

例随之增大,通常将直达声与混响声作用相等的距离称为混响半径或临界距离^[4],即得:

$$r_c = \frac{1}{4} \sqrt{\frac{QR}{\pi}} = 0.14 \sqrt{QR} \text{ (米)} \quad (5)$$

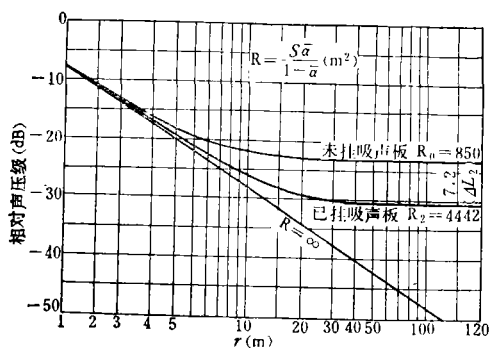


图 3 车间长轴方向不同距离点的相对声压级计算曲线

由上式求得制绳车间三种测定条件的混响半径分别为: 5.8 米、11.9 米和 13.3 米。在现场测量中,取车间长轴方向作了声场衰减实测,并以单开 12* 制绳机为声源,测得结果也与表 3 基本接近。

4. 降噪效果的主观评价

上钢二厂制绳工段的噪声问题由来已久,工人们迫切要求采取有效措施降低噪声,以改善劳动环境。由于垂直悬挂空间吸声板降低大面积车间噪声在国内还是第一次尝试,有些同志对这种治理措施缺乏信心,担心化了投资得不到效果。而当空间吸声板吊装完毕后,普遍认为降噪效果显著。

结 语

通过应用垂直悬挂空间吸声板降低大面积车间噪声的实践,表明这种吸声降噪新技术首先可显著节省材料,比常规整片满铺式吸声平顶可节省 60%,而且不用钢材、木材和水泥,材料来源充足。其次,采用无骨架、垂直悬挂方式,大大减轻重量,为老厂房吸声降噪治理提供了有利的条件。加上吸声材料用量减少,投资也相应节省,以制绳车间为例,共花费 3.6 万元,其中 85% 为材料费,15% 为加工安装费,按车间面积折合 12 元/平方米。垂直悬挂空间吸声板制作简单,施工方便,还可发展成定型标准产品,便于推广应用。若能在设计中注意采光、通风及美观等因素,与建筑设计密切配合,则可取得更臻完善的效果。

参 考 文 献

- [1] Beranek, L. L., *Noise Reduction*, p. 595—598. New York, (1960).
- [2] Liquorish, A. B. (etc.), *Handbook of Noise and Vibration Control*, London, (1979).
- [3] 陈绎勤, 关于我国环境噪声标准的建议, 环境科学, 1, 1, 71—74(1980).
- [4] Czarnecki, S., *Noise Control Aspects Inside Industrial Hall*, Inter-Noise p. 183—190 (1975).
- [5] 子安胜著,高履泰译,建筑吸声材料, p. 17—33, 中国建筑工业出版社, (1975).

水中痕量三价砷和五价砷的测定

姜 永 清

(中国科学院西北水土保持研究所)

一、仪器和试剂

1. 仪器 72 型分光光度计 (1 厘米比色槽), 自动过滤装置, 砷化氢发生装置。

2. 试剂 全部用分析纯试剂, 用无离子

水配制。

(1) 砷标准溶液 $As(III)$ 储备液用一级纯 As_2O_3 配制, 含 $As(III)$ 量为 100 微克/毫升; $As(V)$ 储备液用 $Na_2AsH_4O_4 \cdot 7H_2O$ 配制, 含 $As(V)$ 量为 100 微克/毫升。

(2) 工作液 含砷量各为 1 微克/毫升, 两周内未发现砷的价态发生变化。

(3) 1 M 碘化钾水溶液, 用前配制。

(4) 饱和高锰酸钾溶液。

(5) 5 M 氯化亚锡甘油液, 文火加热配制。

(6) 无砷锌粒。

(7) AgDDC-三乙胺-氯仿吸收液。

(8) 醋酸铅棉花。

(9) 镁铵试剂 100 克 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 和 200 克 NH_4Cl 溶于水, 稀释至 1000 毫升。

(10) 磷酸盐试剂 28.6 克 KH_2PO_4 溶于 1000 毫升水, 含 PO_4^{3-} 0.02 克/毫升。

此外, 配制 1:3 H_2SO_4 , pH 9.5 的氨水, 4 N 氨水, 0.1% 甲基橙(水溶液)和 0.1% 酚酞(75% 酒精液)指示剂等。

二、试验条件的选择

1. 吸收波长的确定 取吸收液 4 毫升, 分别吸收由 1、5、11 微克 As(V) 与磷酸盐共沉淀所发生的砷化氢。从各量的吸收谱看出在 520 毫微米处吸光值最大, 故选用 520 毫微米。

2. 不同 pH、不同磷酸盐用量、不同镁铵试剂用量对砷酸盐沉淀的影响 结果见表 1。一般来说, pH 越高, 磷酸盐用量越大, 镁铵试剂用量越多, 共沉淀砷酸盐所得的吸光值越高, 但是, 试剂用量过大, 空白值增大。根据试验结果, 在 450 毫升溶液中沉淀时, 取镁铵试剂 20 毫升, 磷酸盐 5 毫升, pH 8.5—9.0 (用 4 N 氨水约 7 毫升)。

3. 亚砷酸盐的氧化 在上述条件下, 发

表 1 不同镁铵试剂用量、不同磷酸盐用量和不同 pH 值下的吸光度

加入镁铵试剂量 (ml)	加入磷酸盐量 (ml)	pH 值				
		7.5	8.0	8.5	9.0	9.5
10	2	—	0.170	0.290	0.280	—
	5	—	0.270	0.305	0.295	—
	10	—	0.042	0.313	0.360	—
20	2	—	0.220	0.285	0.350	0.355
	5	0.00	0.220	0.340	0.350	0.360
	10	—	0.260	0.360	0.350	0.365
50	2	—	0.340	0.290	0.305	—
	5	—	0.330	0.260	0.315	—
	10	—	0.280	0.295	0.305	—

注: 加入的磷酸盐是 KH_2PO_4 , 含 PO_4^{3-} 0.02g/ml。

加入的镁铵试剂含 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 100g/l, 含 NH_4Cl 200g/l。

溶液的 pH 用 4N 的氨水调节。

现低于 50 微克的 As(III) 未被氧化时, 其共沉淀的吸光值小于 0.01, 不干扰砷酸盐的测定(见图 1)。

曾报道用高锰酸钾液氧化亚砷酸盐^[2]。我们在 450 毫升溶液中[含 As(III) 10 微克], 加 H_2SO_4 调节 pH 至甲基橙变色后, 分别加饱和高锰酸钾 10、20 滴, 沉淀后所得的吸光值为 0.25 和 0.34。后者近于表 1 中的稳定

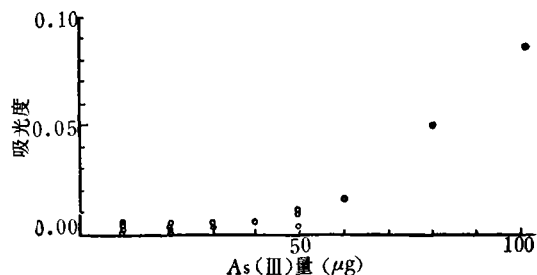


图 1 不加高锰酸钾氧化, 不同浓度的 As(III) 被沉淀的吸光值

值。故认为,在这样的条件下,亚砷酸盐已完全氧化成砷酸盐。

三、操作步骤

1. 标准曲线的绘制

按前节所选定的条件,配制一系列标准样。生成白色沉淀后,室温下放置过夜。次日用 $\phi 9$ 厘米的蓝带滤纸过滤(自动过滤),滤毕,将带沉淀的滤纸放入砷化氢发生瓶中,插入小漏斗,在容量瓶中加入 1 M 碘化钾 2.5 毫升,15 毫升 1:3 H_2SO_4 ,待瓶壁上沉淀完全溶解后,注入发生瓶内,再用 20 毫升水洗容量瓶一次,合并到发生瓶内。加 8 滴氯化亚锡甘油液,使发生瓶内的沉淀溶解并退到无色,放置 20 分钟,加 5 克锌粒,立即塞上具有醋酸铅棉花的导气管,将导气管插入有 4 毫升吸收液的吸收管中,注意补加挥发掉的氯仿液。反应 50 分钟后,用氯仿补至吸收液体积 4 毫升,在 1 厘米比色槽中,520 毫微米处测吸光度,制作 As(V) 的标准曲线。

为比较 As(III) 的氧化情况,吸取含 As(III) 1 微克/毫升的标准液 0、0.2、0.5、1.0、3.0、5.0、7.0、9.0、11.0、13.0 毫升置于 500 毫升容量瓶中,加水至 450 毫升后,用 2 N H_2SO_4 调节 pH 至甲基橙变成深红色后,再加 20 滴饱和高锰酸钾液,充分摇匀,按上述操作制标准曲线,代表总砷的校正曲线。

另取 As(V) 标准液于发生器内加 15 毫升 1:3 H_2SO_4 ,用水补充至总体积 35 毫升后,不经沉淀,按前述步骤制作标准曲线以比较。

2. 水样中含砷量的测定

水样过滤后,在半月内进行测定。取水样 450 毫升,按 As(V) 标准曲线制作的步骤求得 As(V) 含量。另取水样 450 毫升,按总砷的标准曲线制作步骤求得总砷含量。总砷量减去 As(V) 量为 As(III) 含量。

四、试验结果

1. 砷的三条标准曲线示于图 2。三条曲

线几乎重合,相关系数都在 99.5% 以上。再者,As(V) 被共沉淀而重复三次试验的标准曲线的回归系数是 0.030、0.0305、0.0294; As(III) 被氧化后,两次重复制作的标准曲线的回归系数是 0.0294、0.0314。

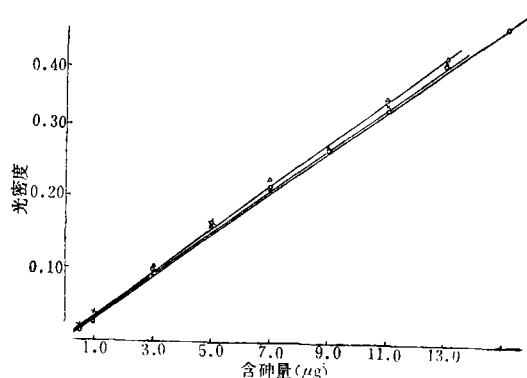


图 2 砷的标准曲线

○ $y = 0.001 + 0.0294x$ ($r = 99.83\%$) As(V) 未沉淀
 × $y = 0.007 + 0.0294x$ ($r = 99.87\%$) As(V) 沉淀
 ▲ $y = 0.004 + 0.0314x$ ($r = 99.78\%$) As(III) 氧化后沉淀

2. 水样测定结果列于表 2 和表 3。从表中看出 As(III) 和 As(V) 的平均回收率相应地是 100.6% 和 107.8%,加入的 As(III),氧化后可被定量地回收。为避免 As(III) 干扰 As(V) 的测定,最好在沉淀过滤完后,用 pH 9 的氨水洗涤沉淀 2—3 次(每次用 10 毫升)。

3. 本方法所需样品体积较大(450 毫升),实际测定中应按含砷量的高低增减。试验中加入试剂量较大,但对空白值的影响不大。空白的吸光值不超过 0.02,故经空白校正后,其影响可忽略。

总之,本方法用磷酸盐作共沉淀剂,在碱性条件下,用镁铵试剂沉淀砷酸盐,As(III) 必须经氧化后才能被共沉淀,而后比色测定砷化氢所生成的红色胶状银。本方法简便,选择性强,成功地分别测定 As(V) 和总砷,灵敏度达 0.4 ppb,相对误差一般小于 10%,适于常规分析。

表 2 总砷量的测定及其回收率

样品名称	编号	总 砷 量		加入 As(III) 的 量 (μg)	加入砷后检出量		回收率 (%)
		含量* (μg)	相对误差 (%)		含量 (μg)	相对误差 (%)	
漆水河水(武功)	1—1	2.5	5.3	3(+3)**	8.93	1.8	107.2
渭河水(周至)	3—1	1.6	4.1	3(+3)**	7.8	3.4	103.3
金陵河山(宝鸡)	1—2	1.47	2.9	5.0	6.77	1.3	106.0
温泉水(临潼)	2—1	4.07	2.2	5.0	9.23	2.5	100.6
宝鸡峡水库水	1—3	0.93	4.8	—	—	—	—
汤浴泉水(蓝田)	1—4	0.37	11.7	10.0	9.77	0.9	94.0
自来水(武功)	3—2	1.5	4.5	10.0	10.77	3.6	92.7
平均		5.1				2.3	100.6%

* 含砷量指 450 毫升中的微克数. ** 括号内是加入 As(V) 量.

表 3 As(V) 的测定结果及其回收率

样品名称	编号	含 As(V) 量		加入 As(V) 的 量 (μg)	加入砷后检出量		回收率 (%)
		含量* (μg)	相对误差 (%)		含量 (μg)	相对误差 (%)	
漆水河水(武功)	1—1	2.03	10.3	6(+6)**	8.9	0.0	114.5
渭河水(周至)	3—1	0.90	7.4	6(+6)**	7.3	1.8	106.7
金陵河水(宝鸡)	1—2	1.17	3.7	5.0	6.9	1.0	114.6
温泉水(临潼)	2—1	1.47	2.9	5.0	6.9	3.9	108.6
宝鸡峡水库水	1—3	0.0	0.0	—	—	—	—
汤浴泉水(蓝田)	1—4	0.0	0.0	5.0	4.9	4.1	98.0
自来水(武功)	3—2	1.5	4.5	5.0	6.7	2.0	104.0
平均			4.1			2.1	107.8

* 含砷量指 450 毫升中的微克数. ** 括号内是指加入的 As(III) 量.

参 考 文 献

[1] 武汉大学分析化学教研室编, 化学分析, 下册, 第八

章, 人民教育出版社, 1977 年.

[2] 中国科学院西北水土保持研究所, 科技简报, 1972 年第一期.