

提高二苯碳酰二肼试液的稳定性

王 惠, 塞纳瓦尔, 王 慧, 师雅丽, 张志贵
(克拉玛依市环境监测中心站, 新疆 克拉玛依 834000)

中图分类号: O652. 3 文献标识码: C 文章编号: 1006 - 2009(2004) 04 - 0038 - 01

用二苯碳酰二肼光度法测定水中的六价铬, 所用二苯碳酰二肼试液不够稳定, 一周后颜色变深, 便不能使用。今在其中加入一定量的乙酸或乙酸乙酯, 可稳定 3 个月。

1 实验

1. 1 主要仪器和试剂

主要仪器同文献[1]。显色剂(I): 称取二苯碳酰二肼 0. 5 g 溶于 125 mL 丙酮中, 加乙酸 100 mL, 用水稀释至 250 mL, 置于棕色瓶中, 在冰箱内可保存 3 个月; 显色剂(II): 称取二苯碳酰二肼 0. 5 g 溶于丙酮 125 mL 中, 加乙酸乙酯 100 mL, 用水稀释至 250 mL, 置于棕色瓶中, 在冰箱内可保存 3 个月; 硫酸 - 磷酸混合酸: 将 9. 2 mol/L 硫酸 200 mL 与 7. 3 mol/L 磷酸 200 mL 混合即可。

1. 2 实验步骤

1. 2. 1 校准曲线绘制

1. 2. 1. 1 文献[1] 方法

1. 2. 1. 2 方法一

取 7 支 50 mL 比色管, 分别加入 1. 0 mg/L 六价铬标准液 0. 00 mL、0. 25 mL、0. 50 mL、1. 00 mL、2. 00 mL、4. 00 mL 和 10. 0 mL, 用水稀释至 50 mL, 加硫酸 - 磷酸混合酸 1 mL, 加显色剂(I) 2 mL 密塞摇匀, 放置 10 min, 用 1 cm 比色皿, 以水作参比, 于 540 nm 波长处, 测定吸光值。

1. 2. 1. 3 方法二

用显色剂(II), 代替置色剂(I), 其他步骤同方法一。

1. 2. 2 样品的测定

同文献[1] 方法、方法一、二同其校准曲线绘制。

2 结果与讨论

2. 1 二苯碳酰二肼显色剂的稳定性

二苯碳酰二肼不稳定的主要原因是氧化作用, 其固体在空气中逐渐变成淡红色, 试剂溶液由于氧化作用(溶液比固体更容易氧化) 而渐渐变成棕色。在显色剂中加入乙酸或乙酸乙酯可增进其稳定性。对两种显色剂空白吸光值作了测定, 显色剂(I) 从配制第 1 d 起空白吸光值均为 0. 000, 到第 50 d 为 0. 001, 第 90 d 为 0. 002; 显色剂(II) 空白值一直为 0. 000, 从第 50 d 至第 90 d 为 0. 001。可见, 这两种显色剂都有很好的稳定性。

2. 2 文献[1] 方法、方法一、方法二的比较

用文献[1] 方法、方法一和方法二分别绘制校准曲线, 其回归方程分别为: $y_{\text{标}} = 0. 015 4x_{\text{标}}, r = 0. 999 9$; $y_1 = 0. 004 + 0. 015 3x_1, r = 0. 999 8$; $y_2 = 0. 001 + 0. 015 4x_2, r = 0. 999 6$ 。对国家环境保护总局标准物质研究所六价铬标准参考物质和地表水样进行了对比测定, 经统计检验表明, 方法一、方法二绘制的校准曲线的截距和斜率与文献[1] 法校准曲线的截距和斜率均无显著性差异; 3 种方法对标样测定结果均在其测定值范围内, 3 种方法对地表水样测定误差在 5% 以内。由此可见, 在显色剂内加入乙酸或乙酸乙酯是可行的, 对文献[1] 测定方法没有不良影响, 却大大地增加了二苯碳酰二肼显色剂的稳定性, 可使用 3 个月。将文献[1] 中的硫酸、磷酸配成混合酸, 1 次加入, 还简化了操作步骤。

[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. 346 - 349.

收稿日期: 2003 - 04 - 30; 修订日期: 2004 - 05 - 08

作者简介: 王 惠(1973 -), 女, 四川自贡人, 助理工程师, 大专, 从事环境监测工作。