

HZ-HJ-SZ-0111

水质—硫化物—间接火焰原子吸收法

1 范围

本方法适用于水和废水中硫化物的测定。

当样品基体成分较为简单(如地下水、饮用水等),可不用吹气直接采用间接法测定。由于方法实际上测定铜的浓度,而火焰原子吸收测定铜有较强抗干扰能力,故本方法无明显干扰。

当样品污染严重,不仅含有不溶性物质及影响测定的还原性物质,并且浊度高,或水样含硫极低时,应采用经改进后的吹气装置,不仅可以分离基体,消除干扰,也可起到一定的富集作用。此时,本方法也不存在基体干扰问题。

2 原理

水和废水中的硫化物,是指水体中可溶解的氢硫酸盐,硫化物及可溶性的金属硫化物,以及非离解的硫化氢。将水样酸化后转化成硫化氢。用氯气带出,被含有定量过量中铜离子吸收液吸收。分离沉淀后,通过测定上清液中剩余的铜离子,对硫进行间接定量。本方法着重对《水和废水监测分析方法》(第三版)中规定的预处理、吹气条件以及吸收、测定方法进行了改进,使地面水的吸收率由原先的50%~60%提高到97%左右;较复杂的工业废水也可达到90%以上。

铜离子与硫化氢反应如下:



在反应中加入适量的醋酸-醋酸钠缓冲溶液,以调节吸收液的酸度;加适量乙醇调节吸收液表面张力,改善吸收液中气泡的均匀性。从而可以提高该方法的回收率。

3 试剂

3.1 硫的标准贮备液:取一定量结晶硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$),按HJ-000098 (4.16),配制标准贮备液,并标定。

3.2 硫标准使用液(50~80 μg/mL):吸取一定量刚标定过的硫化钠溶液,用水稀释成50~80 μg/mL,现用现配。

3.3 氯气:纯度>99.9%。

3.4 醋酸-醋酸钠缓冲溶液:将50mL 1 mol/L NaAc与124.1mL 1 mol/L HAc混合,加二次纯水稀释至500mL,此即pH4.5缓冲溶液。

3.5 铜贮备液:取1.0000g铜丝(>99.9%)置于烧杯中,加20mL硝酸(1+1)溶解,电热板上加热至完全溶解,冷却后定容到1L。此溶液约含铜1mg/mL。

3.6 铜使用液:取铜贮备液,用水稀释成约200mg/L标准溶液,备用。

3.7 乙醇(A.R., 95%)。

3.8 磷酸(A.R.),当水样体积不超过200mL时,可用1+1磷酸。

4 仪器

4.1 吹气装置(如图1所示)。

4.2 原子吸收分光光度计。

4.3 铜单元素空心阴极灯。

4.4 离心机。

4.5 容量瓶。

4.6 离心管10~15mL均可。

原子吸收分光光度计的工作条件,可根据不同型号的仪器自行设置使用。

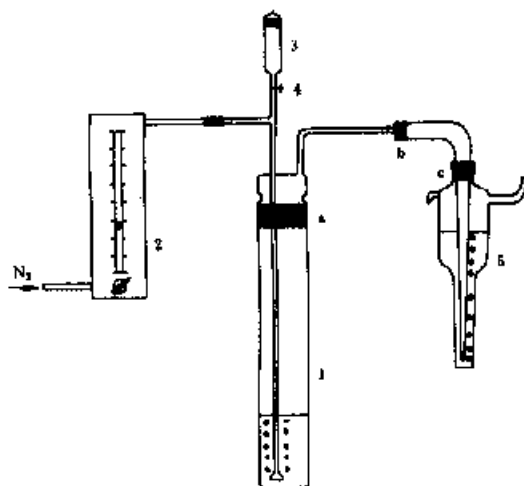


图1 硫化物测定的吹气装置

1——反应瓶，装水样用；2——流量计；3——加酸漏斗；4——阀门；5——吸收管；
a、b、c三处均为磨口玻璃连接

5 操作步骤

5.1 校准曲线的绘制

- (1) 按图装好吹气、吸收装置。
- (2) 向锥形瓶中加入约200mL蒸馏水，5只吸收管中分别加入3.0mL铜使用液、4mL pH4.5的醋酸-醋酸钠缓冲溶液、3mL95%乙醇溶液，摇匀备用。
- (3) 开启钢瓶，吹气5min，除去反应装置中的空气，停止吹气。
- (4) 分别取0、1.0、2.0、3.0、4.0mL的硫化钠标准使用液(每毫升含硫50~80μg)于反应锥形瓶中。
- (5) 自加液管中加10mL磷酸，迅速关闭加液阀。打开氮气开关，调节流量为50mL/min。轻轻摇动反应瓶，使酸液与样品混匀。连续吹气40min。
- (6) 关载气。用蒸馏水冲洗吸收管的毛细管内、外壁，取出吹气管。
- (7) 将吸收管内吸收液转移至50mL容量瓶中，并充分洗涤吸收管内壁，定容，摇匀。
- (8) 取上述溶液部分，加入干的离心管中，以2000r/min离心分离3~5min。
- (9) 测定上清液中的铜含量。在坐标纸上绘制Cu的吸光度-硫浓度曲线。

5.2 样品分析

按图安装好吹气吸收装置，取一定体积水样(已加入固定剂，参见HJ-000098)加到反应瓶中，用无二氧化碳水加至200mL左右，打开载气，按校准曲线的测定步骤(5)~(9)进行操作。在坐标纸上查出相应的浓度。

5 结果计算：

$$C_{\text{硫化物}}(\text{mg/L}) = \text{测得硫量}(\mu\text{g}) / \text{水样体积}(\text{mL})$$

6 精密度和准确度

6个实验室测定含S = 66.5 ± 1.5mg/L的统一样品，测得平均值为66.0mg/L，室内相对标准偏差为3.6%；室间相对标准偏差为3.8%。

注意事项：

- (1) 在向反应瓶中加入样品时，应注意避免样品沾在磨口处。若不慎沾上，应用水冲洗进反应瓶中。
- (2) 装置使用前应注意检漏。
- (3) 加酸后振摇时，应进行平摇，避免动作过大，引起断裂。
- (4) 由于吹气管与吸收液接触，内外管都要进行清洗，转移入容量瓶定容。

7 参考文献

魏复盛等编著, 水和废水监测分析方法指南 (中册), pp. 458~461, 中国环境科学出版社, 北京, 1997。