

AgDDC 光度法测砷的几个问题

薛念涛

(临沂市环境监测站, 山东 临沂 276001)

中图分类号: X 830.2

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2000)04-0036-01

1 试样预处理

试样预处理是分析测试的重要环节, 如果处理不当, 带来的误差可能要远远大于测量的误差。

1.1 水样

1.1.1 水样消解的前提

今发现, 具有下述特征之一的水样均应消解:

(1) 浊度较高; (2) 有明显的颜色; (3) 透明度较低; (4) 有较多的悬浮物。对于较清洁的水样, 一般可以直接进行测定, 如果加标回收率或平行样测定的精密度不在要求范围之内, 或者出现其他的异常现象, 则应考虑消解。

1.1.2 消解过程

硝酸的沸点较低, 为 83 °C。水样煮沸后, 瓶内看不到白色烟雾, 白色烟雾只从瓶口往外冒, 这是氮氧化物和水蒸气的混合物。当近于只剩下硫酸时, 液面上的气泡越来越小, 以至于没有气泡, 同时瓶内开始出现三氧化硫白色烟雾(只在瓶内盘旋)。应在接近出现三氧化硫白色烟雾时立即取下发生瓶, (同时最好关闭电炉), 冷却后, 小心加入 25 mL 水, 打开电炉, 慢慢升温, 这样可防止水样因突然受热而暴沸。加热至接近产生三氧化硫烟雾, 取下发生瓶, 冷却后用水冲洗瓶内侧, 将水样稀释至 50 mL 进行测定。

1.1.3 防止溶液变黑

文献[1]指出:“在加硝酸破坏有机物的过程中, 勿使溶液变黑, 否则砷可能有损失。”这种现象很少发生, 在个别水样中可能遇到。溶液变黑估计与有机物的炭化有关。可采取以下方法防止溶液变黑, 即重新取样消解, 在溶液体积比变黑时约多 5 mL 时取下发生瓶, 放冷, 加浓硝酸 5 mL 和水 10 mL, 再按原方法操作, 即可。

1.2 底质

称取样品 0.200 0 g~ 1.000 g 于 150 mL 锥形瓶中, 加 9 mol/L 硫酸 7 mL, 浓硝酸 10 mL, 高氯

酸 2 mL, 置电热板上加热分解, 破坏有机物(若试液颜色变深, 应及时补加硝酸), 蒸至高氯酸冒浓白烟。取下放冷, 用水冲洗瓶壁, 再加热至冒浓白烟, 以驱尽硝酸, 取下锥形瓶, 瓶底仅剩少量白色残渣(若有黑色颗粒物应补加硝酸继续消解), 加水至 50 mL。

注意: 必须驱尽硝酸, 否则因硝酸浓度过高, 在加入碘化钾溶液后溶液会变为红色, 同时瓶内产生氮氧化物棕色烟雾, 吸收液变为浅绿色, 对测定有严重干扰。

2 测量操作

2.1 导气管尖端和吸收管底部的距离

文献[2]提出:“导气管的毛细管口尽量接触或接近吸收管底部, 使反应瓶里产生的气体在吸收管底部被分散成小气泡, 有利于提高吸收效率。”今在试验中也发现了这个现象, 原以为这样做能增大与吸收液的接触表面积, 会提高吸收效率, 但实验结果表明, 可能并非如此。取 10.00 mL 砷使用液, 用这方法做平行样, 其平均吸光值为 0.238; 用文献[1]的方法操作, 其平均吸光值为 0.243。两者的相对误差约为 2%, 前者吸光值还小一些。其原因可能是: 尽管气泡较大, 但砷化氢的扩散速度已足够快, 吸收效率已很高, 再减小气泡体积、增加气泡个数已没有意义。

2.2 高温季节的反应

文献[1]指出:“夏季高温季节, 还原反应剧烈, 可适当减少浓硫酸的用量, 或将砷化氢发生瓶放入冷水浴中, 使反应缓慢。”反应剧烈, 一是降低了吸收液的吸收效率, 二是可能引起一些副反应的发生, 吸光值降低。浓硫酸的用量 (下转第 38 页)

收稿日期: 1999-06-30; 修订日期: 2000-03-09

作者简介: 薛念涛(1969-), 男, 山东临沂人, 工程师, 学士, 已发表论文 9 篇。

2 制作电气和电子线路图

2.1 电气和电子元器件的制作

电气和电子元器件的制作好坏直接影响着线路图的制作。在制作电子元器件时应尽量使用“自选图形/多边形”的功能(点击“插入/图片/自选图形”菜单,弹出浮动工具栏,给制作线路图带来很大方便),这比“自选图形/直线”功能制作的元器件更具优点。因为“多边形”制作的元器件本身是一个整体,它可以任意放大、缩小,整体左右、上下移动,在整体电路的组合后再分解,不像用“直线”制作出来的电子元器件会变得“四分五裂”。这便于对整个线路图的制作、调整和修改。

2.1.1 变压器的制作

变压器的制作最好用“自选图形/多边形”。首先点击“多边形”按钮,待“+”字光标出现后,松开鼠标左键,然后画线,要注意画变压器线圈时,由于鼠标很难画好圆弧,因此可采用画波浪线的形式,作为简易电路制图效果是一样的。

2.1.2 三极管的制作

三极管的制作同样用“多边形”制作较好。点击“多边形”按钮,待“+”字光标出现后,松开鼠标左键,先画三极管的基极,再画集电极,最后画发射极。要特别注意,三极管是一“笔”画下来的。集电极和竖线至少是两条直线重合在一起的。然后单击鼠标左键选中三极管,单击右键,点击“设置自选

图形格式/颜色和线条”中的“后端形状”,选择“→”并调整好三极管的大小。

2.1.3 可变电阻和连接点的制作

点击“自选图形/多边形”,从画电阻的引脚着手,将电阻一“笔”画完至画点箭头。要注意电阻至少有一条线、半个方框是重复的,然后点击“自选图形/线条/单箭头”选取箭头,并调整好电阻的大小。至于线与线的连接点,可以点击“自选图形/椭圆”,单击“设置自选图形格式/大小”,将高度与宽度设定为0.1 cm,并在“颜色和线条”中单击“颜色”,填充“黑色”,并将此“墨点”移至所需处。

2.2 设置元件在电路中的位置

根据元件在电路中的位置,将画好的元件摆放好,用“多边形”连接,根据实际情况设置元件管脚和电路的相交点,如空心和实心,按连接点的制作法制作。对于某些元件的管脚稍长或稍短,可右击鼠标右键,选择“设置自选图形格式/大小”对元件进行调整。另外,对于同一种元件可建立不同规格的元件库,随时调用,以适应复杂电路的应用。

2.3 电气和电子线路图的组合和调整

电路元件连接完毕后,单击鼠标左键,在各元件附近插入相应的元件序号,并选择字型、字号。然后单击鼠标左键,选中元件,利用上、下、左、右功能键,将整个电路组合在一起。

本栏目责任编辑 李延嗣

(上接第36页)

也会影响吸光值。因此,其用量应保持一致,比如同为3.5 mL或3.0 mL。值得注意的是,由于操作条件发生了较大的变化,不能使用平时的校准曲线,必须在同样的操作条件下重新绘制,否则会带来不容忽视的系统误差。

2.3 反应装置的一致性

实验表明,反应瓶、导气管和吸收瓶的形状和大小对测试结果有影响。因此,应尽量使用形状和大小一致的反应装置。要检查反应瓶和导气管的配套性,磨口部位密合要好。可在反应瓶和导气管上都贴上标签,分别写上相应的编号,便于配套使用。

2.4 测定波长

文献[1]规定在510 nm波长处测定吸光值,而文献[3]规定在530 nm波长处测定。取10.0 mL标准使用液进行操作,在510 nm波长处的吸光值为0.247,在530 nm处的吸光值为0.231,前者比后者高6.9%。建议在510 nm波长处测定吸光值。

[参考文献]

- [1] 国家环保局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 第3版. 北京: 中国环境科学出版社, 1989. 130~132.
- [2] 陈迪军. AgDDC光度法测定砷时的一点经验[J]. 中国环境监测, 1995, 12(2): 58.
- [3] GB 7485-87, 水质 总砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法[S].