

# 邻菲罗啉分光光度法测定海水中总铁

刘希洋

(赣榆县环境监测站, 江苏 赣榆 222100)

**摘要:** 采用邻菲罗啉分光光度法测定海水中的总铁, 方法在  $0\text{ mg/L} \sim 3.00\text{ mg/L}$  范围内线性良好, 检出限为  $0.03\text{ mg/L}$ , 相对标准偏差为  $3.0\%$ , 不同样品的加标回收率为  $95.2\% \sim 108\%$ 。

**关键词:** 铁; 邻菲罗啉分光光度法; 海水

中图分类号: O657.32

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2008)04-0049-02

大鲮鲆鱼是原产北欧的一种名贵的海洋鱼类, 近几年在我国的养殖规模不断扩大。该鱼对海水的适应性较强, 但对铁离子较敏感, 浓度过高会影响其生长与繁殖。海水中总铁的测定尚无标准方法<sup>[1]</sup>, 采用直接火焰原子吸收法易受氯离子干扰<sup>[2]</sup>, 萃取法操作复杂且受萃取率限制, 测定准确度难以控制<sup>[3]</sup>。今采用邻菲罗啉分光光度法<sup>[4]</sup>测定海水中的总铁, 方法简便准确, 效果较好。

## 1 试验

### 1.1 主要仪器与试剂

721型分光光度计, 上海第三分析仪器厂; 10 mm比色皿; 电炉。

人工海水: 准确称取  $24.8982\text{ g}$  氯化钠、 $0.6444\text{ g}$  氯化钾、 $1.4720\text{ g}$  二水合氯化钙、 $4.1126\text{ g}$  六水合氯化镁、 $6.8420\text{ g}$  六水合硫酸镁, 溶解于蒸馏水中, 定容至  $1000\text{ mL}$ , 此溶液盐度 ( $1\text{ kg}$  海水所含固体物质的总质量)<sup>[5]</sup> 为  $3.3\%$ ;  $100\text{ mg/L}$  铁标准贮备液: 准确称取  $0.7020\text{ g}$  硫酸亚铁铵溶于  $50\text{ mL}$   $50\%$  硫酸溶液后转移至  $1000\text{ mL}$  容量瓶中, 用人工海水定容;  $10.0\text{ mg/L}$  铁标准使用液: 准确移取  $10.0\text{ mL}$  铁标准贮备液于  $100\text{ mL}$  容量瓶中, 用人工海水稀释定容;  $25\%$  盐酸溶液; 饱和乙酸钠溶液;  $100\text{ g/L}$  盐酸羟胺溶液; 缓冲溶液: 称取  $40\text{ g}$  乙酸铵, 加  $50\text{ mL}$  冰乙酸, 用水稀释至  $100\text{ mL}$ ;  $5\text{ g/L}$  邻菲罗啉溶液; 刚果红试纸。

### 1.2 试验步骤

#### 1.2.1 校准曲线的绘制

分别移取铁标准使用液  $0\text{ mL}$ 、 $1.0\text{ mL}$ 、 $3.0\text{ mL}$ 、 $5.0\text{ mL}$ 、 $7.0\text{ mL}$ 、 $10.0\text{ mL}$ 、 $15.0\text{ mL}$  置于  $200\text{ mL}$  锥形瓶中, 加入人工海水至  $50.0\text{ mL}$ , 再加

$25\%$  盐酸溶液  $1\text{ mL}$ 、 $100\text{ g/L}$  盐酸羟胺溶液  $1\text{ mL}$ 、玻璃珠  $3\sim 5$  粒, 加热煮沸至溶液剩  $15\text{ mL}$  左右, 冷却至室温, 转移至  $50\text{ mL}$  比色管中 (转移过程中应防止溶液损失)。加一小片刚果红试纸, 滴加饱和乙酸钠溶液至试纸刚刚变红, 加入  $5\text{ mL}$  缓冲溶液、 $2\text{ mL}$   $5\text{ g/L}$  邻菲罗啉溶液, 加水至标线, 摇匀。显色  $15\text{ min}$  后, 用  $10\text{ mm}$  比色皿, 以人工海水为参比, 在  $510\text{ nm}$  处测量吸光值, 以经过空白校正的吸光值对质量绘制校准曲线。

#### 1.2.2 样品测定

采样后立即将样品用盐酸酸化至  $\text{pH}$  值  $< 1$ , 分析时取  $50.0\text{ mL}$  混匀水样 (浓度高时适量少取) 于  $200\text{ mL}$  锥形瓶中, 加  $25\%$  盐酸溶液  $1\text{ mL}$ 、 $100\text{ g/L}$  盐酸羟胺溶液  $1\text{ mL}$ 、玻璃珠  $3\sim 5$  粒, 加热煮沸至溶液剩  $15\text{ mL}$  左右, 确保铁全部溶解和还原。按绘制校准曲线步骤同样操作, 测量吸光值并作空白校正。

## 2 结果与讨论

### 2.1 校准曲线

按上述步骤绘制校准曲线, 方法在  $0\text{ mg/L} \sim 3.00\text{ mg/L}$  范围内线性关系良好, 回归方程为  $y = 0.00408x + 0.004$  相关系数  $r = 0.9996$

### 2.2 检出限

按照试验方法制备空白溶液, 连续测定  $20$  次, 标准偏差  $\sigma = 0.0065$ , 以  $4.6$  倍  $\sigma$  计<sup>[5]</sup>, 方法检出限为  $0.03\text{ mg/L}$ 。

### 2.3 精密度试验

收稿日期: 2007-10-16 修订日期: 2008-04-15

作者简介: 刘希洋 (1970-), 男, 江苏赣榆人, 工程师, 大专, 从事环境监测工作。

取国家环境保护总局标准样品研究所 500 mg/L 铁标准溶液, 以人工海水稀释至 1.00 mg/L 后, 连续测定 7 次, 均值为 1.01 mg/L, 相对标准偏差为 3.0%。

#### 2.4 加标回收试验

对几种不同质量浓度的标准溶液和海水样品作加标回收试验, 结果见表 1。

表 1 加标回收试验结果

样品	测定值 $m/\mu\text{g}$	加标量 $m/\mu\text{g}$	加标后测定值 $m/\mu\text{g}$	回收率 /%
标准溶液 1	19.7	25.0	43.5	95.2
标准溶液 2	45.1	50.0	98.9	108
秦山岛水样	5.10	10.0	14.9	98.0
朱蓬口水样	13.6	20.0	34.2	103
育苗厂用水	36.3	50.0	89.3	106

(上接第 26 页)

综合分析各重金属的污染系数、潜在生态风险系数和潜在生态风险指数  $RI$ ,  $Cd$  和  $As$  属于极高的潜在生态风险,  $Hg$  属于很高的潜在生态风险,  $Cu$  属于高潜在生态风险,  $Pb$  属于中等潜在生态风险,  $Cr$  和  $Zn$  属于轻微潜在生态风险。填埋场污染最严重的重金属元素是  $Cd$  和  $As$ 。由上述 7 种元素计算的  $RI$  值为 124.71, 表明该填埋场中这 7 种重金属元素造成的潜在生态危害很高。

### 3 结论

(1) 微波消解与普通消解方式相比具有优越性。

(2) 填埋场的填埋土重金属含量明显高于自然土壤的背景值,  $Cu$ ,  $Zn$ ,  $As$  分别高出背景值含量 86%、250%、300%。除  $Hg$  外均高于一级标准; 除  $As$  外, 都在三级标准的规定值内。该垃圾填埋场  $As$  是主要污染物。

(3) 生态危害指数法的评价结果表明, 该垃圾填埋场受到一定程度的重金属污染, 污染状况为:

### 3 结论

采用邻菲罗啉分光光度法测定海水中的总铁, 不受氯离子的干扰, 方法简便、稳定、可靠, 精密度与准确度均符合要求。

#### [参考文献]

- [1] 国家质量技术监督局. GB 17378.4-1998 海洋监测规范 第 4 部分 海水分析 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1999.
- [2] 《水和废水监测分析方法指南》编委会. 水和废水监测分析方法指南: 中册 [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1994: 385.
- [3] 陈代红. 有机萃取-火焰原子吸收法测定海水中总铁 [J]. 环境监测管理与技术, 2001, 13(3): 35.
- [4] 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: 368-370.
- [5] 《环境水质监测质量保证手册》编写组. 环境水质监测质量保证手册 [M]. 2 版. 北京: 化学工业出版社, 1994: 228.

本栏目责任编辑 姚朝英 薛光璞

$Cd > As > Hg > Cu > Pb > Cr > Zn$ ,  $Cd$  和  $As$  的毒性贡献较大, 存在极高的潜在生态风险。

#### [参考文献]

- [1] 蔡不忒, 陈世和. 我国城市水污染和生活垃圾控制的探索 [J]. 工业安全与防尘, 1994(4): 5-8.
- [2] 刘玉燕, 刘敏, 刘浩峰. 城市土壤重金属污染特征分析 [J]. 土壤通报, 2006, 37(1): 184-187.
- [3] 罗泽娇, 赵俊英, 靳孟贵. 武汉市某垃圾填埋场重金属对环境污染的研究 [J]. 地质科技情报, 2003, 22(3): 87-90.
- [4] 张辉, 马东升. 城市生活垃圾向土壤释放重金属研究 [J]. 环境化学, 2001, 20(1): 43-46.
- [5] HAKANSON L. An ecological risk index for aquatic pollution control: a sedimentological approach [J]. Water Research, 1980, 14(8): 975-1001.
- [6] 刘晶, 滕彦国, 崔艳芳, 等. 土壤重金属污染生态风险评价方法综述 [J]. 环境监测管理与技术, 2007, 19(3): 6-11.
- [7] 毕春娟. 长江口潮滩重金属环境生物地球化学研究 [D]. 上海: 华东师范大学, 2004: 157-159.
- [8] 郝红, 周怀东, 王剑影, 等. 漳卫南运河沉积物重金属污染及其潜在生态风险评价 [J]. 中国水利水电科学研究院学报, 2005, 3(2): 109-115.