

简化亚甲基蓝分光光度法测定水中硫化物

薛秀慧, 刘春花, 黄 海
(胶南市环境保护局, 山东 胶南 266400)

摘 要:对亚甲基蓝分光光度法测定水中硫化物预处理的吹气时间进行了简化实验, 并与原方法作了对照, 根据测定的精密度和加标回收率的结果, 得出可将原方法的吹气时间由 25 min 减少到 10 min, 节省时间, 并满足了测定方法规定的质量要求。

关键词:硫化物; 亚甲基蓝分光光度法; 吹气预处理

中图分类号: O657.32 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2002)06-0030-02

To Determine Sulfide in Water Using Simplified Methylene Blue Spectrophotometric Method

XUE Xiur-hui, LIU Chun-hua, HUANG Hai

(Jiaonan Environmental Protection Bureau, Jiaonan, Shandong 266400, China)

Abstract: Many tests were undertaken for aeration time in pre-treatment of sulfide determination using simplified methylene blue spectrophotometric method. This method was compared with other methods. From the accuracy and sampling recovery rate, the aeration time was reduced from 25 min to 10 min. It is time-saving, and conform to the quality demand.

Key words: Sulfide; Simplified methylene blue spectrophotometric method; Pre-treatment of aeration

1 原理

样品经酸化, 硫化物转化成硫化氢气体, 通入氮将其吹出, 吸收于 NaOH - EDTA 溶液, 在含硫酸铁铵酸性溶液中, 硫离子与对氨基二甲基苯胺反应, 生成蓝色络合物亚甲蓝, 颜色深度与水中硫离子浓度成正比。

2 主要仪器和试剂

722 分光光度计; 酸化 - 吹气 - 吸收装置, 山东省环境监测中心站改装, 见图 1; 5.0 mg/L 硫化钠标准使用液, 2 g/L 对氨基二甲基苯胺溶液, 硫酸铁铵溶液的配制见文献[1]; NaOH - EDTA 吸收液: 称取 NaOH 20 g 和 EDTA 二钠盐 0.1 g, 用水溶解后, 稀释至 1 000 mL; EDTA - 抗坏血酸 - NaOH 混合液: 称取 NaOH 4 g 和 EDTA 二钠盐 20 g, 用水溶解后稀释至 1 000 mL。临用时, 取此溶液 100 mL 加入抗坏血酸 1 g, 摇匀。

3 测定步骤

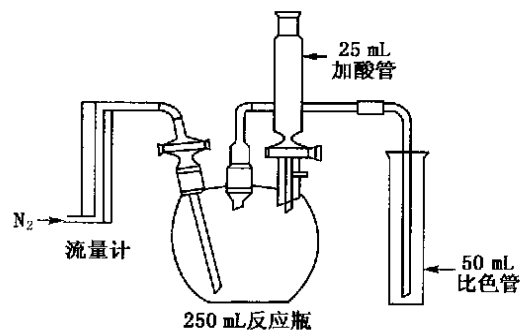


图 1 预处理装置

3.1 水样

连接酸化 - 吹气 - 吸收装置, 通入高纯氮, 检查各部位是否漏气。向吸收管 (50 mL 具塞比色管) 中加入 NaOH - EDTA 吸收液 10 mL。取水样 200 mL 于吹气反应瓶中 (S^{2-} 含量 2.5 μg ~ 25 μg), 置于 50 ~ 60 水浴内, 加入 EDTA - 抗

收稿日期: 2002 - 06 - 12; 修订日期: 2002 - 09 - 22

作者简介: 薛秀慧 (1957 -), 女, 山东青岛人, 助理工程师, 中专, 从事环境监测分析工作。

坏血酸 - NaOH 混合液 5 mL, 装好导气管和滴液漏斗, 打开气源, 在室温下以高纯氮 0.5 L/min 吹气 5 min (除去装置内空气中的氧)。向滴液漏斗中加入 7.5 mol/L 磷酸 15 mL, 旋开活塞, 待 10 mL 磷酸流入反应瓶时 (留 5 mL 封口), 迅速关闭活塞, 以高纯氮 0.5 L/min 吹气 10 min, 将导气管同吸收管取下, 关闭气源。用水冲洗导气管于吸收管中, 加水至 40 mL, 加入 2 g/L 对氨基二甲基苯胺溶液 5 mL, 迅速密塞, 缓慢倒转 1 次, 立即加入硫酸铁铵溶液 1 mL, 密塞摇匀, 于 20 ~ 25 °C 水浴中放置 10 min, 取出后用水稀释至标线, 摇匀。以水为参比, 于 665 nm 处用 10 mm 比色皿测定吸光值。

3.2 校准曲线

绘制标准曲线时, 标准点的硫化钠标准使用液不经过吹气 - 酸化 - 吸收过程。即取 7 支 50 mL 具塞比色管, 各加入 NaOH - EDTA 吸收液 10 mL, 再取 5.0 mg/L 硫化钠标准使用液 0.0 mL、0.50 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 和 5.0 mL 于各比色管中, 加水至 40 mL, 再加对氨基二甲基苯胺溶液 5 mL, 以下按照水样测定步骤进行。经空白校正后, 作线性回归分析, $y = 0.0127x - 0.0029$, $r = 0.9996$, 表明线性关系良好。

4 结果与讨论

4.1 检测限

以蒸馏水 200 mL, 吹气 10 min 作空白试验, 共测定 6 d, 每天测定平行空白样 2 份, 方法检测限以 $L = 2\sqrt{t_{(0.1,6)} S_{wb}^{[2]}}$ 计算, 为 0.004 mg/L。

4.2 精密度和加标回收率

取水样按照水样测定步骤分别在吹气时间为 5 min、8 min、10 min、15 min 和 25 min 的条件下, 进行方法精密度和加标回收试验, 结果见表 1。

表 1 方法精密度和加标回收率 ($n = 6$)

吹气时间 t/min	\bar{x} $/(\text{mg L}^{-1})$	相对标准差 $/\%$	加标回收率 $/\%$
5	0.021	3.7	86 ~ 94
8	0.021	3.7	83 ~ 94
10	0.022	2.9	92 ~ 102
15	0.022	3.5	92 ~ 98
25	0.022	2.9	92 ~ 106

加标量为 0.050 mg/L。

由表 1 结果可知, 各时间段测定的精密度都符合要求, 相对标准差均在 4% 以下。表 1 同时表明, 吹气时间 10 min ~ 25 min 之间的加标回收率稳定, 在 92% ~ 106% 之间, 其中吹气 10 min 和 25 min 的平均回收率约为 96%。可见, 吹气 10 min 的精密度和加标回收率都已达到吹气 25 min 的效果。故吹气时间可以缩短为 10 min, 但低于 10 min 效果不理想。

5 结语

按照吹气 10 min 进行测定, 绘制的校准曲线线性良好。由实际可知, 在 0.022 mg/L 和 0.072 mg/L 浓度下, 吹气 10 min 测定精密度和加标回收率就可达到 25 min 的效果。因此, 可把吹气时间由 25 min 降为 10 min 是完全可行的, 既节省时间, 减轻工作量, 又能达到测定方法规定的质量要求。

[参考文献]

- [1] 国家环保局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 第 3 版, 北京: 中国环境科学出版社, 1989. 330.
- [2] 中国环境监测总站《环境水质监测质量保证》编写组. 环境水质监测质量保证手册 [M]. 第 2 版, 北京: 化学工业出版社, 1994. 208.

本栏目责任编辑 李延嗣

· 书讯 ·

《水和废水监测分析方法(第 4 版)》即将出版

2002 年 9 月, 由国家环保总局科技司主持的《水和废水监测分析方法(第 4 版)》评议会在中国环境监测总站召开。与会专家对该书各个监测项目的监测方法进行了认真讨论, 认为该书可为全国各部门环境监测站和环科院(所)的环境质量监测、污染源监督监测、“三同时”竣工验收监测以及环境影响评价等工作提供技术依据, 同意通过评审, 正式出版。该书包括 375 个监测项目, 260 个监测方法, 新增内容在 40% 以上, 由中国环境科学出版社出版, 每册 81.60 元(含邮寄费)。订购者请与冷文宣联系。

木子

— 31 —