

紫外分光光度法测定水和废水中硫化物

郁建桥, 刘建琳

(江苏省环境监测中心, 江苏 南京 210029)

摘 要: 对紫外分光光度法测定水和废水中硫化物的方法进行了研究, 试验了稳定时间、干扰物质、碱溶液浓度对测定的影响, 提出了最佳测定条件。该方法检测限为 0.04 mg/L, 相对标准差为 1.4%, 加标回收率在 91.6%~101.9% 之间。

关键词: 紫外分光光度法; 测定; 硫化物; 地表水; 废水

中图分类号: O 657.32 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2000)03-0035-02

Determination of Sulfure in Water and Waste Water by UV Spectrophotometry

YU Jian-qiao, LIU Jian-ling

(Jiangsu Provincial Environmental Monitoring Center, Nanjing, Jiangsu 210029, China)

Abstract: The detection of sulfure by UV spectrophotometry in water and waste water was discussed. On the tests of stable time, interference, concentration of basic solution, condition of detection was put forward. The detection limit was 0.04 mg/L, relative standard deviation was 1.4%, and the recovery was 91.6%~101.9%.

Key words: UV spectrophotometry; Detemination; Sulfur; Surface water; Waster water

水和废水中硫化物的测定, 目前一般采用碘量法和对氨基二甲基苯胺光度法^[1, 2]。这两个方法存在着配制试剂种类多、操作繁琐等问题。现通过硫化物在强碱性溶液中对紫外光某一波长^[3]产生的吸收与硫离子浓度在一定范围内遵守比尔定律, 提出用紫外分光光度法, 测定水和废水中的硫化物。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

7550 型紫外-可见分光光度计; 800 mg/L 硫化物标准储备液; 8.0 mg/L 硫化物标准溶液。

1.2 试验

取一定量的硫化物标准溶液或处理后的待测样品于 10 mL 比色管中, 加水至 5 mL, 加 4 mol/L NaOH 溶液 1 mL (用 0.5 mol/L NaOH 溶液作为吸收液, 处理后的样品可直接测定), 再加水至刻度, 用 1 cm 石英比色皿在波长 230 nm 处测定吸光值。

2 结果与讨论

2.1 工作曲线的绘制

用刚标定的 S^{2-} 标准储备液配成 8.0 mg/L 标准溶液, 分别吸取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于 10 mL 比色管中, 按试验方法测定各溶液的吸光值, 所得工作曲线的回归方程为 $y = 0.1655x + 0.004$, $r = 0.9998$, 表明工作曲线线性关系良好。

2.2 稳定时间

用 1.6 mg/L 的 S^{2-} 溶液作试验, 发现测定的吸光值在 1 h 内基本没有变化。

2.3 干扰物质的影响

以 1.6 mg/L S^{2-} 作试验。 CO_3^{2-} 小于 80 mg/L、 $Na_2S_2O_3$ 小于 2 mg/L、 $NaNO_2$ 小于 2 mg/L、 Na_2SO_3 小于 4 mg/L 时, 对吸光值没有太大的影响。其他可能存在的干扰物质, 用吹气法作前处理则可以完全除去。

收稿日期: 1999-08-11; 修订日期: 2000-03-15

作者简介: 郁建桥 (1966-), 男, 江苏沭阳人, 工程师, 硕士, 从事光谱分析研究工作。

2.4 NaOH 溶液浓度的影响

在 1.6 mg/L S²⁻ 溶液中加入 0.05 mol/L 至 0.50 mol/L NaOH 溶液,发现 S²⁻ 溶液吸光值基本没有变化,但考虑到在实际样品进行前处理时,NaOH 溶液的浓度对 H₂S 的吸收率存在很大的影响,因此,选择 0.50 mol/L 作为测定溶液的浓度。

2.5 样品前处理条件

测定环境水样时,必须经吹气前处理。处理装置同《水和废水监测分析方法指南》^[2] 改进后的装置。通入氮气使气泡刚好从串联吸收系统的最后一个吸收液中连续冒出,通气 40 min(室温 18 ℃)。吹出的硫化氢气体用 NaOH 溶液(0.5 mol/L) 10 mL 吸收。

2.6 加标回收试验

在 3 个地表水样中,分别加 16.0 μg 和 32.0 μg S²⁻,所得回收率在 91.6%~101.9% 之间。

2.7 精密度

以配制 1.65 mg/L S²⁻ 标样进行 9 次平行测定,标准差为 0.023。

2.8 检测限

以 0.010 吸光值对应的浓度作为方法检测限,通过计算检测限为 0.04 mg/L。

2.9 实际样品测定

取某河流水样(样 1,样 2,样 3)和某污染源水样(样 4,样 5)经吹气处理后测定,结果见表 1。

表 1 实际样品测定结果					mg/L
	样 1	样 2	样 3	样 4*	样 5*
测定值	0.24	0.26	0.34	1.72	2.90
	0.28	0.22	0.32	1.75	2.85
均值	0.26	0.24	0.33	1.74	2.88

* 样 4、样 5 用碘量法测定结果分别为 1.9 mg/L 和 2.6 mg/L,两种方法测定结果较为一致。

[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,1989. 326-332.

[2] 魏复盛. 水和废水监测分析方法指南[M]. 中册,北京:中国环境科学出版社,1994. 290-292.

[3] Lopez Molinero A, Battle R, Villareal A, et al. Sulphate determination after its reduction to hydrogen sulphide and volatile separation by molecular absorption spectrometry[J]. Talanta, 1996, 43: 1565-1572.

本栏目责任编辑 李延嗣

(上接第 28 页)

著性检验表明, $t = 11.3$, $t_{0.01} = 2.763$, $t > t_{0.01}$, 相关达到极显著水平;该结果表明,表层土壤中铅含量与蔬菜叶片中铅含量相关极其密切。

2.4 土壤中的铅含量与土壤深度的关系

各剖面不同深度土壤中铅含量的监测值见表 4。

表 4 各剖面不同深度土壤中铅含量					mg/kg
剖面	深度 d/cm				
	0~30	30~60	60~100		
A	均值	38.7	28.4	28.6	
	标准差	4.8	3.4	3.8	
B	均值	37.9	28.3	29.3	
	标准差	5.7	4.2	4.0	
C	均值	38.4	29.6	28.7	
	标准差	5.3	2.6	3.4	

由表 4 可见,铅对土壤的污染在 0 cm~30 cm 处较重,深度大于 30 cm 铅含量变化不大,表明土

壤中铅污染主要在表层。

3 结论与建议

3.1 结论

在交通干线两侧,大气中铅含量、土壤表层中铅含量和蔬菜叶片中的铅含量相关关系显著,且随大气中铅含量变化而变化。

在交通干线两侧 100 m 范围内,大气中铅含量、土壤中铅含量和蔬菜叶片中的铅含量均比较高,污染较重,称“铅污染区”;在交通干线两侧 100 m 以外,铅在大气、土壤表层、蔬菜叶片中的含量趋于稳定,称“相对清洁区”。

铅对表层土壤的污染在 0 cm~30 cm 处较重,深度大于 30 cm 铅含量变化不大,表明土壤中铅污染主要在表层。

3.2 建议

建议交通干线两侧减少蔬菜的种植,加大树木和花卉的种植,同时大力提倡无铅化汽油的使用,减少汽车尾气对大气、土壤等环境的污染。