

品对温度反应速度的不同来选择合适的变温速度与稳定时间。这样,测试结果才能正确地反映样品的特性,同时又可以节省测试时间。

我们采用聚氨酯材料做对比实验。选择不同的变温速度和不同的稳定时间,其它实验条件不变。实验结果见表1。

表1 变温速度和稳定时间对测试结果的影响

变温速度 (°C/min)	稳定时间 (min)	转变温度 T _g (°C)	阻尼系数 Tanδ
3	2	-15	0.43
5	3	-11	0.39
5	2	-10	0.39
5	1	-8	0.36

由表1可知:在变温速度相同,稳定时间不同的情况下,测出样品的T_g和tanδ基本相同;在变温速度不同,稳定时间相同的情况下,测出的数据有很大差异。

总之,在MAK-04型粘弹分析仪的分析测

试中,实验条件的恰当选择是准确测定样品动态力学性能的关键。

由于我们对仪器的合理使用,精心保养,十年来,该仪器一直正常运转。最近,我们还进一步扩展了该仪器的温度控制范围^[4,5],拓宽了仪器的应用领域,使其在今后的科研和教学中发挥更重要的作用。

致谢:本文曾得到韩孝族研究员的指导,在此致谢。

参考文献

- 1 郭凤春等. 高分子材料科学与工程, 1988, 5: 74
- 2 郭凤春等. 聚氨酯工业, 1992, 3: 13
- 3 METRAVIB'S MAK-04 粘弹分析仪说明书
- 4 花荣等. 分析测试技术与仪器, 1992, (1): 66
- 5 滕秀娟等. 分析仪器, 1995, (2): 34

Selection of test method and experimental conditions for MAK-04 viscoanalyser. Hua Rong, Teng Xiujuan (Changchun Institute of Applied Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Changchun, 130022)

The problem of how to select the test method and the experimental conditions for MAK-04 viscoanalyser is studied. The influence of experimental conditions such as test temperature, scanning frequency, vibration amplitude etc is discussed. The test results show that only by proper selection of experimental conditions can good results be obtained.

一种新型玻璃萃取装置

张 勇* 林庆梅 袁东星

(厦门大学环境科学研究中心, 厦门, 361005)

摘 要 本文介绍了一种新的、简便易行的玻璃萃取装置。与常规分液漏斗相比,该装置操作省时省力、无漏、重现性好。用于分光光度法测定挥发性酚时,重现性较现有方法大为改善。

关键词 萃取 装置 玻璃仪器

4-氨基安替比林萃取光度法是我国水和废水监测分析方法中规定的监测挥发性酚,特别

是含酚量较低的水质监测的标准方法^[1],与其它标准方法相比^[2],该方法相对简单,运行成本低,是目前广为使用的方法。然而由于该方法使用分液漏斗作为萃取装置,萃取操作过程费时、费力,重现性差,同时还存在着漏液的风险。另外,在萃取过程中如要对样品进行预处理,也是非常困难的。为了克服上述不足之处,参照有关文献报导^[3]。自行加工制作了一种新的玻璃萃取装置,并将其用于水样挥发性酚的测定,分析结果的重现性大为改善。

一、萃取装置的组成与操作

1. 组成

磁力搅拌器, 250mL (或 500mL) 标准磨口锥形瓶若干个; 与锥形瓶相匹配的空心磨口活塞及二通 (若二通的活塞为聚四氟乙烯则更佳)。

2. 操作

该装置的组成与操作如图 1a 所示。实验时, 在锥形瓶中放入磁子后, 加入样品及萃取有机相。根据需要, 设置一定搅拌时间和搅拌速度进行萃取。到时间后, 关闭磁力搅拌, 静置分层。按图 1b 所示, 小心将整个装置倒置, 打开二通, 即可完成分液。

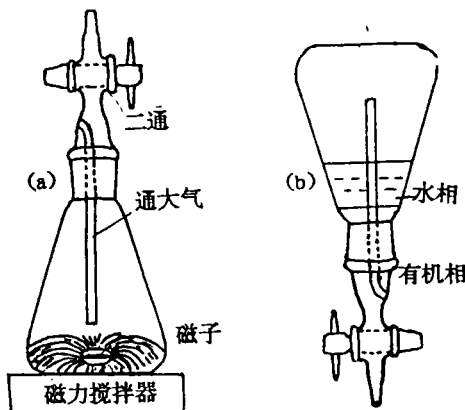


图 1 装置的组成与操作示意图

a. 装置的组成 b. 操作示意图

二、挥发性酚的测定

1. 工作曲线的绘制

向一组的 6 个萃取装置分别加入 50mL 水, 依次加入 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00 和 5.00mL 苯酚标准溶液, 再分别加水至 100mL。在磁力搅拌下分别加入 0.8mL 缓冲溶液、0.6mL 4-氨基安替比林溶液、0.6mL 铁氰化钾溶液, 放置 10min。准确加入 4.0mL 三氯甲烷 (此时锥形瓶中的液面应低于通大气导管的下端口), 强力搅拌 3min, 静置分层。按图 1b 所示, 小心将整个装置倒置, 将有机相直接分入分光光度计的 1 厘米比色皿中, 以三氯甲烷作为参比, 在波长 460nm 下测定其吸光度, 经空白校正后, 绘制吸光度对苯酚含量的校准曲线。校准曲线的线性拟合方程为: $Y = 5.136X - 3.952 \times 10^{-3}$ ($r = 0.9998$)。其中 Y 为吸光度值, X 为样品浓度, 单位 mg/L。

2. 样品的测定及精密度实验

以福建省环保局分发的挥发酚的考核样为被测样品, 并在实验时带挥发酚的质控样平行测定, 测定结果如下:

表 1 样品及质控样测定结果

	测定值	标准值
考核样	0.0432	0.043 ± 0.0034
质控样	0.0799	0.0812 ± 0.0065

配制浓度为 0.06mg/L 的标准酚溶液 5 份, 按上述方法进行测定, 据其结果算得该方法的相对标准偏差小于 0.3%。

三、结果与讨论

由于该装置采用磁力搅拌, 上述玻璃装置与常规分液漏斗相比有以下优点: (1) 萃取过程迅速, 均匀。若操作控制适当, 一系列样品的萃取过程几乎相同, 萃取结果重现性好。精密度试验结果表明, 使用该装置测定 0.06mg/L 标准酚 ($n=5$) 的相对标准偏差小于 0.3%, 其结果与标准方法中分液漏斗的操作结果 1% 相比, 有

了显著的改善。(2) 若有多个磁力搅拌器, 多个样品可同时萃取, 省时省力。(3) 整个过程始终与大气相通, 避免了体系内压力的变化, 无漏液。(4) 对固体样品可直接称于锥形瓶中后直接萃取, 并可在萃取过程中加热。(5) 对大体积样品可重复萃取。(6) 制作简单。除此之外, 该装置还可用于非水滴定以及原子吸收光谱分析。

参考文献

- 1 国家环保局水和废水监测分析方法指南编委会编. 水和废水监测分析方法指南, 北京: 中国环境科学出版社, 1990, P241~253
- 2 国家环保局水和废水监测分析方法指南编委会编. 水和废水监测分析方法指南, 北京: 中国环境科学出版社, 1989, P407~413
- 3 Bye R, Agasoster T and Asheim A. Fresenius J Anal Chem, 1993, 345: 411~414

1997年《化学传感器》征订启事

欢迎订阅 欢迎投稿 承接广告

《化学传感器》是经国家科委批准, 由中国仪器仪表学会分析仪器学会主办的专业科技刊物, 是冶金、地质、卫生防疫、环境保护、食品检验、生理医学、化工、农业、国防、科研、大专院校等一切从事化学分析, 工业过程控制与自动检测的科技工作者的理想工具。得到了广大化学分析科技工作者及有关大专院校师生的热情支持和好评。

本刊为季刊, 每期订价 5.00 元, 全年 20.00 元 (含邮费)。本刊 1997 年继续由机电部情报研究所期刊联合征订办公室征订, 印有统一的期刊征订通知, 向全国有关单位发放, 欢迎广大订户订阅。订阅者亦可直接与江苏电分析仪器厂财计科联系 (注明汇款用途)。

开户银行: 中国工商银行姜堰市支行 帐号: 201~0221006514 邮政编码: 225500

《化学传感器》编辑部 江苏姜堰市八二二信箱