

监测与评价

水和废水中阴离子表面活性剂测定的影响因素

赵根成, 贾劲松, 欧阳彬

(长沙环境保护职业技术学院, 湖南 长沙 410004)

摘要:亚甲蓝分光光度法测定水和废水中阴离子表面活性剂时受到多种因素的影响。分别从 pH、显色剂用量、破乳剂用量、萃取次数、干扰物质等方面进行了条件实验, 得到了最佳实验条件, 以保证阴离子表面活性剂测定结果的准确性。

关键词:亚甲蓝分光光度法; 阴离子表面活性剂; 影响因素

中图分类号: X820.2

文献标识码: A

文章编号: 1006-8759(2014)04-0062-03

FACTORS AFFECTING THE DETERMINATION RESULTS OF ANIONIC SURFACTANTS IN WATER AND WASTEWATER

ZHAO Gen-cheng, JIA Jin-song, OU Yang-bin

(Changsha Environmental Protection College, Changsha, Hunan 410004)

Abstract: Determination results of anionic surfactants in water and waste water by methylene blue spectrophotometric method were affected by several factors. Experiments were taken Separately from the pH, chromogenic dosage, demulsifier dosage, extraction times, interfering substances and other aspects, in order to find out the optimal experimental conditions, and ensure the accuracy of the determination of the anionic surfactant.

Key Words: methylene blue spectrophotometric method; anionic surfactants; factors

阴离子表面活性剂主要指直链烷基苯磺酸钠和烷基磺酸钠类物质, 进入水体后会在其它微粒表面聚集, 产生泡沫或发生乳化, 使水中氧气的交换能力降低, 从而导致水质恶化^[1]。我国环境质量和污染物排放标准对其有严格的要求, 如《地表水环境质量标准》(GB3838-2002) 中 III 类标准规定阴离子表面活性剂的浓度限值为 0.2 mg/L^[2], 《地下水环境质量标准》(GB/T14848-1993) 中 III 类标准规定阴离子表面活性剂的浓度限值为 0.3 mg/L^[3], 《污水综合排放标准》(GB8978-1996) 表 4 的一级排放标准规定阴离子表面活性剂的最高允许排放浓度限值为 5.0 mg/L^[4]。

阴离子表面活性剂的测定方法有亚甲蓝分光光度法、液相色谱法^[5]、共振光散射法^[6]、流动注射

法^[7]、荧光光度法^[8]和滴定法等^[9]。其中亚甲蓝分光光度法是水和废水中阴离子表面活性剂测定普遍使用的方法, 但该方法操作过程较为繁琐、影响因素较多, 测定结果往往不理想。以下分别就 pH、显色剂用量、破乳剂用量、萃取次数、干扰物质等影响因素进行分析, 优化实验条件, 以保证测定结果的准确性。

1 pH 的影响

以含直链烷基苯磺酸钠 1.00 μg/ml 的标准溶液作为研究对象, 用 3% 硫酸调节 pH, 得到不同 pH 条件下样品的吸光度, 如图 1 所示。从图 1 可知, pH 为 8.0~10.4 时, 显色效果最佳。

2 显色剂用量的影响

以含直链烷基苯磺酸钠 1.00 μg/ml 的标准溶

液作为研究对象,显色操作时分别加入 5、10、15、20、25、30 ml 显色剂,得到不同显色剂用量条件下样品的吸光度,如图2所示。从图2可知,当加入 20 ml 显色剂时,溶液对应的吸光度达到最大值,表明显色反应以充分发生;再加入更多显色剂,吸光度有下降趋势,应为显色完全后的稀释作用所致。因此,在本实验条件下,最佳显色剂用量为 20 ml。

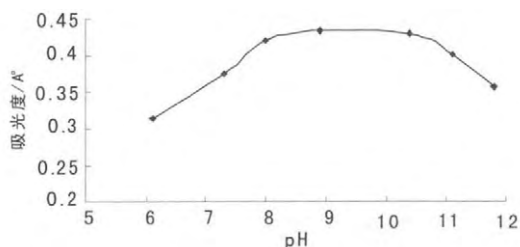


图1 样品溶液pH值对显色效果的影响

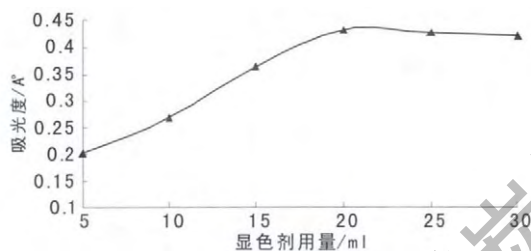


图2 显色剂用量对显色效果的影响

3 破乳剂用量的影响

在样品萃取操作过程中,由于需加入三氯甲烷充分振摇,容易发生乳化现象,此时可以加入适量的破乳剂异丙醇。为了确定异丙醇的最佳用量,以含直链烷基苯磺酸钠 1.00 $\mu\text{g/ml}$ 的标准溶液作为研究对象,显色操作时分别加入 0、2、4、6、8、10 ml 破乳剂,得到不同破乳剂用量条件下样品的吸光度,如图3所示。从图3可知,当加入 4 ml 破乳剂以后,溶液吸光度值保持稳定。因此,在本实验条件下,最佳破乳剂用量为 4 ml。

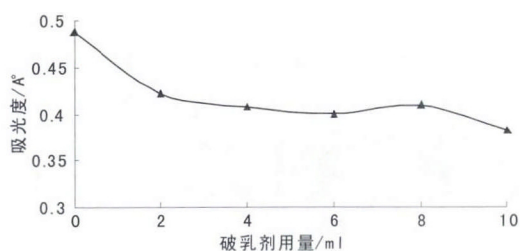


图3 破乳剂用量对显色效果的影响

4 萃取次数的影响

分别以现场采集的地表水和生活污水样品为研究对象,显色操作后分别用 15 ml 三氯甲烷进

行 1 次、2 次、3 次萃取, 每批样品平行测定 3 次, 通过加标回收率考察不同萃取次数对测定结果的影响, 实验结果见表 1。

表 1 萃取次数对测定结果的影响

样品类型	萃取次数	样品测定值/ $(\mu\text{g/ml})$			加标样测定值/ $(\mu\text{g/ml})$			加标量/ μg	加标回收率/%
地表水	1	0.072	0.080	0.069	0.114	0.116	0.116	5.0	93.3
	2	0.078	0.075	0.075	0.121	0.119	0.117	5.0	94.4
	3	0.073	0.077	0.076	0.123	0.127	0.127	5.0	100.2
生活污水	1	1.14	1.20	1.15	1.44	1.49	1.48	50.0	88.2
	2	1.27	1.29	1.36	1.70	1.74	1.75	50.0	96.0
	3	1.19	1.22	1.14	1.67	1.62	1.60	50.0	96.8

根据阴离子表面活性剂监测质量控制要求, 当阴离子表面活性剂含量小于 0.2 $\mu\text{g/ml}$ 时, 加标回收率应为 80%~120%; 当阴离子表面活性剂含量大于 0.5 $\mu\text{g/ml}$ 时, 加标回收率应为 85%~110%^[10]。由表 1 可知, 对于低浓度的地表水来说, 由于亚甲蓝表面活性物在三氯甲烷和水中的分配系数较高, 萃取次数对测定结果无显著影响, 一次萃取即可满足监测质量要求。对于较高浓度的生活污水来说, 萃取次数越多, 加标回收率相应提高, 从测定结果的准确性的角度考虑, 样品显色后应经 3 次萃取为宜。

5 干扰物质的影响

亚甲蓝分光光度法选择性较差, 有机硫酸盐、磺酸盐、羟酸盐、酚类以及无机硫氰酸盐、硝酸盐和氯化物等物质能与亚甲蓝反应, 生成可溶于三氯甲烷的蓝色络合物, 使阴离子表面活性剂测定结果偏高^[10]。本实验选取硝酸盐和氯化物等常见污染物指标进行抗干扰实验, 分别在含直链烷基苯磺酸钠 1.00 $\mu\text{g/ml}$ 的标准溶液中加入一定量的硝酸盐和氯化物, 用 100 ml 5% 的磷酸二氢钠溶液对萃取液进行反洗, 通过相对误差考察反洗效果, 实验结果见表 2。

表 2 反洗后的测定结果

干扰物质	测定值/ $(\mu\text{g/ml})$			相对误差/%
100 $\mu\text{g/ml}$ 硝酸盐	0.99	1.06	1.07	4.18
200 $\mu\text{g/ml}$ 氯化物	1.04	1.05	1.02	3.50

从表 2 可知, 即使样品溶液中硝酸盐 100 $\mu\text{g/ml}$ 或氯化物 200 $\mu\text{g/ml}$, 通过磷酸二氢钠溶液反洗后能有效消除其干扰。

6 结论

通过以上分析,可以发现亚甲蓝分光光度法测定阴离子表面活性剂的影响因素有 pH、显色剂用量、破乳剂用量、萃取次数、干扰物质等方面,只有从这几方面严格进行控制,才能准确测定出阴离子表面活性剂的浓度。

(1)用 3%硫酸调节 pH 时,控制样品溶液 pH 为 8.0-10.4,以保证显色效果。

(2)对于含直链烷基苯磺酸钠 1.00 μg/ml 左右的样品溶液,最佳显色剂用量为 20 ml,最佳破乳剂用量为 4 ml。

(3)对于低浓度的地表水,一次萃取即可满足监测质量要求。对于较高浓度的生活污水,样品显色后应经 3 次萃取为宜。但萃取次数太多,易挥发的有机试剂三氯甲烷消耗量成倍增大,既不利于操作人员身体健康,又将增加实验成本。建议在通过预备实验验证 1 次萃取是否能达到监测分析质量要求,如果可行,则只进行 1 次萃取。

(4)利用 5%的磷酸二氢钠溶液反洗,能有效

消除样品溶液中硝酸盐和氯化物的干扰。

参考文献

[1] 袁菊,高师昀,曾广铭,等.亚甲蓝分光光度法测定水中阴离子表面活性剂方法的探讨[J].三峡环境与生态,2011,33(5):43-46.

[2] GB3838-2002,地表水环境质量标准[S].

[3] GB/T14848-1993,地下水环境质量标准[S].

[4] GB8978-1996,污水综合排放标准[S].

[5] 韩晓嫣,邵志刚.高效液相色谱法测定废水中阴离子表面活性剂[J].净水技术,2006,25(3):71-73.

[6] 陈展光,谢非,蒋文艳,等.共振光散射技术测定地表水中阴离子表面活性剂[J].中国环境监测,2009,25(4):35-37.

[7] 赵萍,陈金辉,肖靖泽.在线微孔膜双萃取-流动注射光度法测定水中阴离子表面活性剂的研究[J].分析化学仪器装置与实验技术,2009,37(12):1853-1856.

[8] 谢志海,郎惠云,王昕,等.离子缔合物-萃取荧光光度法测定水中阴离子表面活性剂[J].分析试验室,2001,20(5):47-48.

[9] 高振伟.同步返滴定法测定阴离子表面活性剂的探讨[J].分析试验室,2009,28:202-205.

[10] 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(第四版增补版)[M].北京:中国环境科学出版社,2002:82-84.

(上接第 51 页)

4 结语

(1)采用 ABFT 工艺处理江苏昆山某印刷电路板废水,出水水质达到《电镀污染物排放标准》(GB21900-2008)表 3 及《太湖地区城镇污水处理厂及重点工业行业主要水污染物排放限值》(DB32/T1072-2007)表 3 排放要求,并且部分回用生产及生活用水。

(2)ABFT 工艺较传统脱氮技术具有占地面积小、处理效率高、流程简单等优点,同时运行稳定、具备较强的抗负荷冲击能力。

参考文献

[1] 游震中,魏江洲,丁扣林.印制板废水处理工艺简析[J].印制电路信息,2003(3):52-54.

[2] 王进和,曾苏.生物流化床水處理基本特性研究[J].中国环境科学,1997,17(4):290-295.

《能源环境保护》刊物

欢迎订阅、投稿、刊登广告