

有机锡的柱富集法

利用国产高分子多孔小球 GDX-502 作为固定相,可富集污水中微量有机锡。同时,也使无机锡与有机锡分离。有机锡以二丁二碘基锡为代表,富集倍数为 100,回收率一般可在 90% 以上。

1. 试剂:

高分子多孔小球 GDX-502, 80—100 目

无水乙醇 (AR 级)

酸性洗涤水(配制): 抗坏血酸 (AR) 约 0.1 克, 蒸馏水约 100 毫升, 然后用 10N 硫酸调至 pH 为 1—2。

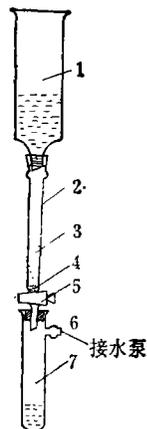
2. 富集装置 (见附图)

3. 操作步骤

柱预处理: 先用 100 毫升蒸馏水淋洗柱, 后用乙醇 10 毫升淋洗, 再继续用三氯甲烷或苯 20 毫升淋洗, 又用 20 毫升乙醇淋洗, 最后用 100—200 毫升蒸馏水淋洗备用。

富集: 将含有有机锡污水几十毫升, 以 5—12 毫升/分的流速通过柱, 直至污水全部流尽。关闭活塞, 加入酸性洗涤水 2—3 毫升, 打开活塞, 让洗涤水慢慢地通过柱, 洗去柱内被吸附的盐分, 如此重复 3—4 次, 最后将柱内残存酸性水, 利用水泵抽尽。若柱壁上附着水珠, 则用滤纸把它吸去为宜。

洗脱: 关闭活塞, 量取 10 毫升无水乙醇倒入柱内, 打开活塞, 使乙醇慢慢通过柱末端玻璃棉处, 立即关闭活塞, 静止 3—5 分钟, 让乙醇充分溶介有机锡(若采用热脱附手续, 则此时可加热至 50—60°C),



富集装置图

1. 盛水容器, 300 毫升左右
2. 玻璃管柱 10×300 毫米
3. 固定相 GDX-502, 容量为 3—4 毫升
4. 玻璃棉
5. 活塞
6. 接水泵口
7. 支管试管

然后打开活塞以 3—5 毫升/分的流速收集有机锡—乙醇洗脱液, 即可进行测定。

柱再生: 洗脱后, 加入 10—15 毫升乙醇, 洗涤残存在柱内的有机物, 然后约用 200 毫升蒸馏水淋洗柱后, 备用。

北京化工学院 金鑫荣供稿

PF6 排气成份测定仪

PF6 排气成份测定仪是测量汽车排气成份的一种仪器, 由广东省佛山分析仪器厂研制成功。它可以同时测定排气成份中的一氧化碳、二氧化碳、一氧化氮、碳氢化合物等含量, 并由仪表进行记录。

一、主要技术指标:

1. 测量范围: CO 0—3000ppm.; 0—6000ppm.

CO₂ 0—12%.

NO 0—1000ppm.; 0—2000ppm.

HC 0—500ppm.; 0—1000ppm.

2. 精度: 五级

3. 重复性: 重复测量误差不超过满刻度的 ± 3%。

4. 反应时间: 常量 < 10 秒; 微量 < 30 秒
5. 消耗功率: 1 瓦(分析部分 500 瓦, 取样部份 500 瓦)。
6. 供电电源: 220 伏 $\begin{matrix} +10\% \\ -15\% \end{matrix}$ 50 赫兹 $\pm 1\%$
7. 外形尺寸: 分析部分 1070 × 560 × 1450 米/米³。
取样部分 720 × 440 × 610 米/米³。

二、原理和结构:

本仪器利用气体分子对红外线的特征吸收进行测量, 由四台 FO 系列红外线气体分析仪组合成测量部分。取样部分采用直接取样方法。

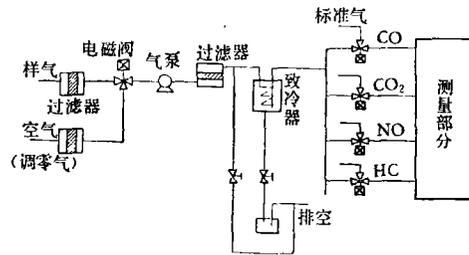
除了单原子气体和相同原子组成的分子气体外, 大多数气体对红外线都有吸收, 不同的气体有不同的吸收波长和吸收强度, 吸收能量的大小可由比尔定律描述, 即

$$E = E_0 e^{-KC l}$$

式中, E_0 ——入射光能量 E ——透射光能量
 K ——气体的吸收系数 C ——气体的浓度
 l ——气室长度

由于仪器的气室是固定的, 对每种气体来说, 其吸收系数也是不变的, 所以入射光和透射光的能量差仅由气体的浓度决定, 在 FO 系列红外线气体分析仪中, 红外光源辐射出两束强度相等的光束, 一束为参比光束, 另一束为测量光束, 由于被测气体吸收红外线的结果, 参比光束和测量光束到达选择性接受器时产生了能量差, 再经接换成电讯号, 放大后便可指示出气体浓度。

被测气样经过滤、致冷后由气泵分别送入测量部分, 由红外线气体分析仪分别进行测量。其测量系统示意图如下:



广东省佛山分析仪器厂供稿

(上接第 43 页)

响很大, $HgSO_4$ 不能完全阻止 Cl^- 离子的氧化。随着样品 COD 值的增加, Cl^- 离子的影响也减小, 当 COD 值为 400 毫克/升时, 1000 毫克/升的 Cl^- 离子不产生任何干扰。由此也可得知, 测定高 Cl^- , 低 COD 值的样品将引起困难(标准法也不例外), 但可用加入适量标准 COD 样品的办法来提高测量的准确度。

结 论

采用 Leithe 提出的方法, 消化时间由 2 小时缩短为 10 分钟, 比色技术的应用使方法进一步简化。从用标准有机物及废水样品进行的测定并与标准法做的比较, 所得结果基本相同, 因此快速法可以代替标准法, 用于废水的常规分析。

初步试验了不同 COD 值时的 Cl^- 干扰, 在低 COD 值时, $HgSO_4$ 不能完全阻止 Cl^- 的氧化。随着 COD 值的增高, Cl^- 影响逐渐减小至完全消除。

主要参考资料

- [1] R. Schulze-Rettmer, Z. Wasser-Abwasser Forschung, 9, 11 (1976).
- [2] Jeris, J. S., Water and Wates Engineering, 4, 89 (1967).
- [3] Wells, W. N., Water and Sewage Works, 117, 123 (1970).
- [4] Foulds, J. M. and Lunsford, J. V., Water and Sewage works, 115, 112 (1968).
- [5] Leithe, W., Vom. Wasser, 37, 106 (1970).
- [6] ASTM Annual Book of Standards, Method, D1-252-67, P 219. (1972)
- [7] Gudernatsch, H. and Doppelfeld, W. Z. Wasser-Abwasser Forschung, 8, 182 (1975).
- [8] Udo. Zietz. GWf-Wasser/Abwasser, 117, 181 (1976).