

· 工作经验 ·

# 水和气中甲醛测定方法的比较

张素荣

(南通市环境监测站, 江苏 通州 226300)

中图分类号: X 830. 2

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2005)05-0040-01

GB 13197-1991《水质 甲醛测定 乙酰丙酮分光光度法》(简称《水法》)是测定水中甲醛浓度的国标方法,与 GB/T 15516-1995《空气质量 甲醛测定 乙酰丙酮分光光度法》(简称《气法》)测定气中甲醛浓度的方法原理一致,但分析细节中存在着差异。《水法》规定,取水样 25 mL,加 0.5% 乙酰丙酮溶液 2.5 mL,于 45℃~60℃水浴中显色 30 min,冷却后比色。而《气法》规定,取吸收液定容至 10 mL,加 0.25% 乙酰丙酮溶液 2.0 mL,于 100℃水浴中显色 3 min,冷却后比色。两种方法的不同点:显色条件;显色体积;显色剂浓度和量。针对以上 3 点作试验,以比较两者间的关系。

## 1 实验

### 1.1 主要仪器和试剂

721 分光光度计; 0.5% 和 0.25% 乙酰丙酮溶

液, 5.0 mg/L 甲醛标准使用液。

### 1.2 实验方法和步骤

(1)按《水法》制作标准曲线和分析样品:取某样品 25.0 mL,加 0.5% 乙酰丙酮溶液 2.5 mL,在 55℃水浴锅内显色 30 min,冷却后比色。

(2)改变显色条件(简称改进法)制作标准曲线和分析样品:在 25.0 mL 样品中加入 0.5% 乙酰丙酮溶液 2.5 mL,在 100℃水浴中显色 3 min,冷却后比色。

(3)按《气法》制作标准曲线和分析样品:在 10.0 mL 样品中加入 0.25% 乙酰丙酮溶液 2.0 mL,在 100℃水浴中显色 3 min,冷却后比色。

## 2 结果与讨论

### 2.1 标准曲线绘制

用《水法》和改进法制作的标准曲线见表 1。

表 1 用《水法》和改进法制作的标准曲线

mg/L

方法	甲醛标准使用液 $V/mL$						标准曲线	相关系数
	0.0	0.2	0.4	1.2	2.0	3.2		
《水法》	0.039	0.078	0.118	0.270	0.437	0.662	$y = 0.039 + 0.196x$	0.9999
改进法	0.042	0.079	0.120	0.275	0.442	0.672	$y = 0.041 + 0.198x$	0.9999

对《水法》和改进法的标准曲线进行统计检验,以  $F$  检验法计算剩余标准差  $S_E$ , 结果无显著差异;以  $t$  检验法检验  $a$  值与  $b$  值,表明用《水法》和改进法制作的标准曲线间无显著差异。

### 2.2 测定

用《水法》和改进法分析标样和实际样品,并分别用表 1 中相应的标准曲线计算,结果表明,《水法》测定的标样值为 1.06 mg/L,样品值为 1.97 mg/L;改进法测定的标样值为 1.06 mg/L,样品值为 1.98 mg/L,两种方法的  $t$  检验结果也表明两组数据间无显著差异。因此,55℃,30 min 显色

的结果与 100℃,3 min 显色的结果基本一致。

### 2.3 《水法》和《气法》的比较

由于两种试验方法的取样量和显色剂加入体积不同,从而导致显色液体积和吸光值的变化。在《水法》中,显色液体积为取样体积的 1.1 倍, ( $V_{显}/V_{取} = 1.1$ ),《气法》中  $V_{显}/V_{取} = 1.2$  故对于同一浓度的样品来说,在《水法》、《气法》条件下测得的吸光值之比应为  $1.2/1.1 = 1.091$ ,即将两种方法测

收稿日期: 2004-06-14; 修订日期: 2005-07-08

作者简介: 张素荣 (1974-), 女, 江苏通州人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。

# 氰化钾标准中间液保存时间试验

管宏云, 陈卫华

(如东县环境监测站, 江苏 如东 226400)

中图分类号: O 652. 4 文献标识码: C 文章编号: 1006-2009(2005)05-0041-01

在《水和废水监测分析方法》(第四版)异烟酸-吡啶啉酮光度法测定总氰化物中, 需将 10 mg/L 氰化钾标准中间液在临用前再稀释 10 倍, 配成 1.0 mg/L 标准使用液。该方法没有对氰化钾标准

中间液保存时间作明确要求, 为保证分析结果的准确性, 也为提高工作效率, 对氰化钾标准中间液在 2℃~4℃时的保存时间作试验, 测定结果见表 1。

表 1 氰化钾标准中间液保存时间试验

保存时间	氰化钾标准使用液 V/mL								标准曲线
	0.00	0.20	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	
	吸光度								
04-01-05 配制	0.000	0.029	0.069	0.143	0.285	0.421	0.582	0.713	$y = -0.001 + 0.143x$
1 个月	0.000	0.028	0.069	0.138	0.283	0.414	0.566	0.697	$y = -0.002 + 0.140x$
3 个月	0.000	0.026	0.064	0.136	0.279	0.409	0.562	0.684	$y = -0.002 + 0.138x$

从表 1 可见, 用在 2℃~4℃下保存 3 个月的氰化钾标准中间液配制的标准使用液与当天标定后配制的标准使用液相比, 其吸光度变化不大, 浓度降低约为 3.5%, 表明在该保存条件下的标准中

间液可在 3 个月以内使用。

收稿日期: 2004-08-04; 修订日期: 2005-06-15

作者简介: 管宏云(1968—), 女, 江苏如东人, 助理工程师, 学士, 从事环境监测工作。

得的样品吸光值代入同一曲线求浓度值之比  $X_{水} / X_{气} = 1.091$ , 此为校正系数, 为验证该校正系数, 分

别用《水法》和《气法》分析国家标准物质中心的标准样品(1.05 mg/L ± 0.08 mg/L), 结果见表 2。

表 2 两种方法的标样测定结果

方法	标准曲线方程	吸光度	浓度值 $C_1 \rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	浓度值 $C_2 \rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	浓度值 $C_3 \rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$
《水法》	$y = 0.000 + 0.196x$	0.208	1.06	1.16	1.06
《气法》	$y = 0.002 + 0.177x$	0.191	1.07	0.974	1.06

将用《水法》分析的标样吸光度代入《气法》标准曲线方程计算时, 浓度值  $C_2$  要除以校正系数 1.091, 将用《气法》分析的标样吸光度代入《水法》标准曲线方程计算时, 浓度值  $C_2$  要乘以校正系数 1.091, 经校正, 两种方法测定标样的结果  $C_3$  都在测定值范围内。

结果表明, 用《气法》分析的数据经校正后可使用《水法》的标准曲线, 同样, 《水法》的数据经校正后也可使用《气法》的标准曲线。因此, 测定水中甲醛和气中甲醛可以共用 1 条标准曲线。

## 3 讨论

(1) 同时分析水和气中甲醛时, 只需制作其中 1 条标准曲线, 若样品测定与标准方法不一致, 应对其校正。

(2) 由于乙酰丙酮溶液不稳定, 保存期只有 1 个月, 平时只需配 0.5% 乙酰丙酮溶液置冰箱贮藏, 用时可由 0.5% 的溶液稀释。

(3) 如将采集的气样定容至 10.0 mL, 加入 1.0 mL 0.5% 乙酰丙酮溶液显色, 此时吸光度可用水法的标准曲线计算, 结果无须校正。