

印染废水硫化物测定方法的改进

卜冬青, 张忠明, 夏羽兰

(姜堰市环境监测站, 江苏 姜堰 225500)

中图分类号: X 832

文献标识码: C

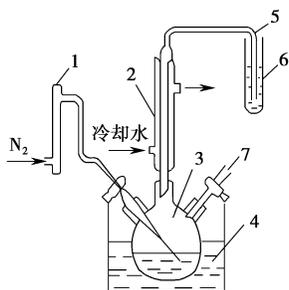
文章编号: 1006-2009(2006)02-0049-01

印染业所用染料和柔软剂种类较多, 污染物成分复杂, 工艺不尽相同, 所排废水有机物含量高、色度深、浑浊度高、干扰因素多。在测定废水中硫化物时, 常规方法是加 $Zn(Ac)_2$ 沉淀, 然后是过滤、洗涤、酸化、吹气分离, 但这些预处理不能完全消除某些物质的干扰, 为此对测定方法作些改进。

1 实验及结果

水样充满 200 mL 采样瓶, 用 1 mol/L NaOH 溶液调节水样至 pH 9, 加 50 g/L 抗坏血酸 5 mL、饱和 EDTA 0.6 mL, 再滴加饱和 $Zn(Ac)_2$ 至胶体完全产生, 常温避光, 1 d 内分析。

用中速滤纸或玻璃纤维膜过滤, 用 20 g/L NaOH 乙醇溶液洗涤沉淀 3 次, 再用碱性水 (pH ≈ 8) 洗涤 2~3 次, 将沉淀连同滤纸移至 250 mL 或 500 mL 三口烧瓶。用水稀释至约 100 mL, 在吸收管中加 20 g/L NaOH 溶液 25 mL 作为吸收液, 按图 1 吹气装置预处理。



1—气温流量计; 2—球形冷凝管; 3—三口烧瓶 (250 mL 或 500 mL); 4—恒温水浴; 5—毛细管; 6—50 mL 比色管 (内装吸收液); 7—加液阀

图 1 加冷凝管的吹气装置

开启氮气钢瓶, 以 400 mL/min 流量吹气 5 min 驱除残余空气, 关闭气源, 用加液阀加浓磷酸 10 mL,

迅速关闭加液阀。打开球形冷凝管的冷却水, 水浴温度在 80 °C 时, 以 200 mL/min 的速度连续吹气 40 min, 赶尽装置中残留的硫化氢, 关闭气源, 立即用《水和废水监测分析方法》(第四版) (简称《第四版》) 中的碘量法和亚甲蓝光度法测定硫化物。

取某印染厂总排废水样, 现场加适量 $Zn(Ac)_2$ 溶液固定, 按《第四版》预处理, 分别用碘量法和亚甲蓝光度法测定硫化物 ($n=5$), 碘量法测定结果在 2.73 mg/L ~ 2.86 mg/L 之间, 相对标准差 0.8%; 亚甲蓝光度法在 1.16 mg/L ~ 1.20 mg/L 之间, 相对标准差 0.4%。

为消除干扰, 仍取相同水样, 经过滤, 增用 20 g/L NaOH 乙醇溶液洗涤 3 次, 再用碱性水 (pH ≈ 8) 洗 2~3 次, 将沉淀连同滤纸移至三口烧瓶, 按图 1 吹气装置作酸化-吹气处理, 分别用碘量法和亚甲蓝光度法测定硫化物, 碘量法测定结果在 1.10 mg/L ~ 1.15 mg/L 之间, 相对标准偏差 0.3%; 亚甲蓝光度法则在 1.10 mg/L ~ 1.17 mg/L 之间, 相对标准偏差为 0.7%。

t 检验表明, 两种方法无显著性差异。沉淀经 20 g/L NaOH 乙醇溶液洗涤后, 有机类干扰已基本消除。废水用碘量法测定亦可获得准确的结果。

2 结论

(1) 采样时应注意先加入 NaOH 溶液, 再滴加 $Zn(Ac)_2$ 至胶体完全产生。

(2) 沉淀经 20 g/L NaOH 乙醇溶液洗涤 3 次, 可去除有机污染物。

(3) 吹气装置上方尽可能附加冷凝管, 用 20 g/L NaOH 溶液作吸收液, 并立即测定, 以提高回收率。平均回收率可达 98%。

收稿日期: 2005-11-02 修订日期: 2005-12-23

作者简介: 卜冬青 (1965-), 女, 江苏泰州人, 工程师, 大学, 从事环境监测工作。