

· 工作经验 ·

环境水质监测几种常用试剂的提纯

徐建芬¹, 汪小梅¹, 李 昂²

(1. 杭州市环境监测中心站, 浙江 杭州 310007;

2. 杭州商学院食品生物与环境工程学院, 浙江 杭州 310012)

中图分类号: O652.4

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2004)05-0033-01

在用分光光度法测定水样氨氮、总氮、凯氏氮、硝基苯、苯胺类中, 所用试剂常因含有杂质而影响测定。今根据经验和有关文献资料介绍几种常用试剂的提纯方法。

1 酒石酸钾钠溶液

某些分析纯酒石酸钾钠试剂常常铵盐含量较高, 用其测定氨氮时, 空白吸光值高达 0.2 以上, 虽用纳氏试剂沉淀方法处理^[1]仍无法达到要求。采用在酒石酸钾钠溶液中滴加少量 250 g/L 氢氧化钠溶液, 煮沸蒸发至半, 再定容至原体积, 空白吸光值即可满足要求^[2], 见表 1。用该法提纯的酒石酸钾钠溶液测定标准物质, 结果在其给定值范围内。

表 1 酒石酸钾钠溶液加碱处理前后空白吸光值比较

试剂批次	处理前		处理后	
1	0.218	0.220	0.024	0.024
2	0.196	0.193	0.022	0.023

2 过硫酸钾

碱性过硫酸钾氧化-紫外分光光度法测定总氮需用碱性过硫酸钾消解, 若过硫酸钾中含有氮化合物, 空白试验值可达 1.5 以上, 造成校准曲线相关性差, 甚至无法进行测定。文献[3]介绍可在碱性过硫酸钾溶液中通氩气的方法去除溶液中的氮氮类化合物, 因碱性过硫酸钾溶液保存时间不长, 每次配试剂时都需处理, 比较麻烦, 成本也较高, 且去除效果亦不很理想。今采用重结晶法提纯过硫酸钾固体试剂取得了满意效果。将盛有去离子水的大烧杯放入 40℃ 水浴中, 加过硫酸钾固体试剂配成饱和溶液(1 份过硫酸钾固体试剂约溶于 25 份水中)。将该饱和溶液置于冰水浴中作重结晶(不要搅拌), 再用去离子水洗涤结晶多次, 于红外灯下

烘干, 处理效果好, 空白试验值可降至 0.02 左右, 结果见表 2。该方法可将整瓶试剂 1 次提纯, 烘干后装入试剂瓶保存, 无需每次配试剂时处理。

表 2 过硫酸钾提纯前后空白吸光值比较 ($A_{220} - 2A_{275}$)

试剂批次	提纯前		提纯后	
1	1.542	1.538	0.020	0.018
2	1.440	1.444	0.018	0.018

3 硫酸钾

测定水样凯氏氮需加入硫酸钾消解, 测定中发现分析纯硫酸钾的全程序空白值高达 0.15 左右, 无法满足实验要求。可在使用前将硫酸钾固体倒入瓷蒸发皿中, 摊匀, 放入马福炉在 550℃ 烘 2 h, 冷却后装瓶保存。注意硫酸钾在蒸发皿中厚度不要超过 1 cm, 否则提纯效果不理想, 要搅拌后重新再烘。硫酸钾提纯前后全程序空白值见表 3。

表 3 硫酸钾提纯前后空白吸光值比较 ($A_{220} - 2A_{275}$)

试剂批次	提纯前		提纯后	
1	0.428	0.435	0.038	0.040
2	0.142	0.135	0.018	0.018

4 盐酸萘乙二胺

偶氮光度法测定亚硝酸盐氮、硝基苯、苯胺类均需用盐酸萘乙二胺试剂, 该试剂易被氧化。文献[4]报道可采取以下方法提纯, 即每克中加入 1 mol/L 盐酸 3 mL ~ 5 mL, 稍加热, 趁热过滤除

收稿日期: 2003-05-16; 修订日期: 2004-06-21

作者简介: 徐建芬(1963—), 女, 浙江青田人, 高级工程师, 学士, 从事环境监测工作。

冷原子荧光测汞仪使用注意事项

郝达平¹, 刘红侠²

(1. 江苏省淮宿水文水资源勘测局, 江苏 淮安 223001;

2. 徐州建筑职业技术学院热能与环境工程系, 江苏 徐州 221008)

中图分类号: O657.31

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2004)05-0034-02

冷原子荧光法是测定水中低含量汞的特异方法, 干扰因素少, 灵敏度高^[1]。今就 SYG- 型智能冷原子荧光测汞仪使用中的一些问题作一阐述。

1 测定程序及注意事项

1.1 仪器预热

为使激发光源有足够的稳定性, 汞灯需预热半小时, 即开机 15 min 后, 接通气源, 再经 15 min, 仪器可达到预热效果, 气路系统亦进入了稳定状态。特别注意: 打开气源阀时, 程序阀要置于进样状态, 而不能置于测量状态, 以避免因流量过大把汞发生器内的剩余废液带入气路系统而污染和腐蚀部件。转动程序阀时, 用力应略向外, 切忌向内转动, 以免卡死。钢瓶压力表显示钢瓶内氩气(氮气)的压力不足 3 MPa 时, 需更换气源。

1.2 选择合适的参数

根据样品中汞含量高低, 同时还需考虑仪器的稳定性和灵敏度, 然后选定与此相适应的光电倍增管的负高压、载气和屏蔽气种类及流量等参数。每一台仪器光电倍增管的负高压并不一样, 需由试验确定, 一般可在 350 V ~ 500 V 之间选定。通常选择 Ar 和 N₂ 作载气和屏蔽气, 一般载气流量为 40 mL/min ~ 80 mL/min, 屏蔽气为 400 mL/min

~ 600 mL/min, 荧光峰值便可稳定在最高值。

1.3 试样溶液的制备

不同样品中的汞可能有不同的形态, 在进行仪器测定前都要对各种形态的汞作预处理, 以 Hg²⁺形式进入溶液进行测定。水样一般可用 KMnO₄-K₂S₂O₈、KBrO₃-KBr^[2]消解法进行消解。在临测量之前, 加盐酸羟胺还原剩余的氧化剂, 此时应注意不能过早加入盐酸羟胺, 否则试液中因无氧化剂而导致汞损失, 使结果偏低; 加盐酸羟胺过程中一定要摇晃, 使 Cl₂ 跑掉, 否则 Cl₂ 与激发态汞产生猝灭荧光, 亦使结果偏低, 另一方面 Cl₂ 会将水蒸气带入荧光池, 污染气路。

1.4 仪器测定

测定时先将程序阀转至进样状态, 按动还原剂进液按钮, 使 0.5 mL 还原剂(100 g/L SnCl₂ 溶液)进入汞发生器, 立即将程序阀转到测量状态, 再次调节载气流量至所需值, 这时载气就自动鼓泡排除试剂空白汞, 在数字显示为仪器基点值 003 后, 将程序阀转到进样状态, 用玻璃注射器吸 1 mL 样品从硅橡胶密封口注入汞发生器中, 立刻将程序阀

收稿日期: 2003-07-29; 修订日期: 2004-06-09

作者简介: 郝达平(1969-), 男, 江苏淮安人, 工程师, 学士, 从事环境监测和分析评价工作。

去不溶物, 滤液放置过夜使结晶完全, 必要时可在搅拌下加无水乙醇、丙酮或氯仿等促使结晶析出, 用红外灯或电吹风烘干即可。

如盐酸萘乙二胺试剂已呈灰黑色, 则已变质较重, 没有必要再作提纯处理。

[参考文献]

- [1] 《水和废水监测分析方法指南》编委会. 水和废水监测分析方法指南[M]. 上册, 北京: 中国环境科学出版社, 1989. 140.
- [2] 徐建芬, 陆树立. 纳氏试剂比色法测氨氮空白试验值的探讨[J]. 干旱环境监测, 2001, 15(4): 246.
- [3] 苏晓燕. 过硫酸钾氧化-紫外分光光度法测定水中总氮的几点体会[J]. 环境监测管理与技术, 2000, 12(增刊): 45.
- [4] 汪俊生, 冯锦梅. 盐酸萘乙二胺的储存及提纯[J]. 中国环境监测, 1999, 15(6): 38.