

氟化物标准溶液系列稳定性试验

周秀华, 王 勇

(平湖市环境监测站, 浙江 平湖 314200)

摘 要: 用离子选择电极法测定氟化物时, 要配制氟化物标准溶液系列测定电极斜率, 费时、费试剂。通过对配制好的氟化物标准溶液系列进行稳定性试验, 结果表明该标准溶液系列可稳定 1 个月时间, 无需每次使用时再重新配制。

关键词: 氟化物; 标准溶液系列; 稳定性; 试验

中图分类号: X832 文献标识码: B 文章编号: 1006- 2009(2002) 01- 0043- 02

进行氟化物测量需要配制氟化物标准溶液系列, 操作繁琐费时。为了节约时间和试剂, 对配制好的氟化物标准溶液系列进行稳定性试验。试验结果表明, 该氟化物标准溶液系列存放 1 个月时间仍保持稳定。

1 试验

1.1 试验仪器与试剂

试验所需的仪器和试剂与文献[1] 相同。

1.2 配制氟化物标准溶液系列

按文献[1] 的方法配制好氟化物标准溶液系列以后, 在该标准溶液系列中各加入 10 mL 总离子强度缓冲溶液, 用水稀释至标线, 摇匀。接着, 分别将该标准溶液系列移入 7 只 100 mL 聚乙烯杯中, 各放入搅拌子, 按浓度由低到高的顺序, 依次插入电极连续搅拌溶液, 当电位值稳定以后, 读取数字, 结果见表 1。测量后就将该标准溶液系列按顺序转移到各比色管内, 盖上塞子, 放置备用。

表 1 氟化物标准溶液系列

编 号	1	2	3	4	5	6	7
标准溶液 V/mL	0.50	1.00	2.00	5.00	10.00	15.00	20.00
氟离子量 $m/\mu\text{g}$	5	10	20	50	100	150	200
电位值 U/mV	295	279	262	239	221	210	203

1.3 稳定性试验

1.3.1 实测斜率与理论斜率比较

用配制好的氟化物标准溶液系列, 按浓度由低

收稿日期: 2001- 07- 23; 修订日期: 2002- 01- 06

作者简介: 周秀华(1956-), 女, 浙江平湖人, 工程师, 本科, 从事环境监测与管理工作。

3.3.1 经验系数 A 的修正

$$A = M_{\text{总(实测)}} / [\sum (M_{\text{饲}} \times C_{\text{饲}}) - \sum (M_{\text{渔捞}} \times C_{\text{渔捞}})] \times 10^{-9}$$

3.3.2 经验系数 B 的修正

$$B = M_{\text{总(实测)}} / \sum (M_{\text{渔捞}}) \times 10^{-9}$$

式中: $M_{\text{区}}$ ——区域渔业污染物排放总量, t/a ;

$M_{\text{养殖区}i}$ —— i 养殖区污染物排放总量, t/a 。

[参考文献]

4 区域渔业污染物排放总量核定

对区域渔业养殖污染物排放总量的核定, 可采用下述计算公式。

$$M_{\text{区}} = \sum_{i=1}^n M_{\text{养殖区}i}$$

[1] 中国农业科学院 畜牧研究所. 中国饲料成分及营养价值表 [S]. 北京: 农业出版社, 1985.

[2] 张建洋. 鱼类、河蟹类“三网”养殖对水环境的影响分析[J]. 渔业信息, 2000, 15(3): 22- 24.

[3] 丁永良. 水族馆与养鱼工厂高效净水微生物及其净水机理 [J]. 现代渔业信息, 2001, 16(3): 3- 6.

到高的顺序每隔 3 d 复测 1 次。复测时间长达 1 个月, 观察该溶液的实测斜率与理论斜率。测试结果见表 2。

从表 2 可见在不同温度下该溶液的实测斜率与理论斜率相接近, 相对误差为 0.10% ~ 0.33%。表明该溶液放置一段时间后, 比色管中的氟离子浓度未发生明显变化。

1.3.2 不同放置时间的氟化物标准溶液系列比对

将放置 25 d 的氟化物标准溶液系列与当天现配的氟化物标准溶液系列同时测试进行比对, 结果见表 3。

表 2 实测斜率与理论斜率比对

测定时间	温度 <i>t</i> /°C	实测斜率	理论斜率	相对误差 /%
04-28	19	57.87	57.95	0.14
05-01	19	57.80	57.95	0.26
05-04	20	58.05	58.16	0.19
05-07	22	58.38	58.56	0.31
05-10	24	58.75	58.86	0.19
05-13	23	58.65	58.76	0.19
05-16	23	58.60	58.76	0.10
05-19	24	58.70	58.86	0.27
05-22	26	59.24	59.36	0.27
05-25	26	59.20	59.36	0.27
05-27	28	59.55	59.75	0.33

表 3 不同放置时间的氟化物标准溶液系列测定值

氟离子量 <i>m</i> /μg	5	10	20	50	100	150	200	mV
放置 25 d	293	274	256	233	216	205	197	
当天	294	276	258	235	216	207	201	

通过对表 3 中氟化物标准溶液系列测定值计算, 当天配制的氟化物标准溶液系列的电极斜率为 58.58; 放置了 25 d 的氟化物标准溶液系列的电极斜率为 59.24, 两者相对误差为 1.12%。说明氟化物标准溶液系列放置一段时间后变化不大, 稳定性较好。

1.3.3 准确度试验

用放置 1 个月时间的氟化物标准溶液系列, 对国家环境监测总站(3930108)氟化物标准样品进行测定。经多次测定, 结果表明两者的相对标准偏差均值为 1.1%。

2 结论

实验表明, 配制好的氟化物标准溶液系列至少可存放一个月的时间, 其浓度基本稳定。因此, 在这段时间内可用该溶液代替现配的氟化物标准溶液系列检查电极的实际斜率, 既省时, 又省试剂, 是一种简单有效的方法。

[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, 296-300.

本栏目责任编辑 董思文 张启萍

(上接第 31 页)

2.7 检测限

用铅标准悬浮液 B 20 μL 加 5 g/L 磷酸二氢铵溶液 10 μL, 重复进样测定 11 次, 以 3 倍标准偏差计算其检测限为 2.5×10^{-11} g。

2.8 样品测定的精密度和加标回收率

用悬浮液直接进样, 测定 4 种铅含量在 15.0 mg/kg ~ 45.0 mg/kg 范围的湖泊底泥样品, 相对标准差小于 4%。在底泥中加入铅标准物质 10.0 mg/kg 及 20.0 mg/kg, 其回收率在 90% ~ 110% 之间, 结果见表 3。

表 3 样品测定精密度及回收率(*n* = 6) mg/kg

采样位置	样品均值 <i>x</i>	相对标准 偏差/%	加标量	测得量	回收率 /%
湖心	16.0	2.0	10.0	25.2	92
湖东	24.1	1.7	20.0	43.7	98
湖西	18.6	1.9	20.0	40.6	110
湖岸	19.2	3.5	20.0	40.2	105

[参考文献]

- [1] 李绍南. 石墨炉原子吸收法基本参数的选择[J]. 理化检验(化学分册), 1978, 14(1): 39-40.
- [2] 侯书恩, 常 诚. 悬浮液进样探针原子化石墨炉原子吸收分析性能的研究[J]. 分析化学, 1991, 19(2): 167-170.