

硫化物分析水样预处理方法的改进

林淑珠

(南平市环境监测站, 福建 南平 353000)

中图分类号: O652. 6 文献标识码: C 文章编号: 1006 - 2009(2004) 04 - 0036 - 02

在用碘量法或亚甲基蓝法测定硫化物时, 必须对水样进行预处理。目前预处理方法有沉淀分离法, 过滤-酸化-吹气法和酸化-吹气法等。后两种预处理过程比较繁琐, 且吹气速度的快慢对测定结果有较大的影响。现用氢化物发生装置, 利用锌粒与酸作用产生的氢, 将生成的硫化氢带出的方法作水样预处理, 取得了满意的效果。

1 试验

1. 1 主要仪器和试剂

氢化物发生装置, 其中 A 连接 1 个吸收管, B 连接 2 个吸收管; 乙酸锌-乙酸钠吸收液<sup>[1]</sup>; 锌粒, 10 目~ 20 目; 8 mol/L 盐酸。

1. 2 操作步骤

视水样中硫化物含量高低选择 A 或 B 氢化物发生装置。当硫化物含量  $\leq 1$  mg/L 时, 采用 A 装置; 硫化物含量  $> 1$  mg/L 时, 采用 B 装置。

取适量已加乙酸锌固定的水样, 过滤, 用蒸馏水洗沉淀物和滤纸 2 次, 用 10 g/L 氢氧化钠溶液洗 1 次, 最后再用蒸馏水洗 2 次~ 3 次。将滤纸及沉淀物小心转移至氢化物发生装置中, 用玻棒将

滤纸捣碎, 用蒸馏水冲洗玻棒, 加水至 50 mL。取乙酸锌-乙酸钠吸收液 10 mL 置干燥吸收管中, 插入导气管。于氢化物发生装置中加入锌粒 4 g, 迅速加入 8 mol/L 盐酸 10 mL, 并立即将导气管与氢化物发生装置连接(保证连接处不漏气), 室温下反应 45 min, 使硫化氢完全释出。氢化物发生装置反应完毕, 取下吸收管用温蒸馏水洗导气管, 吸收液移入比色管或碘量瓶, 用少量蒸馏水洗吸收管 2 次~ 3 次并稀释至刻度(碘量瓶则稀释至总体积为 50 mL)。采用碘量法或亚甲基蓝分光光度法测定硫化物。同时进行空白测定。

2 结果与讨论

2. 1 酸度试验

由于该改进法是利用锌粒与酸反应产生的氢将生成的硫化氢带出, 酸度的大小至关重要, 酸度不够, 水中的硫化物就不能完全分离出来。现分别采用 6 mol/L 盐酸 10 mL 和 8 mol/L 盐酸 10 mL 与 4 g 锌粒反应对硫化物质控样作预处理试验, 结果见表 1。

表 1 酸度试验 (n = 3)

| 质控样值<br>$\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$ | $\rho(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/L}$          |           | 质控样值<br>$\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$ | $\rho(\text{HCl}) = 8 \text{ mol/L}$          |           |
|--------------------------------------------------|-----------------------------------------------|-----------|--------------------------------------------------|-----------------------------------------------|-----------|
|                                                  | 测定均值 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$ | 回收率均值 / % |                                                  | 测定均值 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$ | 回收率均值 / % |
| 20. 22                                           | 17. 33                                        | 85. 7     | 20. 22                                           | 19. 71                                        | 97. 5     |
| 20. 05                                           | 17. 08                                        | 85. 2     | 20. 02                                           | 19. 13                                        | 95. 6     |
| 10. 23                                           | 8. 81                                         | 86. 1     | 10. 03                                           | 9. 89                                         | 98. 6     |

从表 1 可见用 6 mol/L 盐酸 10 mL 与锌粒反应测得硫化物质控样回收率在 86% 左右; 而用 8 mol/L 盐酸 10 mL 与锌粒反应测得的硫化物质控样回收率在 95% 以上。结果表明 8 mol/L 盐酸 10 mL 与 4 g 锌粒反应, 才能使水样中的硫化物基

本分离出来。

收稿日期: 2003 - 12 - 09; 修订日期: 2004 - 06 - 29  
作者简介: 林淑珠(1950—), 女, 福建安溪人, 工程师, 大专, 从事环境监测工作。

2.2 测定结果

配制 8 组不同质量浓度硫化物质控样, 以氢化物发生装置作预处理, 用碘量法和亚甲蓝光度法分别测定质量浓度 > 0. 4 mg/L 和 ≤ 0. 4 mg/L 质控样硫化物含量。结果见表 2。

表 2 质控样测定结果 ( n= 3)

| 质控样值                                 | 测定均值                                 | 相对标准差 | 回收率均值  |
|--------------------------------------|--------------------------------------|-------|--------|
| $\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$ | $\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$ | $/\%$ | $/\%$  |
| 36. 55                               | 36. 43                               | 2. 5  | 99. 7  |
| 19. 36                               | 19. 15                               | 3. 1  | 98. 9  |
| 8. 74                                | 8. 82                                | 2. 7  | 101. 0 |
| 2. 12                                | 2. 06                                | 2. 9  | 97. 2  |
| 0. 92                                | 0. 89                                | 2. 2  | 97. 1  |
| 0. 040                               | 0. 039                               | 3. 4  | 96. 7  |
| 0. 240                               | 0. 232                               | 2. 5  | 96. 7  |
| 0. 400                               | 0. 396                               | 2. 3  | 99. 0  |

从表 2 可见, 质控样相对标准差< 3. 5%, 精密度较好; 回收率在 96% 以上, 相对误差< 4%, 准确度好。

实验结果表明, 改进的水样预处理方法是可行的, 具有快速、简便等优点, 尤其适宜大批水样的测定。

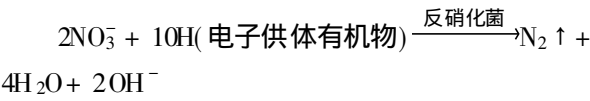
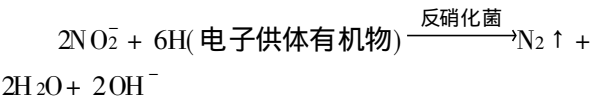
[参考文献]

[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 年. 142.

(上接第 35 页)

2 反硝化作用的判断

反硝化作用<sup>[3]</sup>



采用稀释法测 BOD<sub>5</sub>, 它与硝化干扰相反, 水样随稀释倍数的减小, BOD<sub>5</sub> 测值越小, 见表 3。

表 3 生化法出水反硝化干扰现象

| 水样              | 取样体积  | 耗氧量                                  | BOD <sub>5</sub>                     |
|-----------------|-------|--------------------------------------|--------------------------------------|
|                 | V/ mL | $\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$ | $\rho/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})$ |
| 9 <sup>#</sup>  | 250   | 2. 61                                | 10. 2                                |
|                 | 500   | 4. 02                                | 7. 94                                |
| 10 <sup>#</sup> | 250   | 1. 71                                | 6. 83                                |
|                 | 500   | 2. 01                                | 4. 02                                |
| 11 <sup>#</sup> | 200   | 1. 71                                | 8. 54                                |
|                 | 500   | 3. 22                                | 6. 43                                |

生化反应极为复杂, 其结果是随水质、微生物种类和数量、反应条件的改变而改变。若污水处理工艺造成短程硝化、反硝化存在, 利用稀释法测量 BOD<sub>5</sub> 时, 由于水样中含 NO<sub>2</sub><sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, 同时 NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 反硝化作用不完全, NO<sub>2</sub><sup>-</sup> 积聚, 而无法判断 NO<sub>2</sub><sup>-</sup> 中反硝化的量和 NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 不完全反硝化作用产生 NO<sub>2</sub><sup>-</sup>

的量值, 因此, 反硝化消耗的 BOD<sub>5</sub> 量便不可能准确算出, 导致水样的 BOD<sub>5</sub> 也就无法得出准确测量值。由于反硝化细菌是兼性异养菌, 在好氧状态下, 进行好氧生物代谢去除 BOD<sub>5</sub>。若要杀死或抑制反硝化菌, 有机物也就无法生化去除, BOD<sub>5</sub> 也就无法测量。如何消除反硝化干扰还需作进一步研究。

3 结语

(1) 稀释法测定 BOD<sub>5</sub>, 若有硝化干扰, BOD<sub>5</sub> 值有随稀释倍数的减小而增大的趋势。

(2) ATU 硝化抑制剂的最低用量要根据水质状态经试验确定, 超量不影响 BOD<sub>5</sub> 测定值。

(3) 稀释法测定 BOD<sub>5</sub>, 若存在反硝化干扰, 样品有随稀释倍数的减小而减小的趋势。

(4) 反硝化干扰的消除, 还需作进一步研究与试验。

[参考文献]

[1] 高廷耀, 顾国维. 水污染控制工程[M]. 下册, 北京: 高等教育出版社, 1999.

[2] 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. 227 - 231.

[3] 郑兴灿, 李亚新. 污水除磷脱氮技术[M]. 北京: 中国建筑工业出版社, 1998.