1 日	3.2	12.6	11.1	多云转晴	3 月 17 日	2.8	17.8	8.7	多云转晴
3 月 2 日	3.8	25.8	11.2	多云转晴	3 月 18 日	2.0	16.0	8.6	晴
3 月 3 日	2.3	26.5	9.7	晴	3 月 19 日	1.6	14.1	7.5	晴
3 月 4 日	2.9	24.8	12.3	晴	3 月 20 日	2.5	11.8	8.0	多云
3 月 5 日	2.3	25.6	13.4	晴转多云	3 月 21 日	3.3	9.2	7.5	多云转晴
3 月 6 日	1.6	22.2	11.9	多云	3 月 22 日	2.1	18.1	6.0	多云转晴
3 月 7 日	1.0	24.4	11.9	晴	3 月 23 日	1.4	26.9	6.3	多云转晴
3 月 8 日	0.7	23.7	4.7	晴	3 月 24 日	2.3	27.7	5.3	晴
3 月 9 日	5.3	71.2	23.9	多云转浮尘	3 月 25 日	2.0	28.2	5.3	多云
3 月 10 日	4.2	67.2	24.1	扬沙转多云	3 月 26 日	6.1	68.1	20.8	扬沙转晴
3 月 11 日	4.8	67.2	23.6	扬沙	3 月 27 日	2.6	28.6	4.0	晴转多云
3 月 12 日	4.4	66.0	23.1	扬沙转多云	3 月 28 日	1.9	27.9	3.4	多云转晴
3 月 13 日	5.3	66.2	22.9	扬沙转多云	3 月 29 日	1.1	28.5	3.6	晴
3 月 14 日	5.4	66.0	25.2	扬沙转晴	3 月 30 日	1.2	25.2	6.5	晴
3 月 15 日	4.3	67.3	23.2	扬沙转多云	3 月 31 日	2.0	25.5	4.7	晴
3 月 16 日	0.4	18.7	9.0	多云转阴					

从表 1 可以看出,钙、镁、铝在 3 月 1 日至 3 月 8 日的含量比较低,在 3 月 9 日至 3 月 15 日(沙尘天气)含量较高;在 3 月 16 日又降回到较低水平,直至 3 月 25 日 3 种元素的含量都处于比较低的水平,3 月 26 日出现扬尘,收集到的浮尘颗粒物样品中各种元素的含量比前一天增加了 1~3 倍;随着天气转好,在 3 月 27 日至 3 月 31 日 3 种元素的含量又降到较低水平。春天西北大部地区基本无降水^[8],解冻后大面积表层土壤干燥、疏松,植被还未形成,在每次大风到来之前均没有可以抑制扬沙的明显降水过程,冷空气活动频繁,大风连续出现,沙尘暴天气比较多^[8-13],而且往往持续时间较长。

图 1 显示了收集于 3 月至 6 月的样品(样品处理方式同上)中的钠含量^[11]。

从图 1 可以明显看出 3 月份空气浮尘中的钠元素含量要高于其他月份,因此在 3 月份对仪器各种性能的考察和测定是有意义的。

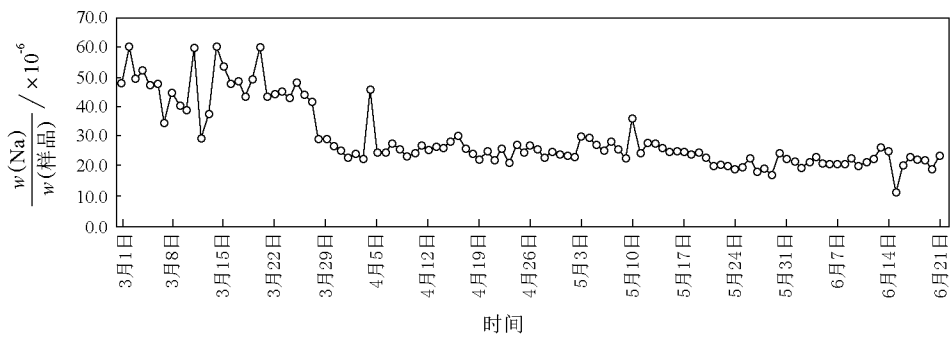


图 1 Na 随时间变化曲线

2 沙尘天气与正常天气时测定和观察的各种参数和现象

2.1 AAS 的影响

沙尘对 AAS 的影响在雾化器和空气压缩机。正常情况下雾化器雾化效果较好,如 Cu(2.0g/L) 的吸光度为 0.300 及以上;在沙尘天气时,由于空气压缩机的过滤网不能有效过滤空气中的微小颗粒 (<10 μm),这些微小颗粒会进入雾化器影响雾化室内气溶胶的形成,造成样品中待测元素形成基态原子比率降低,给元素测定结果带来偏差,如 Cu(2.0g/L) 的吸光度为 0.270。在正常天气,室内的各种仪器设备正常运转的情况下,AAS 测得的各个元素的吸光度比较高,分别是 Zn 0.451,Cu 0.300,Ca 0.352;而同样的操作条件在沙尘天气就出现了吸光度降低的情况,分别是 Zn 0.422,Cu 0.271,Ca 0.301,吸光度的降低程度已经超过了正常仪器偏差 5% 的偏差值,达到了 6% 或以上。由此可知外界环境对测试的影响很大。AAS 的空气压缩机的作用是过滤空气中的浮尘和水分,在沙尘天气频发时,空气压缩机的过滤网需要经常清洗。在湿度不大的地方更容易产生粉尘,故使用的空气过滤网的过滤孔径也要较细一些。以往的空气压缩机过滤网都是使用厂家提供的脱脂棉,本文的空气压缩机过滤网采用了空气净化器专用的过滤网,可以有效地过滤掉空气中较大的颗粒,但对于微小的颗粒 (<10 μm) 则不能有效地过滤。空气压缩机在不同天气的维护情况见表 2。

表 2 空气压缩机在不同天气时的维护参数

天气状态	气体压力	排水时间	过滤网清洗时间	过滤网的更换速度
沙尘天气	0.38MPa	2.0 小时	3 天	30 天
正常天气	0.40MPa	1.5 小时	10 天	50 天

从表 2 可以看出,在正常天气时气体压力可以加大一些,适合一些对空气的需要量比较大的贫燃元素的测定;而在沙尘天气需要降低助燃气压力,减少浮尘的富集。空气压缩机是采用螺旋式离心风冷除水器快速冷却压缩空气、离心分离冷凝水的,当气压比较大时需要增加排水的频率。在正常天气时由于气压比较大,排水的频率是每 1.5 小时排水 1 次,过滤网需要每 3 天清洗 1 次和每 30 天更换 1 次。

2.2 ICP-AES 的影响

沙尘对 ICP-AES 的影响主要在冷却系统,冷却系统里包括风冷和水冷系统,两者的维护频率要比平时高很多。空冷系统里的循环系统与外界空气进行循环进而对仪器进行冷却,而室内的微小颗粒 (2.0~5.0 μm ,甚至更小)能附着在外循环系统里,造成主板和接触元件不能很好地导电,从而对精密仪器造成损害。在沙尘天气比较频繁的时候,需要每隔 7 天对 ICP-AES 的 RF 发生器的空气循环系统进行清除灰尘处理,每隔 7 天对冷却水的循环系统里的风冷系统进行清理和维护,每隔 3 天对炬室进行清

洁除尘。

从表 3 中可以看出,在沙尘比较大的条件下,必须设置较低的循环水冷却温度,由正常时的 20℃降低至 19℃;冷凝水的循环速度应由 1.4L/min 升至 1.5L/min;冷却水过滤网的清洗时间需要从每 10 天清理 1 次增加到每 3 天清理 1 次;外部循环的纯净水也因为高负荷的工作要频繁更换,由每 20 天更换 1 次增加到每 7 天更换 1 次,以增加循环冷凝器的使用寿命。

表 3 循环水冷却器在不同天气时的操作方法

天气状态	冷却水温度	冷却水循环速度	冷却水过滤网清洗时间间隔	冷却水水垢清洗时间
沙尘天气	19±0.5℃	1.5L/min	3 天	7 天
正常天气	20±0.5℃	1.4L/min	10 天	20 天

3 沙尘天气与正常天气时 AAS 与 ICP-AES 的运行费用

3.1 AAS 运行时维护参数

在沙尘天气中运行 AAS 时,需要更高的维护频率和更多的维护费用(表 4)。

表 4 不同天气 AAS 的维护参数

天气状态	燃烧器清洗频率	乙炔气消耗	空气压缩机供应压力	维护费用
沙尘天气	清洗 1 次/天	1.5MPa/2 天	0.40MPa	约 90 元/天
正常天气	清洗 1 次/2 天	1.5MPa/3 天	0.38MPa	约 50 元/天

表 4 表明在沙尘天气里,AAS 原子化器中的燃烧器清洗频率增加,由正常天气的每 2 天清洗 1 次增加为每天清洗 1 次;乙炔气的消耗增加,由每 3 天 1 瓶气体(1.5MPa)增加为每 2 天 1 瓶气体;空气压缩机供应压力需调高到 0.40MPa,较正常天气的 0.38MPa 有所增加;AAS 的维护成本也有所增加,每天约 90 元,比正常天气的每天约 50 元增加了近 1 倍。由此可看出,为延长仪器的使用寿命,在沙尘天气使用 AAS 时,需要增加燃烧器的清洗频率、增大乙炔气的使用量和增加空气压缩机的供应压力。

3.2 ICP-AES 运行时维护参数

在沙尘天气中运行 ICP-AES 时也需要更多的维护频率和维护费用(表 5)。

表 5 不同天气 ICP-AES 的维护参数

天气状态	内部空气冷却系统清洗频率	氩气消耗	循环冷却水泵维护频率	维护费用
沙尘天气	清洗 1 次/3 天	5.0MPa/2 天	1 次/3 天	约 120 元/天
正常天气	清洗 1 次/10 天	5.0MPa/3 天	1 次/10 天	约 80 元/天

表 5 表明在沙尘天气里,ICP-AES 内部空气冷却系统的清洗频率由每 5 天清理 1 次增加到每 3 天清理 1 次,每次清洗对仪器内部都有损害,故增加清洗频率会缩小仪器的使用寿命;需要更多的氩气对光路和气路进行吹扫,氩气的消耗量由正常时的每 3 天 5.0MPa 增加为每 2 天 5.0MPa;循环冷却水泵的维护由正常时的每 10 天 1 次增加到每 3 天 1 次;整体维护费用为每天约 120 元,而正常天气时为每天约 80 元。

4 结论

根据对以上仪器操作总结的经验,针对沙尘天气对仪器的影响,提出以下解决方案:

- 1) 要强化实验室整体环境的防尘功能,增加防尘密闭窗、安装空调等调控设备,以保持室内环境良好。
- 2) 要规范操作人员出入实验室的规程;操作人员需要更换无尘拖鞋后才能进入实验室。
- 3) 要定期对仪器进行清洗和维护,增加维护的频率;一些精密的部件必须有备用件;操作人员对仪器的内部构造要熟悉和精通,尤其是对一些内部光路不是封闭的仪器,更要熟知其内部的构造,在出现问题时,应能在第一时间判断仪器出问题的部位。
- 4) 要经常除尘,特别是对各种设备的换气口处的无尘过滤网,要定时进行检查和清洗;室内应设粉尘监督器,以便对室内的粉尘进行预报。
- 5) 适当增加室内湿度;但不能湿度过大,否则会引起仪器出现其他问题。

参 考 文 献

- [1] 李永良,马辉,袁惠,等. 现代仪器,2005(1):14
- [2] 陈波,冯永明,刘洪青. 岩矿测试,2009,28(5):435
- [3] Fergusson J E. *J Am Chem Socy*,1992,34:117
- [4] 田裘学,周伶芝. 中国环境科学,1994,14(3):200
- [5] Fergusson J E, Kim N. *Sci Total Environ*,1991,100:125
- [6] Adgate J L, Willis R D, Buckley T J, et al. *Environ Sci Technol*,1998,32:108
- [7] Nagerotte S M, Day J P. *Analyst*,1998,123:59
- [8] 李春生,柴之芳,张宁,等. 核技术,1997,20(12):739
- [9] 杨丽萍,陈发虎. 环境科学学报,2002,22(4):499
- [10] 彭林,沈平. 沉积学报,1996,14(1):156
- [11] 林乐,王斌. 西部探矿工程,2012(8):122
- [12] Chen F H, Yang L P, Wang J M, et al. *J Environl Sci*,1999,11(3):373
- [13] 权建农,奚晓霞,王鑫,等. 中国沙漠,2005,25(1):93