

· 监测技术 ·

甲基紫光度法测定水中十二烷基磺酸钠

冯泳兰, 陈素林

(衡阳师范学院化学与材料科学系, 湖南 衡阳 421008)

摘 要:在氢氧化钠介质中, 基于甲基紫与十二烷基磺酸钠的显色反应, 建立了甲基紫光度法测定水中十二烷基磺酸钠的方法, 确定了最佳试验条件, 试验了共存离子的影响。方法在 0 mg/L ~ 48 mg/L 范围内线性关系良好, 检出限为 0.190 mg/L, 应用于模拟水样和环境水样中十二烷基磺酸钠的测定, 结果与国标方法亚甲蓝法相吻合。

关键词:十二烷基磺酸钠; 甲基紫; 分光光度法; 水质

中图分类号: O657.32 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2008)02-0028-02

Determination of Sodium Dodecyl Sulfonate in Surface Water by Spectrophotometry with Methyl Violet

FENG Yong-lan, CHEN Su-lin

(Department of Chemistry and Materials Science, Hengyang Normal University, Hengyang, Hunan 421008, China)

Abstract: Based on color reaction of methyl violet and sodium dodecylsulfonate in the sodium hydroxide solution, the method was established for determination of sodium dodecylsulfonate in the water. The best test condition was confirmed and the coexistence ion influence was tested. The calibration curve was good linear in the range of 0 mg/L ~ 48 mg/L and limit of detection was 0.190 mg/L. The results of sodium dodecylsulfonate determination in the simulation water samples and the environment water samples equaled to that of GB methylene blue.

Key words: Sodium dodecyl sulfonate; Methyl violet; Spectrophotometry; Water quality

十二烷基磺酸钠 (DOSO_3Na) 是阴离子表面活性剂, 作为乳化剂、发泡剂、分散剂、降粘剂、驱油剂、均染剂、脱脂剂、泡沫浮选剂和金属清洗剂等, 广泛应用于石油工业, 塑料、橡胶、皮革工业, 造纸、印刷工业, 纺织印染工业, 采砂业, 金属加工业及农药、化肥^[1]等。由于使用广泛^[2], 含有十二烷基磺酸钠的工业废水和生活废水大量排入水体, 直接危害水生环境。阴离子表面活性剂进入水中, 其分子聚集会产生乳化、泡沫及悬浮等现象而影响水质, 因而研究水中微量十二烷基磺酸钠的测定方法成为环保分析工作者的热门课题^[3-7]。光度法因操作简便、快速、灵敏度高等特点, 常应用于水中微量物质的分析^[8-9]。今采用甲基紫 (MV) 光度法直接测定水中微量十二烷基磺酸钠, 与国标方法亚甲蓝法^[10]的测定结果相吻合。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

UV-2501PC 型紫外-可见分光光度计, 日本 SHIMADZU 公司; 7230 型分光光度计, 厦门分析仪器厂; SH-2601 型酸度计, 上海大普仪器厂; AE200 型电子天平, 梅特勒-托利多有限公司。

500 mg/L 十二烷基磺酸钠标准溶液: 准确称取 0.2500 g 分析纯十二烷基磺酸钠于 200 mL 烧杯中, 加入 25 mL 蒸馏水, 稍加热溶解, 冷却后定容于 500 mL 容量瓶中; 500 mg/L 甲基紫溶液: 用蒸馏水配制; 0.10 mol/L 氢氧化钠溶液。

1.2 试验方法

收稿日期: 2007-07-16; 修订日期: 2007-12-25

基金项目: 湖南省自然科学基金资助项目 (06JJ2015)

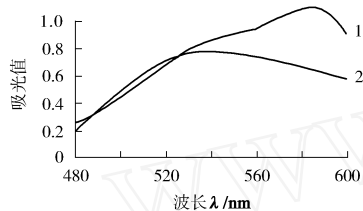
作者简介: 冯泳兰 (1958—), 女, 湖南长沙人, 教授, 本科, 从事分析化学教学与光谱分析研究。

于 25 mL 容量瓶中,依次加入 1.4 mL 500 mg/L 甲基紫溶液、适量十二烷基磺酸钠溶液、6.0 mL 0.10 mol/L 氢氧化钠溶液,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀,显色 30 min 后,用 1 cm 吸收池,在 540 nm 波长处,以相应试剂参比,测定显色溶液吸光值。

2 结果与讨论

2.1 吸收曲线

吸收光谱见图 1。在选定的试验条件下,显色试剂以水为参比,最大吸收波长为 580 nm;显色配合物以试剂为参比,最大吸收波长为 540 nm,吸收光谱紫移。



1——试剂空白(水参比); 2——配合物(试剂参比)。

图 1 吸收光谱

2.2 酸度对显色反应的影响

分别选用盐酸、氨基乙酸、邻苯二甲酸氢钾、混合磷酸盐、硼砂、氢氧化钠、硼砂-氢氧化钠等为显色酸度介质,考察对甲基紫与十二烷基磺酸钠显色反应的影响,结果表明, pH 值控制为 11~12,且选用氢氧化钠为显色碱性介质时试验效果最佳。该试验选择加入 0.10 mol/L 氢氧化钠溶液 6.0 mL。

2.3 显色剂体积的影响

在 25 mL 容量瓶中,分别加入 1.0 mL~2.0 mL 不同体积的 500 mg/L 甲基紫显色试剂,测定显色配合物的吸光值。结果表明,随着甲基紫显色剂体积的增加,显色体系的吸光值增大;当显色剂体积为 1.36 mL~1.42 mL 时,显色体系的吸光值恒定;显色剂体积继续增加,显色体系的吸光值下降。该试验选择加入 500 mg/L 甲基紫溶液 1.4 mL。

2.4 试剂加入顺序对显色反应的影响

按下列 6 种顺序加入试剂: $\text{DO SO}_3\text{Na} \rightarrow \text{MV} \rightarrow \text{NaOH}$ 、 $\text{DO SO}_3\text{Na} \rightarrow \text{NaOH} \rightarrow \text{MV}$ 、 $\text{MV} \rightarrow \text{DO SO}_3\text{Na} \rightarrow \text{NaOH}$ 、 $\text{MV} \rightarrow \text{NaOH} \rightarrow \text{DO SO}_3\text{Na}$ 、 $\text{NaOH} \rightarrow \text{MV} \rightarrow \text{DO SO}_3\text{Na}$ 、 $\text{NaOH} \rightarrow \text{DO SO}_3\text{Na} \rightarrow \text{MV}$,在 540 nm 波长

处,以相应试剂为参比,测定显色配合物的吸光值分别为 0.577、0.748、0.767、0.259、0.260、0.441。由此可知,试剂加入顺序对显色反应的影响很大,以 $\text{MV} \rightarrow \text{DO SO}_3\text{Na} \rightarrow \text{NaOH}$ 顺序加入试剂效果最佳。

2.5 显色反应稳定性

按试验方法研究甲基紫与十二烷基磺酸钠显色反应的稳定性,结果表明,随着显色时间的增加,显色反应的吸光值增大;显色 30 min 后,吸光值趋于恒定;显色 65 min 后,吸光值略下降;显色 80 min 后,吸光值趋于缓慢下降。该试验选择显色 30 min 后测定显色配合物的吸光值。

2.6 配合物组成

用摩尔比法测定甲基紫与十二烷基磺酸钠配合物的组成为: $n(\text{MV}) : n(\text{DO SO}_3\text{Na}) = 1 : 2$ 。

2.7 工作曲线与检出限

配制 0 mg/L~48 mg/L 十二烷基磺酸钠标准溶液系列,按试验方法测定,绘制工作曲线,回归方程为: $A = 0.0210\rho - 0.0060$, $r = 0.998$,表观摩尔吸光系数为 $1.43 \times 10^4 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ 。用该方法测定空白溶液 11 次,以 3 倍标准偏差确定检出限为 0.190 mg/L。

2.8 共存离子的影响

在上述试验条件下,于 25 mL 容量瓶中加入 2.5 mL 500 mg/L 十二烷基磺酸钠溶液,测定显色配合物的吸光值。当允许相对误差 $< \pm 5\%$ 时,常见共存离子的允许质量 (μg) 分别为: K^+ (96 250)、 Na^+ (24 650)、 Ca^{2+} (2 080)、 Mg^{2+} (1 060)、 Zn^{2+} (270)、 PO_4^{3-} (250)、 CO_3^{2-} (320)、 SO_4^{2-} (650)、EDTA (3 850)。显色体系中若加入 1 mg EDTA,则常见离子最大允许质量 (μg) 分别为: Cu^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Mn^{2+} (700)、 Pb^{2+} (480)、 Cd^{2+} (270)、 Hg^{2+} (180)。非离子表面活性剂对显色反应无影响,阳离子表面活性剂对显色反应会产生干扰。

2.9 水样测定

2.9.1 模拟水样测定

在 100 mL 烧杯中加入 5.0 mL 500 mg/L 十二烷基磺酸钠溶液、10 mg EDTA,以及允许质量的常见离子,用自来水定容至 100 mL 容量瓶中,配制模拟水样。按试验方法,分别取 5.0 mL、10.0 mL 测定,结果见表 1。

(下转第 59 页)

[参考文献]

[1] 中华人民共和国地质矿产部. GB/T 14848 - 93 地下水质量标准 [S]. 北京:中国标准出版社, 1992.

[2] 国家环境保护总局,国家质量监督检验检疫总局. GB 3838 - 2002 地表水环境质量标准 [S]. 北京:中国标准出版社, 2002.

[3] USEPA. Microbial laboratory guidance manual for the final long term 2 enhanced surface water treatment rule [S/OL]. Office of water (4601 M), EPA 815 - R 06 - 006, 2006. [2008 - 01 - 03] <http://www.epa.gov/safewater/disinfection/lt2/pdfs/guide>

- lt2 - microbialguidancemanual.pdf

[4] 国家环境保护总局,国家技术监督局. GBJ 48 - 83 医院污水排放标准 [S]. 北京:中国标准出版社, 1982.

[5] 国家环境保护总局,国家技术监督局. GB 11607 - 89 渔业水质标准 [S]. 北京:中国标准出版社, 1988.

[6] 国家环境保护总局,国家技术监督局. GB 3097 - 1997 海水水质标准 [S]. 北京:中国标准出版社, 1996.

[7] 赵凌宇. 粪大肠菌群快速测定 [J]. 环境监测管理与技术, 2007, 19 (4): 18 - 20.

本栏目责任编辑 李文峻 薛光璞

(上接第 29 页)

2.9.2 环境水样测定

采集生活废水样品,为了防止高温造成水样中物质分解,控制 50℃ 水浴浓缩,用稀氢氧化钠溶液调节 pH 值为 8,过滤后分别采用该方法和国标方法亚甲蓝法^[10]测定,结果见表 2。

表 1 模拟水样测定结果 (n = 6)

取样体积 V/mL		测定值 m /mg					测定均值 m /mg	RSD /%	理论值 m /mg
5.0	0.119	0.120	0.121	0.120	0.124	0.122	0.121	1.4	0.125
	0.120	0.121	0.122	0.123	0.124	0.125	0.123	1.4	0.125
	0.121	0.122	0.123	0.124	0.125	0.126	0.124	1.4	0.125
10.0	0.243	0.238	0.241	0.240	0.243	0.242	0.241	0.8	0.250
	0.244	0.239	0.242	0.241	0.244	0.243	0.242	0.8	0.250
	0.245	0.240	0.243	0.242	0.245	0.244	0.243	0.8	0.250

表 2 环境水样测定结果 (n = 6)

样品号		该方法测定值 ρ/(mg · L ⁻¹)					测定均值 ρ/(mg · L ⁻¹)	RSD /%	亚甲蓝法测定值 ρ/(mg · L ⁻¹)
1	1.92	1.85	1.90	1.89	1.83	1.87	1.88	1.8	1.81
	1.93	1.86	1.91	1.90	1.84	1.88	1.89	1.8	1.82
	1.94	1.87	1.92	1.91	1.85	1.89	1.90	1.8	1.83
2	2.53	2.47	2.41	2.50	2.49	2.45	2.48	1.7	2.40
	2.54	2.48	2.42	2.51	2.50	2.46	2.49	1.7	2.41
	2.55	2.49	2.43	2.52	2.51	2.47	2.50	1.7	2.42

3 结论

采用甲基紫光度法测定环境水样中十二烷基磺酸钠,操作简单,方法选择性好,准确度和精密度均符合要求。将该方法与国标方法亚甲蓝法对比,测定结果吻合,验证了方法的可靠性。该方法不需要有机溶剂萃取,操作简单、快速,减少了有机物带来的二次污染,适用于环境监测工作。

[参考文献]

[1] 刘程. 表面活性剂应用手册 [M]. 北京:化学工业出版社, 1992.

[2] 张卫丽,李淑英. 表面活性剂的应用和发展 [J]. 全面腐蚀控制, 2005 (6): 123 - 124.

[3] 孙亚志,葛凤,刘兰. 地表水中阴离子表面活性剂测定方法的改进 [J]. 甘肃环境研究与监测, 2003, 16 (2): 151 - 152.

[4] 张威,杨胜科. 废水中阴离子表面活性剂十二烷基磺酸钠的测定 [J]. 地球科学与环境学报, 2004, 26 (2): 92 - 94.

[5] 澹台继康. 地表水中阴离子表面活性剂测定方法的优化研究 [J]. 环境科学与技术, 2005, 28 (增刊): 153 - 155.

[6] 覃建民,王小杰,杨雪峰,等. 亚甲蓝分光光度法测定生活饮用水中阴离子表面活性剂探究 [J]. 中国卫生检验杂志, 2006, 16 (10): 1185 - 1186.

[7] 秦宗会. 乙基曙红 - 溴化十六烷基吡啶光度法测定水样中阴离子表面活性剂 [J]. 应用化学, 2007, 24 (3): 345 - 348.

[8] 唐清华,王玉宝,陈玉静. 靛红褪色光度法测定废水中苯酚 [J]. 环境监测管理与技术, 2006, 18 (5): 25 - 26, 34.

[9] 王庆霞,苏苓. 孔雀绿体系流动注射光度法测定水中正磷酸盐 [J]. 环境监测管理与技术, 2006, 18 (6): 28 - 29, 40.

[10] 国家环境保护总局. GB/T 7494 - 1987 水质 阴离子表面活性剂的测定 亚甲蓝分光光度法 [S]. 北京:中国标准出版社, 1987.