萃取- 火焰原子吸收法测定制药废水中低含量镉的改进

孙国明[1]，吴　敏[2]

(1. 礼来苏州制药有限公司，江苏　苏州　215021；2. 苏州新区环境监测站，江苏　苏州　215011)

中图分类号：O659.31　　文献标识码：C　　文章编号：1006- 2009(2004)01- 0041- 01

应用吡咯烷二硫代氨基甲酸铵(APDC)- 甲基异丁基甲酮(MIBK)萃取药厂废水中的镉，以火焰原子吸收法测定，发现在有机相和水相分层后立即测定，与间隔一段时间后再行测定，两种测定结果有显著性差异，这对一次测定较多废水样品是十分不利的。今找出其原因所在，对方法作了适当改进。

1　试验

仪器、试剂及原子吸收仪工作条件均按文献[1]。

试验方法为文献[1]法和改进法。

改进法：吸取废水样和空白样各 100 mL，置于 150 mL 分液漏斗中，调节溶液 pH 为 5.0，加入 20 g/L APDC溶液 2 mL，加入 MIBK 溶液 10.0 mL，剧烈震摇 1 min，静止分层，将水相弃去，有机相收集于 10 mL 干燥比色管中，加盖，用文献[1]法相同工作条件进行测定，并按改进法绘制校准曲线。

2　结果与讨论

用文献[1]法和改进法对苏州制药厂同一废水样分成 15 个平行样进行萃取，分层后，分别间隔 10 min和 70 min 依次测定，结果列表 1。

表 1　废水样品 15 次平行测定镉的结果　μg/L

平行样序号	文献[1]法		改进法	
	间隔 10 min	间隔 70 min	间隔 10 min	间隔 70 min
1	11.9	9.15	12.4	11.5
2	12.1	9.18	12.2	11.3
3	11.5	9.13	12.5	11.0
4	11.7	9.10	12.6	11.2
5	11.4	9.06	12.1	11.4
6	11.3	9.03	12.3	11.5
7	11.0	8.99	12.0	11.2
8	11.2	8.95	12.4	11.0
9	10.4	8.92	12.2	10.9
10	9.97	8.81	12.0	11.1
11	9.94	8.80	11.8	10.8
12	9.90	8.76	11.6	10.6
13	9.85	8.73	11.4	10.5
14	9.80	8.69	11.2	10.3
15	9.86	8.12	11.3	10.6

由表 1 看出，文献[1]法对 15 个平行样镉的测定结果，有随着测定时间的推移出现逐次降低的趋向，从第 10 个平行样起，测定结果约低于第一个平行样的 10%，第 15 个样品则更低，约低 20%。这 15 个平行样间隔 70 min 再测定，其结果低得尤为明显。若按 10% 的偏差要求，用文献[1]法，一批最多只能测定 10 个样品。出现这种差异是由于文献[1]法在有机相与水相分层后，未能将水相弃去，这样萃取至有机相中的镉又会重新回到水相中，而且水相溶液 pH 值愈小，则回溶就愈快。鉴于镉的萃取 pH 值在 1.0~ 6.0 范围，改进法将待萃取试液的 pH 值调节至 5.0，以减慢镉的回溶速度，同时再将水相弃去，只留下有机相。试验表明，这一改进使测定结果取得了一定的稳定效果。但在间隔了 70 min 以后，依次测定的结果，仍然有所偏低，约 10%。对于大量水样的萃取测定，保田和雄[2]建议，将萃取的有机相离心 1 min，把其中细小的水珠分离出，可使稳定时间有所延长。坎特尔[3]认为，需用 3 mol/L硝酸 5 mL 再将有机相中的镉反萃取到水相里进行测定，水样才能从根本上取得长期的稳定。

改进法同样适合铅、铬的测定。

[参考文献]

[1]　国家环境保护总局《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 4 版，北京：中国环境科学出版社，2002. 326- 329.

[2]　保田和雄，郑永章．原子吸收分析实践[J]．分析通讯，1983，(3)：57- 58.

[3]　坎特尔，黄德玲．原子吸收光谱分析[M]．北京：科学技术文献出版社，1990. 50.

收稿日期：2003- 05- 26；修订日期：2004- 01- 18

作者简介：孙国明(1962—)，男，江苏苏州人，工程师，大学，从事药物研究和分析工作。

© 1994-2010 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net