

气相分子吸收光谱仪在水中硫化物检测的应用

林志彬

(四会市环境保护监测站,广东 四会 526200)

摘要:将气相分子吸收光谱仪测定水中的硫化物的工作曲线、精密度等进行了实验,结果表明该实验方法简单,便捷,准确度及精密度较好,适用于多种水质硫化物的测定。

关键词:气相分子吸收光谱仪;水中硫化物;实验

中图分类号:065 **文献标识码:**B

水中硫化物包括溶解性的硫化氢等存在于悬浮物中的可溶性硫化物,硫化氢易从水中逸散到空气中产生臭味,且具毒性。因此,硫化物是水体污染的一项重要指标。测定水中硫化物的多种方法中气相分子吸收法测量范围广,操作简单,故多采用此方法进行测定。

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30min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(5mg/L)。

1.3 测定原理

水中各种形态的硫化物被磷酸酸分解,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200nm附近测定吸光度而进行硫化物的测定。

1.4 测定步骤

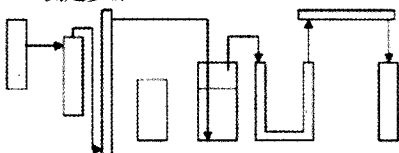


图1 气液分离吸收装置示意图

(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。将灯罩装在工作灯架上,点燃并调节灯电流,工作波长约为202.6nm,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30min。

(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、5.00mL硫化物的标准使用液和水,使体积为5mL。在清洗瓶中加入10mL水,盖上反应瓶盖,启动空气泵,以0.6L/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5mL10%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2min,绘制标准曲线。

(3)水样测定

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5mL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

表1 空白值测定结果

空白	1	2	3	4	5	6	7	8
吸光度(A)	0.0004	0.0004	0.0004	0.0005	0.0004	0.0005	0.0004	5.16 $\times 10^{-5}$

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5mL,根据 $D.L.=3s/kV$ 计算得检出限为0.006mg/L。

2.3 精密度、加标回收率

用 $81.50 \pm 7.50\text{mg/L}$ 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。

2.4 干扰及消除

在磷酸介质中, NO_2^- 、 SO_3^{2-} 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 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 20mgNO_2^- 、 35mgSO_3^{2-} 及 $45\text{mgS}_2\text{O}_3^{2-}$ 对 $10\mu\text{gS}^{2-}$ 的影响。水样中含及

表2 精密度测试结果

浓度 ($\mu\text{g/L}$)	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	0.999	1.14	

表3 加标回收率

样品含硫量 μg	加标量 μg	回收量 μg	回收率/%	
1	18.98	5.00	4.85	97.0
2	1.96	5.00	4.86	97.2
3	2.44	5.00	4.77	95.4

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0.0005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]孙威,杨广利,何滨宇,封龙.流动注射分光光度法测定水中硫化物[J].环境监测管理与技术,2005.12.25.

[2]赵保卫.荧光光度法测定水样中痕量硫化物[J].中国环境监测,2001.06.30.

以保护,严禁崩坏掘进机;风机要设专人负责管理,风筒接头要严密,不准有破口漏风现象;每次交接班后,必须对主、副风机自动倒台实验,同时风电闭锁,瓦斯电闭锁也要进行实验,确保探、揭、过煤施工中通风安全;

接近煤线或接近地质破坏带时必须由专职瓦斯检查工经常检查瓦斯,发现瓦斯增大或者其他异状时,必须停止掘进撤出人员,进行处理;

施工过程中,施工队要指定专人观山,加强

帮顶支护严防片帮;加强地质素描,发现异常停止施工,并向公司地测部门汇报;

所有参与揭煤施工人员在工作前要认真学习的揭煤作业规程和煤矿安全规程。

5 结语

(1)分析了近两年揭煤处标高位置以浅的瓦斯状况以及煤与瓦斯突出危险性,为揭煤工作提供安全保障;

(2)制定揭煤现场安全技术措施,为施工人员提供安全指导,进一步提高揭煤的安全性,同时在揭煤过程中必须严格遵守各项规定以保证

揭煤的顺利实施;

(3)为今后的揭煤工作提供经验指导。

参考文献

[1]高瓦斯矿井并筒揭煤突出危险性预测研究《能源技术与管理》,2009年4期。