

硫化物水样预处理方法的改进

陆劲松

(上海崇明县环境监测站, 上海 202150)

摘要:以 2% NaOH 溶液替代醋酸锌溶液为硫化物吸收液;另由体积分数 50% 的盐酸替代磷酸作酸化剂,可避免吸收瓶壁附着物生成,提高硫化物的吸收率,样品加标回收率为 92.5% ~ 100%。

关键词:硫化物; 预处理; 酸化剂

中图分类号: O657.32 **文献标识码:** C **文章编号:** 1006-2009(2007)05-0059-02

Improvement of Water Sample Pretreatment for Sulfide Determination

LU Jin-song

(Chongming County Environmental Monitoring Station, Shanghai 202150, China)

Abstract: The recovery of sulfide from the samples was from 92.5% to 100% with absorbent of 2% NaOH solution. To avoid the deposition on the bottle wall and improve the sulfide recovery, the hydrochloric acid substituted phosphoric acid as acidulant.

Key words: Sulfide; Pretreatment; Acidulant

对浊度高、色度深的废水样品,测定硫化物前需经酸化和吹气的预处理。国标方法采用醋酸锌吸收液,硫化物的吸收效率低^[1]。现用 NaOH 溶液为吸收液,重新选择酸化剂^[2-3]。

吸收硫化物后的吸收液随放置时间延长,测定值会逐渐降低。因此,吸收液不易久置,须及时比色测定,见图 1。

1 NaOH 吸收液

取质量浓度 2 mg/L 的硫化物标准溶液 5 mL 加入 100 mL 蒸馏水中制备样品。样品中加入 10 mL 体积分数 50% 的磷酸酸化剂,用 100 mL/min 的氮气吹 45 min, 10.0 mL 不同浓度的 NaOH 溶液置包氏吸收装置内,水浴温度 60℃,作硫化物吸收。同一体积分数的吸收液作 3 次平行吸收和测定。结果表明,2% NaOH 吸收液效果最好,见表 1。

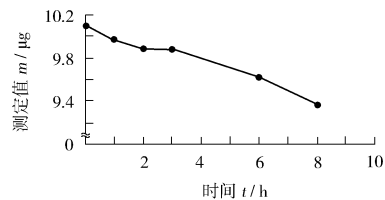


图 1 放置时间和测定值的关系

表 1 不同体积分数 NaOH 溶液的硫化物吸收情况

体积分数	测定均值 m/μg	吸收率 /%
1.0%	9.28	92.8
1.5%	9.67	96.7
2.0%	9.78	97.8
4.0%	8.89	88.9

2 酸化剂

在实际工作中以磷酸做酸化剂,吸收瓶上部的内壁会出现附着物,在吹气过程中附着物上易形成水珠,吸附 S²⁻,影响测定结果,并且附着物不易被洗净。为此,选择盐酸、硫酸和磷酸进行实验,确定适合的酸化剂^[4-6]。

以 2% NaOH 溶液 10 mL 做吸收液,硫化物加

收稿日期: 2007-05-06; 修订日期: 2007-07-20

作者简介: 陆劲松 (1982—), 男, 上海人, 大学, 技术员, 从事环境监测工作。

标量 10.0 μg,其他实验条件同上,用 10.0 mL 不同的酸作酸化剂的硫化物吸收结果见表 2。

表 2 体积分数 50%的不同酸化剂硫化物的吸收情况

种类	测定值				均值 m / μg	平均吸 收率 / %	吸收瓶 附着物
	m / μg						
磷酸	9.70	9.86	9.77	9.53	9.72	97.2	明显
硫酸	11.4	9.85	12.2	10.9	11.1	111	不明显
盐酸	9.80	10.0	10.2	9.85	9.97	99.7	不明显

用硫酸或者盐酸替代磷酸作酸化剂,吸收瓶内壁上水珠细而少,并在测试实验完成后玻璃器皿易洗净。体积分数 50%的盐酸作酸化剂不仅硫化物吹出率高,样品平行性也好。

3 样品加标回收率

以 10 mL 2% NaOH 溶液作吸收液,10mL 体积分数 50%的盐酸作为酸化剂对实际样品硫化物加标 4.0 μg 进行回收率测定,见表 3。该方法的回收率能够满足测定的要求。

4 结论

用 2% NaOH 溶液作硫化物吸收液,吸收效果好,实际样品的加标回收率为 92.5% ~ 100%,但经吸收后的吸收液不能久置,应及时比色。体积分

表 3 硫化物实际样品回收情况

样品 编号	样品硫化 物量 m / μg	实测值 m / μg	加标回收 量 m / μg	回收率 / %
1	17.2	20.9	3.7	92.5
2	17.2	21.0	3.8	95.0
3	16.9	20.8	3.9	97.5
4	16.9	20.7	3.8	95.0
5	17.2	20.9	3.7	92.5
6	17.2	21.2	4.0	100

数 50%的盐酸替代磷酸作酸化剂有助于提高硫化物吸收率。

[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]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002: 132 - 144.
- [2] 魏复盛. 水和废水检测分析方法指南 [M]. 上册. 北京: 中国环境科学出版社, 1990: 203 - 214.
- [3] 魏复盛. 水和废水检测分析方法指南 [M]. 中册. 北京: 中国环境科学出版社, 1994: 287 - 305.
- [4] 林颖. 废水中硫化物分析预处理方法的改进 [J]. 中国环境监测, 1999, 15 (5): 50.
- [5] 张效苏. 硫化物水样的稳定性研究 [J]. 中国环境监测, 1999, 15 (5): 31 - 32.
- [6] 林淑珠. 硫化物分析水样预处理方法的改进 [J]. 环境监测管理与技术, 2004, 16 (4): 36 - 37.

本栏目责任编辑 李文峻 薛光璞

欢迎订阅 2008 年《生态与农村环境学报》

全国中文核心期刊 中国期刊协会赠建全国百家期刊阅览室指定赠送期刊

国内统一刊号: CN 32 - 1766/X 邮发代号: 28 - 114 季刊 全年定价: 40.00 元

《生态与农村环境学报》系国家环境保护总局南京环境科学研究所主办、中国环境科学出版社出版的全国性学术期刊,是全国中文核心期刊,中国科技核心期刊,全国优秀环境科技期刊,中国学术期刊综合评价数据库、中国核心期刊(遴选)数据库和中国科学引文数据库等来源期刊,中国期刊协会赠建全国百家期刊阅览室指定赠送期刊,入选江苏省期刊方阵,并被 CA、CAB、BA、B D S I S、Elsevier Bibliographic Databases、A G R I S、中国农业文摘、中国生物学文摘和环境科学文摘等国内外重要刊库收录。本刊及时报道生态与农村环境保护领域的研究动态与方向、理论与方法、科研成果与进展等学术论文、研究简报、专论与综述、学术动态等,从事生态学、环境科学、农学、林学、地学、资源科学等研究、教学、生产的科技人员,相关专业的高等院校师生以及各级决策与管理人可从本刊获得有益信息。

本刊为季刊,大 16 开,96 页,每期定价 10.00 元,公开发行,国内邮发代号 28 - 114,全国各地邮局均可订阅;国外由中国国际图书贸易总公司(北京 399 信箱)负责发行,国外发行代号 5688。如漏订,可向本刊编辑部补订。

地址:江苏省南京市蒋王庙街 8 号 邮编:210042 电话:(025) 85287036, 85287052, 85287053

E - mail: ncst@chinajournal.net.cn 或 bjb@nies.org