

# 离子选择电极法测定水中氟化物的注意事项

穆会玲, 罗长林

(三钢集团公司安环处环境监测站, 福建 三明 365000)

中图分类号: O 657. 15

文献标识码: C

文章编号: 1006- 2009(2001)06- 0034- 01

离子选择电极法测定水中氟化物应注意的事项。

减少误差, 还可减少响应时间, 提高测试速度。

## 1 空白电位值

电极在使用前必须在  $10^{-3}$  mol/L NaF 溶液中浸泡 1 h~ 2 h 进行活化, 再用去离子水反复清洗, 直至空白电位值达 + 270 mV 左右。氟电极使用一段时间后就很难达到 + 270 mV 空白电位值, 这是由于电极头部敏感部分受到油类污染所致, 采用酒精浸泡再用现制的去离子水洗涤处理, 可使空白电位值恢复到 + 270 mV 左右。

这里还要注意清洗电极和绘制校准曲线以及样品测量时应使用同一种水质的去离子水, 避免因水质不同所引起的测量误差。

## 2 温度

温度对测量结果的影响很大, 当温度相差  $10^{\circ}\text{C}$  时, 所测电位相差约 2 mV。测量时试液和绘制校准曲线的温度应相同, 温差不得超过  $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

## 3 测量顺序

测量时应先测低浓度后测高浓度, 这样不仅可

## 4 响应时间

开始测量第 1 个浓度, 它一般是该方法的最低检测浓度, 响应时间要长一些约 5 min, 以后从低浓度到高浓度测标液或样品, 响应时间不到 2 min 就可读出稳定电位值。如受样品中干扰物的影响, 响应时间要稍长一些。另外, 搅拌速度也影响响应时间及电位值, 搅拌速度越快, 响应时间越短, 但搅拌速度过快, 水中易形成旋涡, 电极表面也易形成气泡, 影响所测的电位。所以, 搅拌速度不宜过快, 应使搅拌子刚好转动为佳。

## 5 线性关系

当温度在  $20^{\circ}\text{C}$ ~  $25^{\circ}\text{C}$  之间时, 校准曲线斜率在  $(58 \pm 2)$  mV 范围内, 线性关系良好, 所测样品的浓度也应在校准曲线线性范围内, 这样才能取得准确可靠的监测数据。

收稿日期: 2001- 06- 28; 修订日期: 2001- 09- 28

作者简介: 穆会玲(1970- ), 女, 福建三明人, 助理工程师, 大专, 曾发表论文 1 篇。

(上接第 25 页) 下降, 或测定值波动较大, 需进行检查。

(3) 一般校正曲线和测定溶液的吸光值在 0. 1~ 0. 5 之间为宜(仪器型号不同也有差异), 否则线性关系较差。

(4) 空心阴极灯灯电流和增益要一并来选择, 灯电流过高谱线变宽, 过低则信号较小; 增益过高噪声较大, 过低暗电流增加。两者要相互匹配。

(5) 测定 Pb、Cd 的灵敏度检查见表 2。

表 2 火焰法测定 Pb、Cd 灵敏度检查

元素	波长 $\lambda/\text{nm}$	通带宽度 $l/\text{nm}$	试液浓度 $\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$
Pb	283. 3	0. 7	9. 0
	217. 0	0. 7	4. 0
Cd	228. 8	0. 7	0. 15

用以上条件测 Pb 或测 Cd 时, 吸光值应超过 0. 2, 否则仪器没达到最佳状态, 或者选择的测试条

件不好, 应重新调整。

(6) 如果灵敏度降低, 除选择条件不当外, 可能还有以下几种原因:

- ① 燃烧器与空心阴极灯光束不平行。
- ② 空心阴极灯光束没全部通过火焰。
- ③ 测定高盐度试液造成了雾化器堵塞。
- ④ 燃烧器两侧的透镜受到沾污。

(7) 测定空白高, 是燃烧器或喷雾器有了沾污, 应进行清洗。

(8) 火焰出现锯齿形是燃烧器缝隙沉积了盐类, 应轻轻刮去, 并清洗数次。

(9) 测定 Pb 的最灵敏线是 217. 0 nm, 而常使用 283. 3 nm 线, 这主要是封入空心阴极灯中的 Ar, 在 217. 1 nm 处有 Ar II 线发射。此外, 217. 0 nm 线容易受到光散射及背景吸收的影响。

(未完待续)