

二乙基二硫代氨基甲酸银光度法测定砷的改进

俞美香(如东县环境监测站,江苏 如东 226400)

中图分类号: O657.32

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2002)04-0042-1A

经过几年试验,发现采用 GB 7485-87 二乙基二硫代氨基甲酸银光度法测定水和废水中砷,砷校准曲线的斜率和相关系数存在一定程度的不稳定现象。在做砷校准曲线时,有时存在个别点偏高或偏低,导致截距不符合要求,相关系数不好,特别是夏天,最高浓度点的吸光值经常偏低。在 1994 年—2001 年所制作的 68 条校准曲线中,斜率范围为 0.029 3~0.033 5,相关系数符合要求的校准曲线可用率占 88.2%。究其原因,主要是未满足测定方法中规定的“于砷化氢发生瓶中迅速加入 4 g 无砷锌粒,并立即将导气管与发生瓶连接(保证连接处不漏气)”所致。据此,对砷化氢发生瓶加以改进,即在瓶壁上加一短管(见图 1),短管口径与滴管胶帽口相同,在胶帽内放入无砷锌粒,将胶帽套在短管上即可,这就解决了“迅速”和“立即”加入锌粒的问题,保证连接处不漏气。此方法与 GB 7485-87 作了比对,发现两者校准曲线中同一浓度点的吸光值相对偏差,改进法优于原方法,斜

率略大于原方法斜率,相关系数均大于 0.999,其中 80% 以上大于 0.999 9,经测定 0.338 mg/L ± 0.022 mg/L 的标准样品,测定结果在其给定值范围内,准确度好,相对标准差为 0.3%,精密度亦较好。

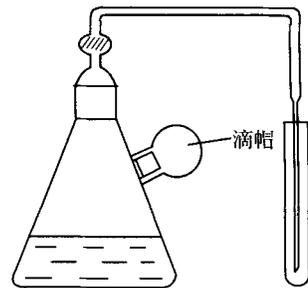


图 1 砷化氢发生与吸收装置

收稿日期: 2002-05-22

作者简介:俞美香(1966—),女,江苏启东人,工程师,学士,从事环境监测工作。

COD 测定中空白试验值的控制

王鸿飞

(晋中市环境监测站,山西 晋中 030600)

中图分类号: O652.4

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2002)04-0042-1B

在 COD 测定中,空白试验值直接关系到最后测定结果,而影响空白试验值的大小主要源于试剂和水中还原性杂质的多少,以及玻璃器皿的洁净程度。

在不同时期按规定方法进行空白试验,共积累 20 个数据,以硫酸亚铁铵溶液浓度乘以滴定数(mL)为空白试验值,求得其均值为 2.471,相对标准差为 0.13%,所有空白试验值都在 2.466 以上。

当 10.00 mL 的 0.250 0 mol/L 重铬酸钾溶液

不被还原时,空白试验值应为 2.500,实际测定值均小于此值,以控制在 2.466~2.500 之间较为理想。在此范围,可作为 COD 测定时对空白试验值的质量控制指标,使监测数据更加准确可靠。

收稿日期: 2001-12-19; 修订日期: 2002-06-08

作者简介:王鸿飞(1964—),女,山西榆次人,工程师,学士,现从事环境监测工作。

本栏目责任编辑 李延嗣