

气相分子仪测定水中的硫化物

陈秋红¹, 施建兵¹, 藏平安²

(1. 张家港市环境监测站, 江苏 张家港 215600; 2. 上海安杰环保科技有限公司, 上海 201900)

摘 要:用气相分子吸收光谱仪测定水中的硫化物,对其工作曲线、精密度等进行了试验,表明方法简便、快捷,精密度、准确度都较好,适用于各种水质硫化物的测定。

关键词:气相分子仪; 硫化物; 水

中图分类号:X832; X830 **文献标识码:**A

Determination of Sulphide in Water by Gas - molecule absorption Spectrophotometer

CHENG Qiu-hong¹, SHI Jian-bing¹, ZANG Ping-an²

(1. Zhangjiagang Environmental Monitoring Station, Zhangjiagang, Jiangsu 215600, China;
2. Shanghai Anjie Environmental Protection Science and Technology Co., Ltd, Shanghai 201900, China)

Abstract: Sulphide in water is determined with gas - phase - molecule - absorption spectrophotometer. Test on work - curve, precision and nicety shows this determination method is satisfied, and the method is fit to determine sulphide in all kinds of water.

Key words: gas - phase - molecule - absorption spectrophotometer; sulphide; water

水中硫化物包括溶解性的硫化氢、 HS^- 、 S^{2-} , 存在于悬浮物中的可溶性硫化物, 酸可溶性金属硫化物以及未电离的有机、无机类硫化物。硫化氢易从水中逸散到空气中, 产生臭味, 且毒性大。因此, 硫化物是水体污染的一项重要指标。测定水中硫化物的方法有亚甲蓝比色法、碘量法以及离子选择电极法等。离子选择电极法测量范围较宽, 但电极易受损和老化, 目前尚难普遍应用。比色法、碘量法受到还原性物质、有机物、悬浮物和色度等影响, 须进行繁琐的预处理。而气相分子吸收法测量范围广, 操作简便。

1 实验部分

1.1 仪器

(1) AJ-2100型气相分子吸收光谱仪(含微机数据处理系统)。(2)气液分离吸收装置。

1.2 试剂

(1)醋酸铅棉花:将脱脂棉花置于10%的醋酸水溶液中,浸泡30 min后,取出晾干备用。(2)磷酸溶液(10%),过氧化氢(30%),硫化钠标准使用液(5 mg/L)。

1.3 测定原理

水中各种形态的硫化物被磷酸酸化分解,生成挥发性的硫化氢气体,用空气将其载入气相分子吸收光谱仪的测量系统,在200 nm附近测定吸光度而进行硫化物的测定。

1.4 测定步骤

(1)装置安装与准备 气液分离吸收装置(示意于图1)的净化器及收集器中放入适量醋酸铅棉,干燥管中加入固体大颗粒的高氯酸镁,定量加液器加入适量10%磷酸溶液。开机并运行应用软件,在对话框中输入各参数。将钨灯装在工作灯架上,点燃并调节灯电流,工作波长约为202.6 nm,然后调节波长、灯及吸光管位置,使光能最大,调节负高压,使光能在110~115之间,预热30 min。

(2)校准曲线绘制 在标准系列中输入5.00、10.00、15.00、20.00、25.00 μg ,输入结束后按确定,然后进入测定标准系列界面。在反应瓶中依次加入0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL硫化物

收稿日期:2006-01-04;修订日期:2006-02-20

作者简介:陈秋红(1975—),女,江苏张家港市人,助理工程师,大专,从事环境监测工作。

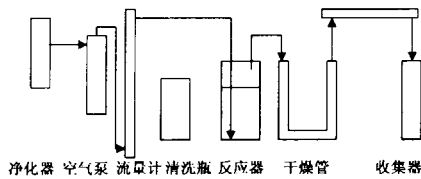


图 1 气液分离吸收装置示意

的标准使用液和水,使体积为 5 mL。在清洗瓶中加入 10 mL 水,盖上反应瓶盖,启动空气泵,以 0.6 L/min 的流量清洗管路。在反应瓶中加入 2 滴过氧化氢,从清洗瓶中提出瓶盖并关闭空气泵,密闭样品反应瓶后,用定量加液器分别加入 5 mL 10% 的磷酸,按下自动调零按钮至读数为零,再启动空气泵并按下读数按钮,依次测定标准样品,每个样品的测定时间少于 2 min,绘制标准曲线。

表 1 空白值测定结果

空白	1	2	3	4	5	6	7	8
吸光度(A)	0.000 4	0.000 4	0.000 4	0.000 5	0.000 4	0.000 5	0.000 4	5.16 × 10 ⁻⁵

2.3 精密度、加标回收率

用 81.50 ± 7.50 mg/L 的标样进行 6 次平行测试,精密度见表 2。测试结果表明,精密度较好。用高、中、低浓度的样品进行加标测定,加标回收率均在 95% 以上(表 3),加标回收率较好。

表 2 精密度测试结果

浓度 (mg · L ⁻¹)	测 次						X	S	C _v /%
	1	2	3	4	5	6			
85.6	85.4	85.8	85.4	83.8	83.6	84.9	0.969	1.14	

表 3 加标回收率

样品含量/μg	加标量/μg	回收量/μg	回收率/%	
1	18.94	5.00	4.85	97.0
2	1.96	5.00	4.86	97.2
3	2.44	5.00	4.77	95.4

2.4 干扰及消除

在磷酸介质中,NO₂⁻、SO₃²⁻、S₂O₃²⁻ 等分解物对紫外光有吸收,产生正干扰,只要加入过氧化氢,再加磷酸,即可消除 20 mg NO₂⁻、35 mg SO₃²⁻ 及 45 mg S₂O₃²⁻ 对 10 μg S²⁻ 的影响。水样中含¹ 及可产生吸收的挥发性有机物,产生正干扰,CNS⁻ 产生负干扰。为消除这些干扰,须采用碳酸锌沉淀分离,再

(3) 水样测定^[1] 将现场固定好的水样充分摇匀,根据水样含量,直接吸取不大于 5 mL 的水样于反应瓶中,按标准的测定方式进行测定。

2 结果与讨论

2.1 校准曲线

该曲线为工作曲线,每批样品测试时同时进行,曲线的斜率随着测试时的实际环境、情况会发生轻微波动,一般在 0.005 ~ 0.008 之间,截距一般在 ±0.001 之间,相关系数均在 0.999 以上。

2.2 检出限

平行测定 6 次空白样,各次空白值测定结果见表 1,斜率 *k* 取为 0.005,样品的体积为 5 mL,根据 D. L = 3 s/kV 计算得检出限为 0.006 mg/L。

加过氧化氢和磷酸进行测定。

2.5 注意事项

(1) 硫化物标准使用液的配制和标定:标定好的母液应当丢弃,使用液每次使用前需充分摇匀,低温保存,可使用 6 个月。(2) 测定硫化物所用的玻璃器具应及时洗净、专用并单独存放,尤其是吸光管、砂芯和输送管与测汞、硝酸盐氮等的分开。(3) 当空白吸光度大于 0.000 5 时,可用盐酸浸泡吸光管、砂芯和输送管,用水洗净、干燥备用。(4) 高氯酸镁的熟化:新装的高氯酸镁要先通反应气,大约测定 20 次就熟化好了,吸光度才稳定。

3 结 论

测定结果表明,气相分子仪测定水中的硫化物有良好的精密度和准确度,检出限低,线性范围较宽,检测周期短,而且由于使用了气液分离,减少了干扰,简化了样品的预处理过程,提高了测定效率,适宜于大批量一般样品的分析,对特别复杂的样品才需进行预处理。

[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 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002. 132 - 144, 263 - 268.