

监测技术 ·

测试管法现场测定水中硫化物

权 瑞¹,王静斌¹,白 莉²,李树华²,王红丽¹,郭美云¹

(1. 郑州市环境监测中心站,河南 郑州 450007; 2. 河南省科学院,河南 郑州 450002)

摘 要:研制了 1 种简便、快速,适用于现场监测水中硫化物的测试管。在酸性和有 Fe³⁺ 条件下,硫化物与对氨基二甲基苯胺反应生成亚甲蓝,颜色的深浅与硫化物含量成正比,通过与标准色阶对照得出水样中硫化物的含量。进行了测试管稳定性和标准色标稳定性试验,结果表明,在常温下测试管有效期为 2 a,标准色阶可使用 5 a。作了测试管法与分光光度法的对比测定,表明两种方法测定结果基本相同,相对误差在 10 % 以内,满足了现场监测需要。

关键词:水;S²⁻;测试管

中图分类号: O652.7

文献标识码: B

文章编号: 1006 - 2009(2003)06 - 0027 - 02

To Detect Sulfide in Water In-site with Test Tube

QUAN Rui¹, WANG Jing-bin¹, BAI Li², LI Shu-hua², WANG Hong-li¹, GUO Mei-yun¹

(1. Zhengzhou Environmental Monitoring Center, Zhengzhou, Henan 450007, China;

2. Henan Science Academy, Zhengzhou, Henan 450002, China)

Abstract: To develop a kind of test tube for fast detecting sulfide in water in - site. Under the condition of acidity and Fe³⁺, sulfide reacted with amino dimethylaniline to get methylene blue, its color had direct proportion with the amount of sulfide, so to compare with the standard colourity can get the amount of sulfide. The stability test of test tube and standard colourity were undertaken. The result indicated that the expiry of test tube was two years under common temperature, the standard colourity can be used within five years. Test was taken for comparing the method of test tube and spectrophotometry, their detecting result were almost same, relative error was within 10 %. It can be used for in - site detect.

Key words: Water; S²⁻; Test tube

水中硫化物的测定有亚甲基蓝分光光度法、离子选择电极法和碘量法等。这几种方法操作较复杂,仪器携带不便,不适宜突发性污染事故应急监测及现场督察工作的要求。今研制开发的硫化物水质快速分析测试管,运用比色分析的朗伯—比尔定律和真空工艺技术,将复杂繁琐的实验室测试方法和操作程序有机地融合在测试管中,取得了较好的结果。

1 方法原理

在酸性和 Fe³⁺ 存在条件下,水中硫离子与测试管中对氨基二甲基苯胺快速定量反应生成亚甲蓝,其颜色的深浅与水样中硫化物的含量成正比,通过与标准色阶对照,得到水样中硫化物的含量。

2 主要仪器与试剂

722 可见光分光光度计;硫化物水质快速测试管及色标;对氨基二甲基苯胺。

3 测试管与色标的研制

3.1 测试管的研制

采用对氨基二甲基苯胺作为硫化物测试管显色剂,配合其他助剂制成硫化物测试液,将该测试液定量灌入真空玻璃管中,再经减压熔封即成。

测试液中配有稳定剂,又处于真空保护状态,

收稿日期:2003 - 01 - 28;修订日期:2003 - 08 - 15

基金项目:2001 年湖南省重点科技攻关项目(0123022200)

作者简介:权 瑞(1954—),男,河南郑州人,工程师,大学,从事环境监测研究与管理工作。

减缓了测试液的分解反应速度。按照《FAO》规则，将硫化物测试管置于(54 ±2) 水浴中作热贮稳定性试验，结果表明硫化物测试管经热贮 12 d 以上仍然稳定，与未经热贮的结果一致；热贮 14 d 后稳定性稍有下降，它与未经热贮的测试结果的相对偏差在 8.3 % ~ 12.5 % 之间。由此推测，硫化物测试管在常温下贮存的有效期为 2 a。

3.2 色标的研制

经大量试验，从众多有色化合物中筛选出 1 种稳定的化合物。通过调配和处理，使其色调分别与各硫化物测定管显色后的色调相匹配，即标准色阶和对应的测定液显色后的可见光区最大吸收波长一致。将调配好的色阶液真空密封，固定在色标架上，经检验合格后即可作为标准色阶使用。

色标系列有：

0.0 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.3 mg/L、0.4 mg/L、0.6 mg/L、0.8 mg/L、1.0 mg/L 和 1.0 mg/L、2.0 mg/L、3.0 mg/L、4.0 mg/L、5.0 mg/L、6.0 mg/L、8.0 mg/L、10 mg/L 两种。

标准色阶的稳定性试验：

(1) 在 126 °C、0.14 MPa 条件下连续处理 2 h，与对照组相比，未发生任何变化。

(2) 在强烈阳光下(夏季晴天)连续暴晒 5 h × 5 d，无任何变化。

(3) 在室温下储存 2 a，吸光值未发生变化。

根据试验推测，标准色阶可使用 5 a。

4 测试方法和测试条件

4.1 测试方法

将测试管尖端插入装有待测水样的烧杯中将其折断，待水样充入测试管后取出，来回倒置几次，显色 5 min，与对应的标准色阶对照，最接近的标准色阶所对应的数值即为水样中硫化物的含量。若测试管的颜色介于两个色阶之间，则取两者的平均值。如果水样中硫化物浓度超出色标上限，需稀释后再行测定，测定结果乘以稀释倍数。

方法的检测限为 0.05 mg/L，测定范围为 0.1 mg/L ~ 10.0 mg/L。

4.2 测试条件

4.2.1 水样 pH

该方法适用于 pH < 10 的水样。

4.2.2 干扰

试验表明水中 SO_3^{2-} 、 $S_2O_3^{2-}$ > 40 mg/L 和 NO_2^- 、

$Fe(CN)_4^{2-}$ > 0.5 mg/L 时均产生干扰。

4.2.3 显色时间

经试验，水温 10 °C 时，显色 10 min 即可读数；水温在 10 ~ 30 °C 之间，显色 5 min 读数；水温 30 °C 时，显色 1 min ~ 2 min 读数。

4.2.4 重现性试验

通过试验，各批次硫化物测试管之间的差异较小。

4.2.5 对比试验

用测试管法和亚甲蓝分光光度法对自配试样和实际水样进行对比测定，结果见表 1。

表 1 测试管法与分光光度法对比测定 (n = 2)

试 样	测试管法	分光光度法	相对误差
	/(mg L ⁻¹)	/(mg L ⁻¹)	
自配样 1	<0.1	0.055	—
自配样 2	0.3	0.306	1.9
自配样 3	0.5	0.469	4.5
自配样 4	1.0	1.10	9.1
自配样 5	2.0	1.81	5.0
自配样 6	5.0	4.91	1.8
自配样 7	8.0	8.23	2.8
地表水样	0.25	0.238	5.0
地下水样	0.1	0.092	8.7
工业废水样	1.0	0.918	8.2

以分光光度法为基准。

由表 1 可见，2 种方法的对比测定结果基本相同，相对误差在 10 % 以下，能满足现场监测水样的要求。

5 结语

硫化物测试管特别适用于突发性污染事故应急监测和现场监督监测。方法检测限 0.05 mg/L，测定范围为 0.1 mg/L ~ 10.0 mg/L。方法准确度与精密度能够满足水中硫化物现场监测的要求。

该测试管主要特点：

(1) 快速，完成 1 个水样只需 10 min。

(2) 经济，仅需 1 元 ~ 2 元。

(3) 便于携带，容易操作。常规分析法一般过程复杂、操作繁琐，有的还需专门仪器，不利于现场或野外作业。该测试管整套装置小而轻便，便于携带至现场测定。即使非专业人员也可以在 5 min ~ 10 min 内学会使用。