

甲基绿光度法测定电镀废水中的洗涤剂

王苏勤¹, 夏一恺²

(1. 苏州市环境监测中心站, 江苏 苏州 215004; 2. 苏州新区环境监测站, 江苏 苏州 215011)

摘要: 指出了亚甲基蓝光度法测定洗涤剂的不足, 提出改用甲基绿光度法测定, 该方法快速简便, 易于操作, 相对标准差 < 5%, 加标回收率在 93% ~ 104% 之间。

关键词: 甲基绿光度法; 洗涤剂; 电镀废水

中图分类号: O657.32 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2004)03-0028-02

To Detect Detergent in Electroplating Wastewater in Methyl Green Photometry

WANG Suqin¹, XIA Yikai²

(1. Suzhou Environmental Monitoring Center, Suzhou, Jiangsu 215004, China;

2. Environmental Monitoring Station of Suzhou New District, Suzhou, Jiangsu 215011, China)

Abstract: The disadvantage of methylene blue photometry to detect detergent was discussed. It can be improved by using methyl green photometry. This method was fast and easy for operation. Relative standard deviation was less 5%, recovery rate was between 93% and 104%.

Key words: Methyl green photometry; Detergent; Electroplating wastewater

为提高电镀质量, 在电镀工艺的电镀液中常加入适量的聚氧乙烯脂肪醇醚硫酸钠一类的洗涤剂。这类洗涤剂在电镀废水中的含量较高, 常用亚甲基蓝光度法^[1]测定。该法主要是测定直链烷基苯磺酸钠(LAS)、烷基磺酸钠和脂肪醇硫酸钠, 且试剂用量大, 操作烦琐, 修订的《水和废水监测分析方法(第4版)》未选有测定水中阴离子活性剂的方法。为此, 今改用甲基绿光度法测定聚氧乙烯脂肪醇醚硫酸钠一类洗涤剂, 方法简便快速。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

UV-654 紫外可见光光度计, 上海第三分析仪器厂。甲基绿溶液: 用三氯甲烷萃取 2.5 g/L 甲基绿水溶液至三氯甲烷有机层, 无色; 1 000 mg/L 聚氧乙烯脂肪醇醚硫酸钠标准溶液, 亦可用海鸥洗涤剂配制; pH 2.5 缓冲溶液: 称取甘氨酸 7.5 g 和氯化钠 5.8 g 溶于水, 用 0.5 mol/L HCl 调节 pH 至 2.5, 稀释至 1 L; 电镀基体溶液: 按车间工艺配制, 1 L 溶液中含氨三乙酸 30 g、氯化铵 260 g、二氯化

46 g、硫脲 1.2 g、聚乙二醇 1.2 g, pH 5.8~6.2。

1.2 试验方法

准确吸取电镀废水样 5 mL, 置于 60 mL 分液漏斗中, 加水 15 mL 和缓冲溶液 10 mL, 加甲基绿溶液 5 mL, 摇匀, 加三氯甲烷 10 mL, 振摇 60 s, 放置分层, 将三氯甲烷层放入干燥的 25 mL 容量瓶中, 再向分液漏斗中加三氯甲烷 10 mL, 萃取 30 s, 分层后将三氯甲烷层并入容量瓶中, 以三氯甲烷稀释至刻度, 摇匀, 用 1 cm 比色皿在波长 615 nm 处测定吸光值, 计算洗涤剂的含量。

1.3 校准曲线

准确吸取 6 份电镀基体溶液 5 mL, 分别置于 60 mL 分液漏斗中, 加入水 15 mL, 加入 1 000 mg/L 聚氧乙烯脂肪醇醚硫酸钠标准溶液 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、0.75 mL、1.00 mL 和 1.25 mL, 以下按试验方法步骤进行, 校准曲线在 0 mg/L ~ 50 mg/L 范围内, 呈良好的线性关系。

收稿日期: 2003-04-18; 修订日期: 2004-04-15

作者简介: 王苏勤(1963-), 女, 江苏苏州人, 工程师, 大专, 从事环境监测和环境影响评价工作。

2 结果与讨论

2.1 甲基绿用量

准确加入聚氧乙烯脂肪醇醚硫酸钠洗涤剂 0.75 mg 若干份, 分别加入甲基绿溶液 1 mL、2 mL、3 mL、5 mL、10 mL 和 15 mL, 按试验方法萃取测定, 试验表明, 当加入甲基绿溶液 > 3 mL 时, 吸光值基本趋于稳定不变, 今选用 5 mL。

2.2 缓冲溶液用量

改变缓冲溶液的用量, 即分别加入缓冲溶液 5 mL、10 mL 和 15 mL, 在加入缓冲溶液 10 mL 时, 吸光值已基本不变, 今选用 10 mL。

2.3 三氯甲烷的萃取次数

亚甲蓝光度法测定水中阴离子表面活性剂, 按文献[1]应反复萃取 3 次, 郝永红等^[2]认为改用 1 次萃取的方法, 1 次的萃取率可达 95%, 经对照试验表明, 两种萃取法的测定结果之间无显著性差异。今用 2 次萃取法。

2.4 检测限

以空白溶液连续测定 11 次的 3 倍标准差计, 方法检测限为 1.1 mg/L。

2.5 精密度和加标回收率

取某工厂电镀废水测定聚氧乙烯脂肪醇醚硫酸钠洗涤剂, 结果见表 1。

表 1 电镀废水样品测定结果($n=4$)

样品号	样品含量 $\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$	相对标准 偏差/%	加标量 $\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$	测得量 $\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$	加标回 收率/%
1	14.6	3.2	15.0	28.9	93.3
2	15.8	3.6	20.0	35.1	96.5
3	13.9	4.5	10.0	24.3	104.0

由表 1 看出, 3 个废水样的聚氧乙烯脂肪醇醚硫酸钠洗涤剂的相对标准偏差 < 5%, 精密度较好, 加标回收率在 93%~104% 之间。

[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, 1998. 432.
- [2] 郝永红, 宋宁, 王继国. 阴离子洗涤剂-亚甲蓝分光光度法的改进[J]. 环境监测管理与技术, 2002, 14(5): 32.

本栏目责任编辑 李延嗣

(上接第 27 页)

3 使用方法

设备安装妥当(集样瓶的小口用乳胶管接好, 直颈口与塞子可密封), 入水后, 手柄相向靠近合拢时, 取水口与塞子分开, 水流入集样瓶, 采到所需水样后, 松开固定瓶塞的手柄, 借弹簧拉力或反向扳开手柄, 塞子即可进入集样瓶口内, 完成采样。提出水样采集器, 用止水夹夹住乳胶管, 从 X 夹松开瓶塞, 拧开固瓶螺丝, 取出直颈集样瓶, 装入箱中运回实验室供分析用。

4 特点

(1) 构造简单, 制作容易。一般玻璃器皿生产厂家或塑料生产厂家均有能力生产, 某些实验室的加工厂也能生产。

(2) 容易清洗。该设备的主要器件集样瓶开口大, 且两端开口, 取样前后清洗方便。

(3) 可拆卸, 可续接。该设备的 X 形采样夹的手持部分可以续接伸长, 适于采集深井和江河、湖库不同水层的水样; 若水体较浅, 但边坡(岸)条件不好, 可续接手柄, 加长后侧向伸入水中采样。

(4) 携带方便, 便于运送。由于可拆卸, 总体较小, 携带比较方便。同时, 集样瓶及 X 夹可拆开放入专用箱中运送。

(5) 一物多用。X 夹可用于夹取不易手取的东西; 直颈集样瓶, 不仅可作采水器, 在运回实验室后还可直接作分样器, 从下口管分取分析溶解氧(DO)等不可曝气的水样, 无须用虹吸管。

5 现行水样采集器与直颈双口卧式水样采集器的比较

现行水样采集器与直颈双口卧式水样采集器的比较见表 1。

表 1 现行水样采集器与直颈双口卧式水样采集器的比较

现行水样采集器	直颈双口卧式水样采集器 ^①
立式采样	卧式采样
单向开口	双向开口
不可续接	可拆可续接
破坏(扰动)所采	基本不破坏(扰动)所采
水体的水文状态	所采水体水文状态
专一使用	可作多用

^① 该水样采集器已申请国家专利, 专利申请号为 03263655.5。