

做检测 20 年遇见过的坑

张艳丽

(鹤壁市产品质量检验检测中心, 河南鹤壁 458000)

做检测 20 年了, 样品前处理一般都是按照国标或者行标来做, 但是很多时候都觉得很疑惑, 完全按照标准来做的, 为什么会出现空白值高, 回收率不合格, 精密度差等问题呢? 这二十年检测没少做, 坑也没少跳, 总结了一些避免进坑的经验分享给大家。

1 空白值高

空白值高大多是纯水、试剂或者玻璃器皿带进去的。我遇见过几个很典型的案例, 逐一介绍给大家。

1.1 空气中二氧化硫的检测空白值高

问题: HJ482-2009《环境空气 二氧化硫的测定 甲醛吸收-副玫瑰苯胺分光光度法》中空白值高, 与蒸馏水质量有关。

解决方法: 配制试剂溶液的所用的蒸馏水, 一定要用新煮沸冷却的蒸馏水, 冷却时一定要用纸或塑料纸把烧杯口盖严, 这样可赶尽水里的 SO_2 ; 冷却后的水不能放置时间过长, 否则会使空白值升高。6 组蒸馏水放置时间对试剂空白值的影响见表 1。

表 1 蒸馏水的放置时间与试剂空白值关系表

	新煮沸冷却	1 小时	2 小时	4 小时	1 天
水浴显色温度 $^{\circ}\text{C}$	15 $^{\circ}\text{C}$	15 $^{\circ}\text{C}$	15 $^{\circ}\text{C}$	15 $^{\circ}\text{C}$	15 $^{\circ}\text{C}$
水浴显色时间 min	15	15	15	15	15
空白值范围 A	0.048-0.051	0.048-0.052	0.048-0.052	0.048-0.052	0.060-0.065
空白值均值 A	0.050	0.051	0.051	0.052	0.063

1.2 水质中砷的空白值高

问题: GB7485-87《水质总砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银 分光光度法》试剂空白的吸光度高达 0.481, 与各试剂质量有关。查找试剂的过程如下表 2、表 3、表 4。

表 2 加入不同厂家的氯化亚锡的零管吸光度值

零管吸光度值

天津××氯化亚锡溶液	0.130
天津科××氯化亚锡溶液	0.120
上海国×氯化亚锡溶液	0.096

表 3 不同厂家的盐酸与硫酸的零管吸光度值

	零管吸光度值	
	3.5mL 盐酸	7mL 硫酸 (1+1)
洛阳××优级纯	0.051	0.083
开封××优级纯	0.048	0.074
西陇化工优级纯	0.028	0.061

表 4 加入不同厂家的三乙醇胺零管吸光度值

	零管吸光度值	
天津某厂三乙醇胺	0.061	
国药集团三乙醇胺	0.014	

解决方法：根据上述试验，选择吸光度值低、质量好的试剂。

1.3 空气中二氧化氮的空白值高

问题：HJ479-2009《环境空气 氮氧化物的测定 盐酸萘乙二胺分光光度法》空白值高的因素主要是以下三种试剂造成的，每样试剂只要有微小的吸光度值就能影响到总吸光度值。

表 5 查找试剂空白值高的过程

名称	查找过程	吸光度值	说明
旧冰乙酸	0.4mL 冰乙酸	0.00	冰乙酸存放时间过长，会吸入空气中二氧化氮，影响吸光度值
新打开口的冰乙酸	+9.6mL 纯水	0.00	
天津产 N—(1-萘基)乙二胺盐酸盐	称取 0.05g N—(1-萘基)乙二胺盐酸盐于	0.03	不同厂家的 N—(1-萘基)乙二胺盐酸盐二氧化氮的含量不同，另外试剂开口后要妥善保存。
		0	