

废水中阴离子表面活性剂十二烷基磺酸钠的测定

张 威, 杨胜科

(长安大学 环境科学与工程学院, 陕西 西安 710054)

[摘要] 应用物质的吸收光谱特性, 研究了不同的条件下结晶紫与阴离子表面活性剂十二烷基磺酸钠形成的紫色离子缔合物的光学特性。发现室温条件下, 在 pH7.00 的缓冲溶液时, 此紫色离子缔合物在 580 nm 处有最大吸收值, 十二烷基磺酸钠在 0~2.0 mg/L 范围内回收率为 96%~103%, 且 $RSD < 3.7\%$ 。据此建立了分光光度法测定阴离子表面活性剂的方法, 此法已用于水体样品中阴离子表面活性剂的测定, 获得满意的结果。

[关键词] 结晶紫; 阴离子表面活性剂; 十二烷基磺酸钠; 分光光度法

[中图分类号] O655 [文献标识码] A [文章编号] 1672-6561(2004)02-0092-03

[作者简介] 张威(1963—), 女, 陕西西安人, 讲师, 主要从事分析化学及化学反应机理的研究。

在表面活性剂的研究应用中, 已发现有极少量的表面活性剂可以在相关生产中起到改进工艺、提高质量、提高产量、降低消耗、节约能源、提高生产率和经济效益的关键作用。随着表面活性剂的广泛应用, 排入废水中的量大大增加, 消耗水体中的溶解氧, 对水生生物及环境造成一定污染和危害。因而对表面活性剂实施监测已成为环境监测工作的一项基本任务。环境水中阴离子表面活性剂多为十二烷基磺酸钠, 它的测定方法已有许多报道^[1~3], 多采用亚甲基蓝或其他阴离子染料与阴离子表面活性剂形成离子缔合物, 有机溶剂萃取之后, 用分光光度法测定^[4~6]。尚未见到用结晶紫显色水相直接测定的报道, 笔者研究了结晶紫与阴离子表面活性剂十二烷基磺酸钠反应形成缔合物的实验条件, 探讨了光度法测定的最佳条件, 并应用于直接测定河水、生活废水中微量阴离子表面活性剂十二烷基磺酸钠。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

实验所用仪器为: 721 分光光度计; pHs—2 酸

度计。

实验试剂为: 十二烷基磺酸钠(DOSO_3Na)标准储备液 0.50 g/L, 用时均稀释成 1.0 mg/L 的标准工作液; 结晶紫溶液 1.0 mg/L; pH 为 7.00 的缓冲体系, 取 0.1 mol 磷酸氢二钠 600 mL 和 0.1 mol 磷酸二氢钾 400 mL, 混合成 1 000 mL 溶液。实验中所用试剂均为分析纯, 水为二次蒸馏水。

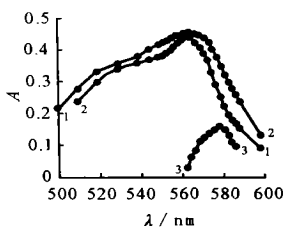
1.2 实验方法

在 10 mL 的比色管中加入一定量的 DOSO_3Na 标准使用液, 3 mL 结晶紫溶液以及 1 mL pH 为 7.00 缓冲溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。在室温条件下, 以试剂空白溶液作参比, 用 10 mm 的比色皿于 580 nm 波长处测定吸光值。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

吸取 2.0 mL 的 DOSO_3Na 标准工作液于 10 mL 比色管中, 其余条件同实验方法。使用分光光度计测定吸光值, 绘制光谱吸收曲线。结果表明, 结晶紫试剂空白以水做参比, 最大吸收位于 560 nm; DOSO_3Na -结晶紫溶液以水做参比, 最大吸收位于 568 nm; 样品溶液以试剂空白溶液做参比, 最大吸收位于 580 nm。当显色体系加入十二烷基磺酸钠后, 吸收光谱发生红移。结果如图 1 所示。



1—试剂/水; 2—十二烷基磺酸钠+试剂/水; 3—样品/试剂

图 1 吸收光谱
Fig. 1 Absorption spectra

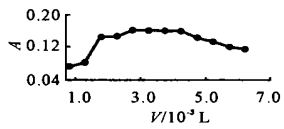


图 2 显色剂用量
对吸光值的影响
Fig. 2 Effect of dichlorofluorescein concentration

2.2 显色剂用量的影响
移取 1 mL DOSO_3Na 标准工作液, 分别加入不同量的结晶紫溶液, 按实验方法进行测定。结果如图 2 所示, 表明结晶紫的用量在 2~4 mL 之间最好。本实验选择 3 mL。

2.3 pH 值影响
用结晶紫显色剂测定 DOSO_3Na 时, 选择了不同 pH 条件下实验, 结果表明, 在 $\text{pH} < 2$ 时, 结晶紫与 DOSO_3^- 能形成颜色很深的配合物, 该聚合物具有较强的吸光值。但其极不稳定, 常温下 4~5 min 就褪成无色。当 pH 在 4.0

时, 体系有絮状沉淀生成, 影响吸光值的测定。当 pH 在 6.0~8.0 时, 显色剂与 DOSO_3Na 显色明显且稳定, 表明二者形成了稳定的缔合物, 因此, 本实验选择用 pH 为 7.00 的缓冲体系。

2.4 试剂加入顺序对吸光值的影响

试剂加入顺序对显色反应有很大的影响, 实验结果见表 1。结果表明, 试剂加入最佳顺序为 DOSO_3Na 、缓冲液, 显色剂, 否则灵敏度偏低。

表 1 试剂加入顺序对吸光值的影响

Table 1 Effect for sequence of adding reagent

试剂加入顺序	吸光度 A 值
显色剂、SDS、缓冲液	0.129
显色剂、缓冲液、SDS	0.110
SDS、缓冲液、显色剂	0.140
SDS、显色剂、缓冲液	0.078
缓冲液、显色剂、SDS	0.135
缓冲液、SDS、显色剂	0.100

2.5 放置时间影响

实验结果表明, 试剂加入后, 放置 20 min 以上, 吸光值最大且趋于稳定, 本实验采用 20 min。

2.6 温度影响

在 10℃~50℃条件下, 研究了 DOSO_3Na -结晶紫缔合反应液稳定性变化, 结果表明: 在 15℃~30℃吸光值 A 最大, 结果如图 3。

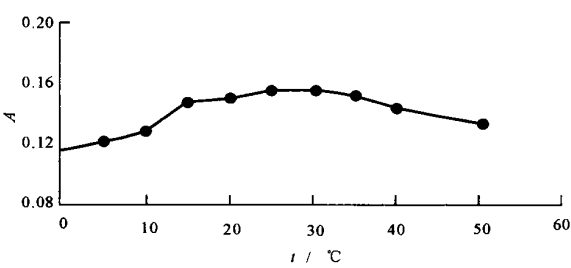


图 3 温度对吸光值的影响

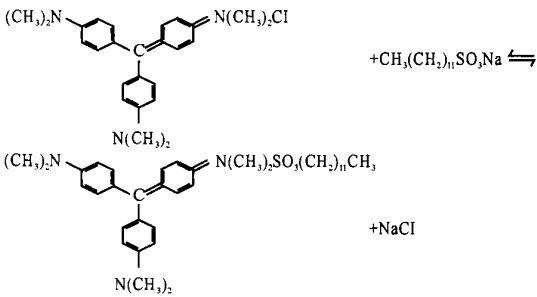
Fig. 3 Effect of reaction temperature

2.7 共存离子影响

在实验条件下, 对 0.2 mg/L DOSO_3Na 进行分光光度测定, 相对误差不大于正负 5% 时, 下列离子或物质的允许量 (μg): Cl^- , NO_3^- , HPO_4^{2-} , H_2PO_4^- , SO_4^{2-} , CO_3^{2-} , F^- , I^- (2 000); Al^{3+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , SO_4^{2-} , HCO_3^- (1 000); Fe^{3+} , Zn^{2+} (200); Cu^{2+} , Mn^{2+} , SCN^- (100); BrO_3^- , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, EDTA (50); 酒石酸钾钠 (30)。

2.8 离子缔合物组成的确定

用连续变化法与摩尔比法对离子缔合物的组成进行了测定。实验结果表明: DOSO_3Na 、结晶紫为 1:1, 由此推测, 在 pH 为 7.00 的中性环境下, 结晶紫与 DOSO_3Na 的缔合反应如下:



3 样品分析测定

3.1 分析方法特性

在选定的实验条件下, DOSO_3Na 在 0~2.0 mg/L 范围内与吸光度呈良好的线性关系, 校正曲线的回归方程为 $A = 0.7523 \text{ CDOSO}_3\text{Na}(\text{mg/L}) + 0.0322$ 相关系数 $r = 0.9947$, 对 0.1 mg/L 的 DOSO_3Na 溶液重复测定 11 次, RSD 为 3.7%。

3.2 样品测定

移取经过滤后的水样 2.0 mL, 于 10 mL 比色皿中, 其余条件同实验方法, 同时做回收实验, 测定结果如表 2 所示。

表 2 样品分析结果

Table 2 Results for the determination of samples				
样 品	测得值 /(mg·L ⁻¹)	加入量 /μg	测得量 /μg	回收率 /%
自来水	0	2.50	2.47	98.8
生活污水 1	0.310	1.00	0.97	97.0
生活污水 2	0.174	1.00	0.98	98.0
池塘水	0.120	1.00	1.02	102.0
渭河水	0.150	1.00	0.96	96.0

注: $n = 3$

4 结论

通过对结晶紫与十二烷基磺酸钠形成缔合物实验条件的研究,建立了分光光度法在水相中直接测定废水中十二烷基磺酸钠的新方法。与传统方法相

比,此方法操作简单、快捷、结果可靠。已用于实际样品检测中。

[参 考 文 献]

[1] 易忠胜, 杨华文. 废水中的阴离子表面活性剂的测定[J]. 分析科学学报, 2001, 17(3): 251~254.
[2] 谢志海, 郎惠云, 王昕. 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]. 分析实验室, 2001, 20(5): 47~48.
[3] 冯永兰. 1-(4-硝基基)-3-[4-(苯基 氮)苯基]-三氮烯-溴化十六烷基-阴离子表面活性剂显色反应的研究应用[J]. 分析科学学报, 1999, 15(2): 150~153.
[4] 冯永兰. SPADT-CPB-AS 光度法测定阴离子表面活性剂[J]. 光谱实验室, 1999, 16(1): 57~58.
[5] Sandvik E I, Gaie W W, Denekas M O. Characterization of petroleum sulfonates[J]. Soc. Ret. Eng. 1997, 17(2): 184~192.
[6] 冯永兰. Candion -CPB 光度法测定水中痕量阴离子表面活性剂[J]. 分析测试学报, 1999, 18(2): 39~42.

Spectrophotometric determination of anionic surfactant in waster water

ZHANG Wei, YANG Sheng-ke

(School of Environmental Sciences and Engineering, Chang'an University, Xi'an 710054, China)

Abstract: A method for the spectrophotometric determination of the concentration of sodium dodecyl sulfonate is proposed based on the fact that crystal violet and anionic surfactants forms the color ion-associates in aqueous solution of pH7.00. There is a linear relationship between the absorbance and sodium dodecyl sulfonate concentration in the range of 0~2.0mg/L for sodium dodecyl sulfonate with recovery rate of 96%~103%, and $RSD < 3.7\%$. The method is applied to the determination of anionic surfactants in river water, pond water and wasts water with satisfactory results.

Key words: crystal violet; anionic surfactants; sodium dodecyl sulfonate; spectrophotometric

(英文审定:杨家喜)

(上接第 84 页)

Environmental transition and the evolution of the human-earth relationship during Holocene epoch in Tianshui area

FU Shu-qing¹, CHEN Shu-e¹, WEI Ming-jian², LI Ying¹, LI Yong¹

(1. School of Earth Sciences and Resources Management, Chang'an University, Xi'an 710054, China;

2. Dept. of Geography, Capital Normal University, Beijing 100037, China)

Abstract: A Holocene epoch loess palaeosol profile in Tianshui area was studied with field investigation and laboratory analysis. Grain-size analyses and magnetic susceptibility records used as a proxy indicator of East Asia winter monsoon and a proxy indicator of summer monsoon respectively, together indicate that the dimatic environment transition of Holocene epoch in Tianshui area can be divided into three main stages: first Anathermal, then Magathermal, and last Katathermal, and during the middle Magathermal period, a cold and arid event occurred in the studied area. Meanwhile, based on the climate history, the author also discussed the evolution of human-earth relationship since about 10 ka B. P. through consulting archaeological documents and historical records.

Key words: Holocene epoch; environmental transition; evolution of human-earth relationship; Tianshui area; Gansu

(英文审定:杨家喜)