

## 检测分析

# 石墨炉原子吸收法测定湿法炼锌含锌中间物料中铊含量

金忠<sup>1</sup>, 高品芳<sup>1</sup>, 张昱琛<sup>1</sup>, 巩燕飞<sup>2</sup>, 卓劼君<sup>1</sup>, 李彦龙<sup>3</sup>

(1. 甘肃厂坝有色金属有限公司成州锌冶炼厂, 甘肃 陇南 742508; 2. 白银有色集团股份有限公司, 甘肃 白银 730900; 3. 西北矿冶研究院, 甘肃 白银 730900)

**[摘要]** 铊及其化合物有剧毒, 在湿法炼锌工艺生产过程中存在环境污染风险, 但是湿法炼锌过程中间物料中铊的存在形态复杂, 含量低且不稳定, 造成湿法炼锌过程含铊中间物料中铊的跟踪监测与检测较为困难。本文利用铁盐及硫酸-溴化钾萃取富集消除复杂基体成分对铊测定的干扰, 使  $Tl^{3+}$  与  $Br^-$  形成的  $[TlBr_4]^-$  配阴离子被甲基异丁基甲酮 (MIBK) 定量萃取后形成离子配合物, 进行有机相中铊的测定。通过优化仪器测定条件, 确定石墨炉灰化温度  $400\text{ }^\circ\text{C}$ , 原子化温度  $1\ 650\text{ }^\circ\text{C}$ , 从而实现对锌冶炼工艺含锌中间物料中铊元素含量的准确测定。方法的检出限为  $0.27\ \mu\text{g/L}$ ,  $RSD < 10\%$ , 加标回收率为  $95.2\% \sim 102.6\%$ , 分析结果经与 ICP-MS 检测数据对比, 结果准确可靠。

**[关键词]** 石墨炉原子吸收法; 湿法炼锌; 铊; 检测; 硫酸-溴化钾介质; 甲基异丁基甲酮; 萃取; 回收率

**[中图分类号]** TF813; TF03 **[文献标志码]** A **[文章编号]** 1672-6103(2023)03-0034-07

**DOI:** 10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2023.03.006

铊及铊化合物均为剧毒物质, 对动植物的毒性远大于铅、镉、汞等重金属<sup>[1]</sup>。铊常与铁、铜、铅、锌等矿物伴生, 在湿法炼锌生产工艺中存在环境污染的风险<sup>[2]</sup>。2022 年 1 月 1 日起实行的《铅、锌工业污染物排放标准》(GB 25466—2010) 修改单<sup>[3]</sup>增加了水污染物总铊排放限值及企业按要求开展自行监测等内容。基于此, 湿法炼锌工艺生产过程中铊的跟踪监测与检测已成为常态。

在湿法炼锌工艺中, 铊以微量元素伴生于硫化矿物等原料中, 在浸出渣等富锌渣中只有少量铊富集, 约 90% 以上的铊富集于净化工序的二浸渣、铁

渣、钴渣中; 在火法炼锌工艺中, 伴随回转窑等生产工艺的铅锌分离过程, 只有 10% ~ 15% 的铊进入富铅渣, 85% 以上的铊进入烟气后富集于烟尘中<sup>[4]</sup>。由于随生产工艺的变化铊元素的含量变化很大, 样品基体成分复杂, 对于锌冶炼中含铊物料铊元素分析检测方法的选择造成很大困扰。常用的铊分析方法有极谱法、沉淀富集法、分光光度法、电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 和石墨炉原子吸收法 (GFAA 法) 等<sup>[5-8]</sup>。其中, 极谱法和分光光度法需使用乙醚、溴水等试剂, 对分析操作的限制条件大; 沉淀富集法受铊离子浓度、沉淀剂匹配量及 pH 值等因素影响, 易造成沉淀不完全, 甚至由于铊离子浓度太低或沉淀剂受 pH 值限制无法形成沉淀物; 电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 法, 受锌冶炼含铊物料的高含量基体成分、高盐分特点影响, 易造成仪器灵敏度降低, 选取锌精矿样品经酸溶融处理后直接用 ICP-MS 测定铊含量为  $45.01\ \text{g/t}$ , 经有机溶剂分离大量盐类后同步以 ICP-MS 和石墨炉测定铊含量分别为  $25.5\ \text{g/t}$  和  $25.67\ \text{g/t}$ , 加标回收验证为 92% (数据来源于西北矿冶院)。ICP-MS 受仪器耐

**[收稿日期]** 2023-01-14

**[第一作者]** 金忠 (1968—), 男, 浙江海盐人, 本科, 高级工程师, 主要研究方向为湿法炼锌。

**[通信作者]** 李彦龙 (1986—), 男, 山西吕梁人, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为有色金属冶金。

**[基金项目]** 甘肃省重点研发计划项目 (22YF7GD194); 国家重点研发计划项目 (2019YFC1907303)。

**[引用格式]** 金忠, 高品芳, 张昱琛, 等. 石墨炉原子吸收法测定湿法炼锌含锌中间物料中铊含量[J]. 中国有色冶金, 2023, 52(3): 34-40.

盐量的影响,仪器维护工作量大,且设备的投资、使用成本高;石墨炉原子吸收法(GFAA法)选择添加基体改进剂或吸附-脱附的预处理方法需根据不同样品含量及杂质干扰确定分析条件,分析操作烦琐,分析效率低。上述方法均受样品成分特性、分析操作条件及使用成本等不同程度的局限,大多数样品难以满足直接分析测定要求<sup>[9]</sup>。

本文研究在不加基体改进剂的条件下,用甲基异丁基甲酮(MIBK)萃取富集铊,经连续光源石墨炉原子吸收测定有机相中的铊。

## 1 试验

### 1.1 仪器及试剂

Contr AA 800D型石墨炉-火焰原子吸收光谱仪(德国耶拿公司生产),配备涂层石墨管、自动进样器等。

试验试剂:铊标准贮存溶液,质量浓度为1 mg/mL;盐酸,浓度为37%,优级纯(GR);硝酸,浓度为68%,优级纯(GR);三氯化铁,纯度 $\geq 99\%$ ,分析纯(AR);硫酸,浓度为98%,优级纯(GR);磷酸,浓度为85%,优级纯(GR);溴化钾,纯度 $\geq 99.5\%$ ,分析纯(AR);甲基异丁基甲酮,纯度 $\geq 99\%$ ,分析纯(AR)。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 样品处理

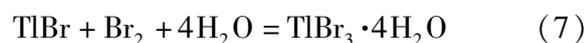
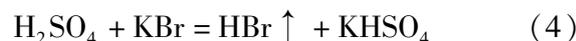
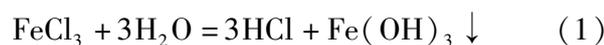
称取0.2000 g试样于300 mL广口烧杯内,加入浓盐酸15 mL,低温溶解数分钟后,加入浓硝酸5 mL,蒸至1~2 mL时加入 $H_2SO_4(1+1)$  15 mL,蒸至三氧化硫白烟冒尽,取下冷却。吹洗烧杯内壁,加入纯水至约70 mL,继续加热煮沸溶解盐类,至体积小于50 mL取下冷却,移入100 mL容量瓶中,定容摇匀,待用。

#### 1.2.2 分离富集

移取适量待用试液(视样品Tl含量高低适当调整)于100 mL广口烧杯中,加入100 g/L  $FeCl_3$ 溶液0.5 mL,盐酸5 mL,置于电热板上加热至 $50 \pm 5$  °C蒸发至近干,加入 $H_2SO_4(1+1)$  15 mL,低温溶解盐类后移入50 mL比色管中,加纯水至约35 mL,加溴化钾溶液(5%) 2 mL,混匀后静置5 min,加入磷酸5 mL,加水定容至50 mL,准确加入5.00 mL甲基异丁基甲酮(MIBK),振荡萃取3 min,静置分层。分离出有机相,制备成待测试液。

### 1.2.3 分析原理

试样经盐酸、硝酸、硫酸溶解处理后,在有二价铁存在条件下,以盐酸将 $Tl^+$ 完全氧化为 $Tl^{3+}$ ,使 $Tl^{3+}$ 在硫酸-溴化钾介质条件下生成 $[TlBr_4]^-$ 配阴离子;再以甲基异丁基甲酮(MIBK)为萃取剂,将形成的 $[TlBr_4]^-$ 配阴离子从水相分离富集于有机相中,取上层有机相进行石墨炉高温原子化定量测定。主要涉及的化学反应见式(1)~(8)。



### 1.2.4 铊测定参数的选择

按照Contr AA800D石墨炉原子吸收光谱仪测定铊元素的仪器操作条件设置测定参数,石墨炉设置参数见表1,形成谱线图如图1所示。

表1 石墨炉设置参数

Table 1 Setting parameters table of graphite furnace

序号	步骤名称	温度/ °C	升温速率/ (°C·s <sup>-1</sup> )	保温 时间/s	耗用 时间/s
1	干燥	80	6	20	27.5
2	干燥	110	5	10	16.0
3	灰化	350	50	20	24.8
4	自动归零	350	0	5	5.0
5	原子化	1 650	1 100	3	4.1
6	清除	2 450	500	4	5.7

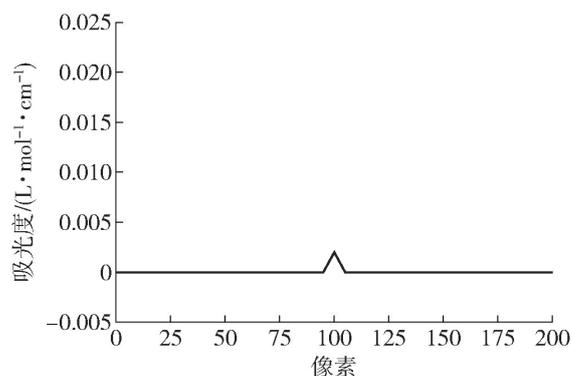


图1 石墨炉原子吸收光谱图

Fig. 1 Graphite furnace atomic absorption spectroscopy

由表 1 和图 1 可见,有机相中铊元素测试峰型呈左右对称的正态分布,出峰时间在 3 ~ 4 s。因此本文在波长 276.8 nm 下测定待测试液中铊元素的吸光度值,读取测定铊含量,以标准曲线法进行定量计算结果。

## 2 结果与讨论

### 2.1 石墨炉控制参数的优化

#### 2.1.1 干燥温度的选择

Contr AA800D 石墨炉的干燥温度设置为 80 °C、90 °C、100 °C。干燥温度主要是为了除去试样水分及残余的酸、碱和萃取剂。温度过高,干燥过程中易产生气泡,气泡在干燥过程中破裂会溅出小液滴,造成试样损失。本试验中干燥 I 阶段的温度和时间分别设定为 80 °C、20 s;萃取剂 MIBK 的沸点为 116.5 °C,故干燥 II 阶段的温度和时间分别设定为 110 °C、10 s。

#### 2.1.2 灰化温度的选择

灰化过程是把共存干扰组分与待测元素分离,以减少基体干扰因素。试验中,取 20 μg/L 的铊标准溶液分别按照 250 °C、300 °C、350 °C、400 °C、450 °C 5 种温度条件测定试样的吸光度值,结果见图 2 所示。

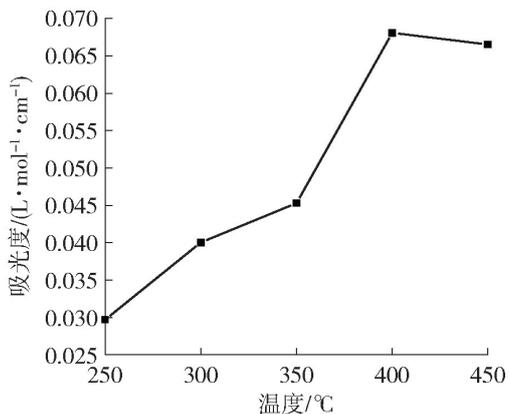


图 2 灰化温度对样品吸光度的影响

Fig. 2 Effect of ashing temperature on absorbance of the sample

根据灰化温度测试图中吸光度值最稳定状态可见,400 °C 之前基体灰化不完全,由于铊属于易挥发的元素,当达到 450 °C 后会发生铊的灰化损失,依照灰化温度尽可能达到吸光值最大、灰化完全的原则,本试验选取灰化温度 400 °C 为设定参数。

#### 2.1.3 铊原子化温度选择

原子化温度是将待测元素有效分解为气态自由原子的重要温度条件。试验中取 20 μg/L 的铊标准溶液分别按照 1 400 °C、1 450 °C、1 500 °C、1 550 °C、1 600 °C、1 650 °C、1 700 °C、1 750 °C 8 种温度条件测定试样的吸光度值,结果如图 3 所示。

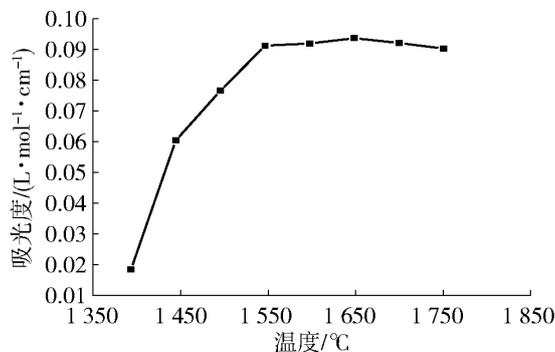


图 3 原子化温度对吸光度的影响

Fig. 3 Influence of atomization temperature on absorbance

从原子化温度测试图可见,当原子化温度为 1 650 °C 时,铊的吸光度达到最高点且出现平台,在此条件下既能提高铊测定的灵敏度,又能保证石墨管的使用寿命。当原子化温度超过 1 650 °C 后,吸光度值呈逐步下降趋势,根据温度测试图中吸光度值最稳定状态,依照待测元素最大吸收信号、最低原子化温度的原则,本试验选取原子化温度 1 650 °C 为设定参数。

### 2.2 分离富集方式的选择

本文以 5 mL 浓度 40 μg/L 的铊标准液进行测定试验,分别考察盐酸、三氯化铁、硫酸、磷酸、硝酸、溴化钾、萃取剂 MIBK 等试剂对铊富集的影响,试验结果如图 4 所示。

从图中可以看出,铊在盐酸介质中均能完全转化,且测定吸光值无显著影响;在 5 ~ 20 mL 硫酸使用范围内,铊的萃取率恒定;由于磷酸与 Fe<sup>3+</sup> 形成稳定的配合物,在萃取富集时不会造成干扰;硝酸与溴化钾作用会析出大量的溴,会影响萃取体系的稳定,萃取过程中即便存在极少量的硝酸,也会直接影响铊的吸光度,因此要严格控制硝酸的加入量;溴化钾将残余的 Tl<sup>+</sup> 再次氧化为 Tl<sup>3+</sup>,过度的溴化钾加入对吸光度的影响不明显;在盐酸介质条件下,有 Fe<sup>3+</sup> 存在,能促使 Tl<sup>+</sup> 氧化成 Tl<sup>3+</sup>,Fe<sup>3+</sup> 起共沉淀和催化作用,为避免带入铁盐的干扰,应适当控制铁的

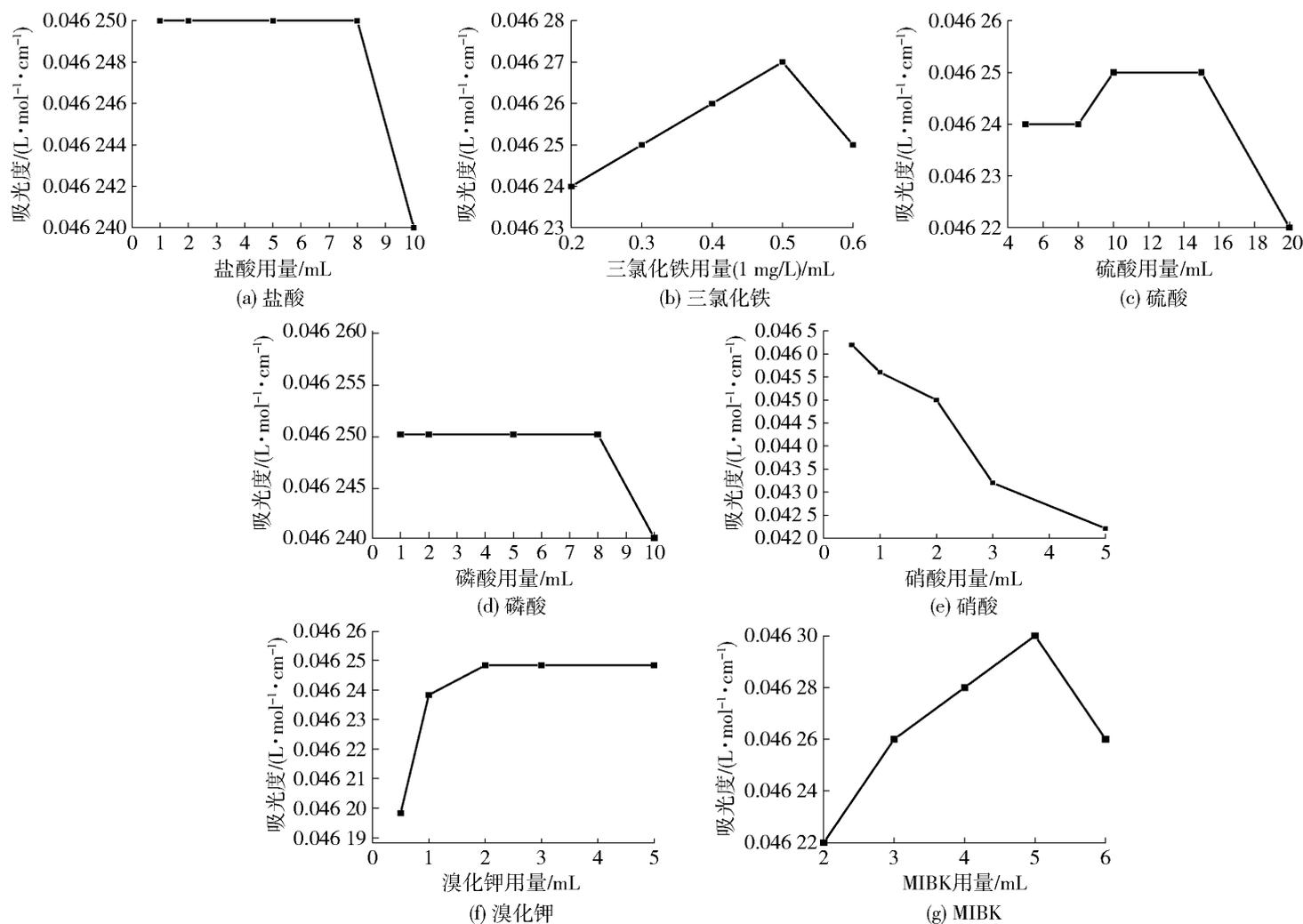


图4 试剂对铊富集的影响

Fig. 4 Effect of reagents on thallium enrichment

加入量,本试验中选择加入 0.5 mL 三氯化铁溶液 (1 mg/mL);本试验选用 5 mL MIBK,能满足 0.2  $\mu\text{g}$  Tl 的定量萃取,适用于绝大多数不同物料中铊的测定。

### 2.3 样品主量元素及共存离子对测定结果的影响

锌精矿、焙砂、烟尘、浸出渣等含锌物料中主要基体成分为锌、铅、铁、铜、镉,其中含 Zn 20% ~ 50%, Fe、Pb、Cu、Cd 不大于 10%。为确定样品不同高含量基体成分在分析过程中能够完全分离,对有机相测定不造成干扰,试验选取在 5  $\mu\text{g}$  的铊标准溶液中分别加入不同含量的 Zn、Fe、Pb、Cu、Cd,按照上述试验方法测定铊含量的结果见表 2。

由表中数据可见,各类含锌物料中的镉、锌、铅、铜、铁基体成分经溶剂萃取均能完全分离,萃取后的有机相测定中对铊无显著影响,微量的砷、汞、钴、镍等元素对测定结果不造成影响。

### 2.4 标准曲线及检出限

准确移取 0.00  $\mu\text{g}$ 、0.025  $\mu\text{g}$ 、0.050  $\mu\text{g}$ 、

表2 不同主量元素时铊的测定结果

Table 2 Results of thallium determination at different primary weight elements

共存元素	铊标准溶液 浓度/ $\mu\text{g}$	共存元素加入 量/ $\mu\text{g}$	铊标准测定 值/ $\mu\text{g}$
Zn	5.0	1 000	4.82
		2 000	4.89
		5 000	5.03
Fe	5.0	500	4.80
		1 000	4.81
		2 000	4.86
Pb	5.0	500	5.02
		1 000	4.83
		2 000	4.87
Cu	5.0	500	4.86
		1 000	5.08
		2 000	5.06
Cd	5.0	500	5.03
		1 000	4.91
		2 000	4.89

0.10 μg、0.20 μg 的铊标准溶液,按照上述分析步骤处理后,测定其吸光值,标准曲线测试结果如图 5 所示。

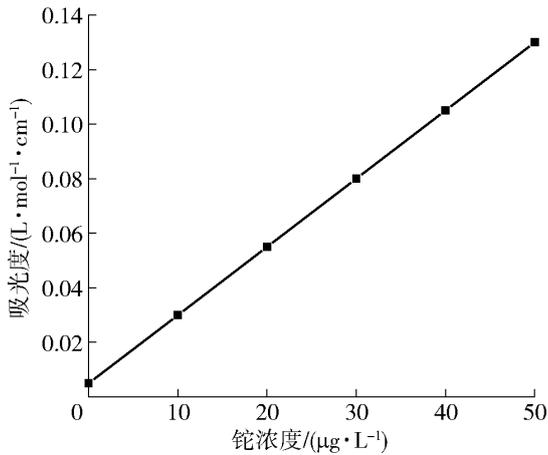


图 5 铊标准工作曲线

Fig. 5 Thallium standard working curve

从图 5 可见,铊的质量浓度在 0.0 ~ 50.0 μg/L 范围内呈良好的线性关系,标准曲线拟合相关系数为 0.999 949 892;对空白样进行 11 次测定,以 3 倍标准偏差除以标准曲线斜率计算,得到该方法测定铊元素的检出限为 0.27 μg/L。

2.5 加标回收率及精密度试验

本文选取 2 个试样(锌精矿和焙砂)按照上述试验方法,分别进行 5 次平行测定,计算其平均值和相对标准偏差(RSD),数据列于表 3 中。由表 3 可知,RSD(n = 5) ≤ 10%。

表 3 试样精密度测试数据

Table 3 Sample precision test data table

样品名称	测定值/ mg	平均值/ mg	标准偏差 SD/mg	RSD/%
锌精矿	30.20	30.13	0.58	1.9
	29.48			
	31.05			
	30.07			
	29.86			
焙砂	38.58	38.51	0.88	2.3
	39.15			
	37.16			
	39.42			
	38.25			

在待测试样中加入铊标准液,按上述分析步骤进行回收率试验,试验结果见表 4。

由表 4 可知,试样加标回收率达到 95.2% ~ 102.1%,精密度分别为 1.9% 和 2.3%,表明本文采用的检测方法测定铊元素精密度符合分析检测要求。

表 4 试样加标回收率测试数据

Table 4 Test data table of sample spike recovery rate

样品名称	样品含量/ mg	加标量/ mg	测定总值/ mg	测定标准 值/mg	回收率/ %
镍钴渣	86.72	50	134.32	47.6	95.2
入炉原料	16.28	50	65.94	49.66	99.3
锌精矿	30.20	50	79.20	49.00	98.0
焙砂	38.58	50	89.64	51.06	102.1
浸出渣	52.36	50	100.29	47.93	95.9

2.6 石墨炉测定数据与 ICP-MS 测定数据对比

选用几种代表性样品进行测试,测定值与 ICP-MS 的测定值进行对比,吻合度基本良好,分析数据对比偏差在误差允许之内,试验结果见表 5。

表 5 本试验分析结果与 ICP-MS 仪器测试对比

Table 5 Comparison between data with ICP-MS

样品名称	instrument test	g/t
	Contr AA 800D 石墨炉测定结果	ICP-MS 测定结果
焙烧物料 1	22.32	22.87
焙烧物料 2	22.16	23.06
烟尘	54.32	60.01
浸出渣	81.18	88.50

表 5 数据显示,本方法测定数据整体偏低,分析造成整体结果偏低的原因有 2 个方面。一是化学试剂的纯度及质量等因素对分析结果会造成影响;二是自动进样针的进样位置偏高,通过摄像头拍摄图像观察,样品滴落至石墨管的深度距石墨管底部的 1/3 位置上部,样品滴落至石墨管正中位置后有少量喷溅至管壁处,在高温原子化阶段附着在石墨管侧壁处的微量残存样品存在原子化不完全的问题。

基于上述原因,分析检测中选用同一厂家、同一批号的优级纯化学试剂,减少化学试剂对分析结果

的影响;有机相测定前优化仪器的各项参数条件,根据仪器内置摄像头调节好进样针位置,保证样品滴落深度在石墨管底部的1/3处,减少样品滴落时飞溅现象的发生,同时要避免进样针抬起时带走的样品损失。

## 2.7 与其他常用分析方法的对比

从分析时间、分析成本及操作便捷性等方面,将本试验溶剂萃取-GFAA法与电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)、极谱法、沉淀富集-GFAA法和泡沫塑料分离富集-GFAA法进行比较,结果见表6。

表6 各类分析方法的测试对比

Table 6 Comparison table of the test conditions of the various analysis methods

测试条件	ICP-MS	极谱法	沉淀富集-GFAA法	泡沫塑料分离富集-GFAA法	本方法(溶剂萃取-GFAA法)
分析时间	小于1h	1~2h	大于2h	1~2h	小于1h
分析成本	仪器使用维护成本高	仪器使用维护成本低	仪器使用维护成本低	仪器使用维护成本低	仪器使用维护成本低
操作难易程度	仪器技术要求高	多次萃取,样品处理过程复杂烦琐	沉淀时间长,样品处理过程复杂烦琐	泡沫塑料需预先处理,样品处理过程复杂烦琐	样品处理过程简单快捷

## 3 结论

1)为避免常用分析方法的缺点,如使用乙醚等溶剂、维护工作量大、操作烦琐等,该试验选择溶剂萃取-GFAA法,样品中低浓度的铊元素可浓缩至有机相中,同时干扰大的基体组分可以被有效去除干净,大幅降低对仪器的灵敏度要求,能够满足快速分析测定的要求。

2)利用铁盐及硫酸-溴化钾萃取富集,消除复杂基体成分对铊测定的干扰,使 $Tl^{3+}$ 与 $Br^-$ 形成的 $[TlBr_4]^-$ 配阴离子,被甲基异丁基甲酮(MIBK)定量萃取后形成离子配合物,进行有机相中铊的测定。通过优化仪器测定条件,确定石墨炉灰化温度 $400\text{ }^\circ\text{C}$ 、原子化温度 $1650\text{ }^\circ\text{C}$ ,从而实现对锌冶炼工艺含锌中间物料中铊元素含量的准确测定。方法的检出限为 $0.27\text{ }\mu\text{g/L}$ , $RSD < 10\%$ ,加标回收率为 $95.2\% \sim 102.6\%$ ,分析结果经与ICP-MS检测数据对比,结果准确可靠。

3)该方法能完成锌冶炼中锌精矿、焙砂、烟尘及湿法系统浸出渣、铜镉渣、钴渣等中间含锌物料的铊元素含量测定,适用于样品成分复杂的分析工作,为开展企业的铊元素自测建立了简单快速、准确可靠的分析测试方法。

### [参考文献]

[1] 苏龙晓,陈永亨,刘娟,等.含铊矿床在全国的分布及其资源开发对环境的影响研究[J].安徽农业科学,2014,42(22):7588-7591.

SU Longxiao, CHEN Yongheng, LIU Juan, et al. Distribution of containing thallium deposit in China and effects of resource development on environment [J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2014, 42(22): 7588-7591.

[2] 刘志宏,李鸿飞,李启厚,等.铊在有色冶炼过程中的行为、危害及防治[J].四川有色金属,2007(4):2-7,22.

LIU Zhihong, LI Hongfei, LI Qihou, et al. The behavior harm and prevention of thallium in nonferrous attractive metallurgy [J]. Sichuan Nonferrous Metals, 2007(4): 2-7, 22.

[3] 铅、锌工业污染物排放标准修改:GB 25466—2010[S]. 2010. Emission standard of pollutants for lead and zinc industry: GB 25466—2010[S]. 2010.

[4] 杨腾蛟,孔金换,陶杰,等.湿法炼锌系统硒铊的分布走向研究[J].中国有色冶金,2019,48(4):29-32.

YANG Tengjiao, KONG Jinhuan, TAO Jie, et al. Study on distribution trend of selenium and thallium in a hydrometallurgical zinc plant [J]. China Nonferrous Metallurgy, 2019, 48(4): 29-32.

[5] 范玉国,寸黎辉,杨茂平,等.石墨炉原子吸收测定水体中铊基体改进剂用量及效果分析[J].福建分析测试,2022,31(3):45-48.

FAN Yuguo, CUN Lihui, YANG Maoping, et al. Determination of thallium matrix modifier in water by graphite furnace atomic absorption spectrometry and its effect analysis [J]. Fujian Analysis & Testing, 2022, 31(3): 45-48.

[6] 祖文川,汪雨,陈建钢,等.环境领域铊元素的分析技术研究进展[J].分析试验室,2022,41(3):357-365.

ZU Wenchuan, WANG Yu, CHEN Jiangang, et al. Study progress of analytical techniques for thallium in environmental area [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2022, 41(3): 357-365.

[7] 刘少玉. X射线荧光快速分析土壤中铊等重金属含量[J].

- 环境与可持续发展,2014,39(5):201-203.
- LIU Shaoyu. X-ray Fluorescence rapid analysis of the contents of heavy metals including antimony and thallium in soil[J]. Environment and Sustainable Development,2014,39(5):201-203.
- [8] 吕鹞. 水体中铊的分析方法探讨[J]. 湖南工业大学学报, 2014,28(4):22-24.
- LYU Li. Analysis of thallium in water[J]. Journal of Hunan University of Technology,2014,28(4):22-24.
- [9] 于磊,林海兰,朱日龙,等. 不同基体改进剂对石墨炉原子吸收法测定土壤和沉积物中铊的影响[J]. 分析实验室,2020,39(4):416-421.
- YU Lei, LIN Hailan, ZHU Rilong, et al. Influence of different matrix modifiers on determination of thallium in soil and sediment by graphite furnace atomic absorption spectrometry[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory,2020,39(4):416-421.

## Determination of thallium content in zinc containing intermediate materials of zinc hydrometallurgy by graphite furnace atomic absorption spectrometry

JIN Zhong<sup>1</sup>, GAO Pinfang<sup>1</sup>, ZHANG Yuchen<sup>1</sup>, GONG Yanfei<sup>2</sup>, ZHUO Jiejun<sup>1</sup>, LI Yanlong<sup>3</sup>

(1. Chengzhou Zinc Smelter, Gansu Changba Non-ferrous Metal Co. Ltd., Longnan 742508, China;

2. Baiyin Nonferrous Group Co. Ltd., Baiyin 730900, China;

3. Northwest Research Institute of Mining and Metallurgy, Baiyin 730900, China)

**Abstract:** Thallium and its compounds are highly toxic. There are environmental pollution risks in the production process of zinc hydrometallurgy process. However, the existence of thallium in the intermediate materials of zinc hydrometallurgy process is complex, and the content is low and unstable, which makes it difficult to track, monitor and detect thallium in the intermediate materials of zinc hydrometallurgy process. In this paper, iron salt and potassium bromide extraction were used to eliminate the interference of thallium determination by complex matrix components. The  $[TlBr_4]^-$  complex anions formed by  $Tl^{3+}$  and  $Br^-$  were quantitatively extracted by methyl isobutylmethone (MIBK). Finally, thallium in the organic phase was determined. By optimizing the instrument measurement conditions, the graphite furnace ash temperature was 400 °C, the atomic temperature was 1 650 °C, thus realizing the accurate determination of thallium content in the intermediate materials of zinc smelting process. The detection limit of the method was 0.27 μg/L,  $RSD < 10\%$ , and the added standard recovery rate was 95.2% ~ 102.6%. The method was verified by the national standard material, and the results were accurate and reliable.

**Key words:** graphite furnace atomic absorption spectrometry; zinc hydrometallurgy; thallium; detection; sulfuric acid- potassium bromide medium; methyl isobutyl ketone; extraction; recovery rate