

重量法测定粉尘中游离 SiO_2 探讨

赵朝立, 郭学伟, 王东锋

(安阳钢铁集团有限责任公司, 安阳 河南 455004)

摘 要: 讨论了重量法测定粉尘中游离 SiO_2 含量分析过程中易出错的焦磷酸制备、残渣转移等试验步骤, 提出准确测定的关键是控制温度, 并根据对比试验和工作经验改进了分析过程中样品转移的方法。

关键词: 重量法; 粉尘; 游离二氧化硅

中图分类号: O 655. 1 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2008)02-0054-02

Discussion on Measurement of Dissociated SiO_2 in Dust by Weight Method

ZHAO Chao-li GUO Xue-wei WANG Dong-feng

(Anyang Iron & Steel Group Co Ltd. Anyang, Henan 455004 China)

Abstract The error-prone experiment steps were discussed during the analysis of the dissociated SiO_2 determination in dust by the weight method such as pyrophosphoric acid preparation, residual substance transfer and so on. The key to accurate measurement was proposed as controlling of experimental temperature. The transfer way of residual substance during the analysis was improved by experiments and experience.

Key words Weight method; Dust; Dissociated SiO_2

作业场所粉尘的监测是防尘措施的依据, 通过分析粉尘中游离 SiO_2 含量, 有利于了解作业场空气中粉尘的理化性质^[1-3]。在分析作业场所粉尘中游离 SiO_2 含量的过程中, 为了避免操作失败, 通过试验比对和过程分析, 找出影响试验的关键步骤。

1 试验

1.1 仪器与试剂

分析天平 (精度为 0.000 1 g), 可调电炉, 马弗炉, 25 mL 带盖瓷坩埚或铂坩埚, 50 mL 锥形烧瓶, 0 °C ~ 360 °C 温度计。焦磷酸: 将 H_3PO_4 加热沸腾, 至 250 °C 不冒泡为止, 放冷, 贮存于试剂瓶中。

1.2 步骤

(1) 将采集的粉尘样品于 105 °C ± 3 °C 烘箱中烘 2 h, 稍冷, 贮于干燥器中备用。如粉尘粒子较大, 需用玛瑙研钵将其研细到手捻有滑感为止。

(2) 准确称取 0.3 g ~ 0.5 g 粉尘样品于恒重的瓷坩埚中, 在 800 °C ~ 900 °C 下灼烧 30 min, 使炭及有机物完全灰化, 样品冷却后用分析天平采用减量法准确称取 0.1 g ~ 0.2 g 残渣于锥形烧瓶中。

(3) 用量筒取 15 mL 焦磷酸, 倒入锥形烧瓶中, 摇动后使全部样品湿润。

(4) 将锥形烧瓶置于可调电炉上, 迅速加热到 245 °C ~ 250 °C, 用带有温度计的玻璃棒搅拌, 保持 15 min, 然后, 放在室温中至 100 °C ~ 150 °C, 再将锥形烧瓶放入冷水中至 40 °C ~ 50 °C, 在冷却过程中, 加 50 °C ~ 80 °C 的蒸馏水稀释到 40 mL ~ 45 mL。稀释时加水, 同时用力搅拌混匀。

(5) 将锥形烧瓶内容物小心移入烧杯中, 再用热蒸馏水冲洗温度计、玻璃棒及锥形烧瓶, 并把冲洗液倒入烧杯中, 加蒸馏水至 150 mL ~ 200 mL, 用玻璃棒搅匀。

(6) 将内容物烧杯放在电炉上煮沸, 趁热用无灰滤纸过滤, 用体积分数 0.83% 盐酸溶液洗涤烧杯移入漏斗中, 并将滤纸上的沉渣冲洗 3 次 ~ 5 次, 再用热蒸馏水洗至无酸性反应为止^[4]。

(7) 将带有沉渣的滤纸折叠数次, 放于恒量的

收稿日期: 2007-12-25 修订日期: 2008-01-30

作者简介: 赵朝立 (1971-), 男, 河南泌阳人, 工程师, 本科, 从事环境监测工作。

瓷坩埚中, 在 80 ℃ 的烘箱中烘干, 再放在电炉上低温炭化, 最后放入高温电炉灼烧 30 min 在室温下稍冷后, 放入干燥器中冷却 1 h, 称量至恒重。

2 分析和讨论

2.1 焦磷酸制备

用 H_3PO_4 加热制备焦磷酸的过程中, 发现 H_3PO_4 加热达到 250 ℃, 按照文献 [1] (简称《标准法》) 稳定温度时, 不易控制。实际操作时, 当温度达 240 ℃, 就应当关闭电炉, 否则会因为温度过高生成三磷酸或偏磷酸, 导致制备的焦磷酸纯度下降, 影响分析结果甚至试验失败。

2.2 样品的研制

粉尘样品研磨时应手感光滑, 否则因样品熔样不完全, 使可溶物质进入沉淀, 结果将产生正误差。

2.3 残渣转移

准确称取 0.1 g ~ 0.2 g 样品放入坩埚, 在 800 ℃ ~ 900 ℃ 灼烧 30 min 使炭及有机物完全灰化。样品冷却后, 用焦磷酸将残渣洗入三角瓶内较困难。焦磷酸是粘稠状液体, 极易附着在坩埚内壁, 且不能用水冲洗, 使残渣转移不完全。对同一样品做试验, 结果见表 1。

表 1 不同方法检测结果比较					
分析 方法	灼烧前 质量 m/g	灼烧后 质量 m/g	减重质 量 m/g	减重率 $P\%$	SiO_2 质量 分数 $P\%$
《标准法》	0.197	0.189	0.008	4.1	4.7
	0.201	0.193	0.008	4.0	4.6
递减法	0.317	0.304	0.013	4.1	4.7
	0.408	0.392	0.016	4.0	4.9
	0.511	0.491	0.020	3.9	4.8

递减法样品在 0.5 g 灼烧后减重约 4%, 与称重 0.1 g ~ 0.2 g 样品减重率基本一致。准确称取 0.3 g ~ 0.5 g 样品灼烧后冷却、恒重, 准确称取 0.1 g ~ 0.2 g 残渣于三角瓶中, 用加热的焦磷酸溶解, 避免附着在坩埚内壁造成残渣转移不完全。结果表明, 两种转移样品的方法结果相对误差小于 5%, 符合技术要求。

2.4 残渣溶解

加热过程, 温度计应始终处于溶液中。温度应控制在 245 ℃ ~ 250 ℃。在此温度, 溶液清亮, 且呈浅粉红色。若溶液呈黄色或出现白色粘稠液体并伴有白色沉淀生成, 则是温度过高, 部分偏磷酸

缩合生成多聚偏磷酸使溶液粘稠, 白色沉淀为磷酸盐, 则试验失败。

2.5 残渣过滤

用 50 ℃ ~ 80 ℃ 蒸馏水稀释溶解残渣后的溶液至 40 mL ~ 50 mL, 焦磷酸在热水溶液中能迅速生成磷酸, 使过量的焦磷酸能够过滤去除。如果过滤较慢应查明原因, 可能与溶样时控温失败或所加热水溶液温度低有关, 此溶液中不溶物为 SiO_2 。

2.6 炭化

按方法要求用可调电炉低温加热时, 坩埚内出现冒烟并有烟油, 滤纸呈黄色或棕黄色。注意在坩埚内不能有明火, 否则飞灰导致被测物质损失致结果偏低。当坩埚内滤纸呈黑色且不再冒烟时, 表明炭化过程结束。

2.7 高温灼烧

将坩埚置马弗炉内 800 ℃ ~ 900 ℃ 高温灼烧, 坩埚加盖并留一小缝隙。否则, 会因坩埚内氧气量不足造成灼烧不完全, 导致被测物质结果偏高。灼烧后应先断电源, 坩埚在炉内置 15 min。否则, 样品吸收空气中水分增重致结果偏高, 同时也防止因温度骤降造成坩埚破裂^[5]。

2.8 其他

将坩埚放入干燥器内, 应待其温度稍降低后 (约 5 min) 再盖严。不同样品的低温炭化、高温灼烧、干燥和处理条件应一致, 否则, 样品恒重结果的精密度较差。

3 结论

重量法测定粉尘中游离 SiO_2 操作过程中焦磷酸的制备、残渣的转移、溶解、过滤、炭化到高温灼烧、干燥、恒重等步骤易对结果产生影响, 根据实践经验对此采取控制措施, 消除异常现象, 同时改进了残渣的转移方式, 使操作简便。

[参考文献]

[1] 中华人民共和国卫生部, 中华人民共和国劳动人事部. GB 5748-85 粉尘中游离二氧化硅含量的测定方法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1986

[2] 路乘风, 崔政斌. 防尘防毒技术 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2004 34-35.

[3] 林亲铁, 肖艳云, 徐文彬. 水泥厂大气污染物健康风险评估初探 [J]. 环境监测管理与技术, 2007, 19(2): 47-49

[4] 刘珍. 化验员读本: 上册 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1992 120-122

[5] 刘珍. 化验员读本: 下册 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1992 35-37