

应用环炉技术测定有机氯农药方法

张振杰 胡洁荃 姜菊梅

(西北植物研究所)

本文介绍应用环炉技术测定有机氯残量的一种方法。

一、原理

在二甲苯溶液中用金属钠将有机氯化物分解成无机氯离子,定容后用环炉技术定量处理,硫化钠溶液显色,与标准色阶对照进行定量。

二、试剂与提纯方法

本实验用水均为去离子水,比电阻为 200 万欧。硝酸(优级纯,68%)和醋酸(分析纯,36%)经重蒸,除去微量重金属离子。氨水重蒸法:于一密闭玻璃缸中置两只烧杯,一只盛 300 毫升浓氨水,另一只盛 300 毫升去离子水,放置 24 小时,达到平衡,即得纯氨水。所有试剂做空白实验不得呈现色环。

主要试剂 (1) 0.1M HNO₃ 溶液; (2) 0.05M AgNO₃ 溶液; (3) 0.1M HNO₃-0.1M CH₃COOH 混合液; (4) 2.5N 氨水; (5) 0.1M Na₂S 溶液; (6) 杭州新华定量圆形滤纸。

三、测定方法

1. 标准试液的制备 准确称取 10 毫克的六六六(或 DDT)样品*,溶于 10 毫升二甲苯中,此液盛于 100 毫升的圆底烧瓶,加入 0.2 克除去氧化膜的小粒金属钠,装上回流冷凝器,加热至微沸,回流 1 小时,

稍冷,由凝器顶端加入 15 毫升异丙醇,煮沸 10 分钟,待钠粒分解完全后,用 20 毫升去离子水冲洗冷凝器,加入 5 毫升 2% 的 H₂O₂ 振荡,静置 5 分钟,再温热除去过量的 H₂O₂、加入 1 滴酚酞,用 6M HNO₃ 中和,使 pH 约等于 3,倾入分液漏斗中,分出水层,将有机层再以少量水洗涤,合并水层,定容到 100 毫升,作为标准液,浓度为 0.1 毫克/毫升,贮于冰箱备用。工作液可取贮备液 1 毫升,用去离子水稀释至 10 毫升,浓度为 0.01 微克/微升。

2. 标准色阶的制作 取 1/4 张滤纸(φ12.5),置于环炉体上(φ22 毫米)用辅环压住滤纸,炉体温度控制在 110—120℃。每次点样前,先以 0.1M HNO₃-0.1M CH₃COOH 由滤纸中央向外圈冲洗两次,除去干扰离子,待滤纸干后,用微量注射器吸取工作液(2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 微升及贮备液 1.2、1.5、1.8、2.0 微升)向滤纸中央点样,样点不要扩散太大。点样后随即向样斑中心加入 3 微升 0.05M AgNO₃ 溶液,干后,用自制的毛细管洗脱器向样斑加入 HNO₃-HAc 混合洗脱液,反复洗脱 4 次,将过量的 AgNO₃ 洗到外环。待干,将滤纸再置放于 φ15 毫米的辅环上,用氨水反复冲洗样斑 4 次,取下纸片,浸入 0.1M 的 Na₂S 溶液中,浸泡 5 分钟显色,用镊子夹

表 1 六六六与 DDT 含氯理论值与测得值对比

样品	色阶号 含量 (μg)	色阶号								
		1	2	3	4	5	6	7	8	9
六	六六六含量	0.02	0.04	0.06	0.08	0.10	0.12	0.15	0.18	0.20
六	理论含 Cl ⁻ 量	0.015	0.029	0.044	0.058	0.073	0.088	0.109	0.131	0.146
六	测得含 Cl ⁻ 量	0.012	0.024	0.036	0.054	0.066	0.072	0.086	0.102	0.114
滴	DDT 含量	0.02	0.04	0.06	0.08	0.10	0.12	0.16	0.20	0.25
滴	理论含 Cl ⁻ 量	0.010	0.020	0.030	0.040	0.05	0.06	0.08	0.10	0.125
滴	测得含 Cl ⁻ 量	0.012	0.018	0.029	0.042	0.048	0.054	0.072	0.090	0.102

* 六六六标准品, m158—160℃, DDT 标准品, m. 109—110℃。

出滤纸，自来水漂洗数分钟，于两张滤纸中间吸去水，烘干。这样就制得六六六含量为 0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.10, 0.12, 0.15, 0.18, 0.20 微克的一套标准色阶，很稳定，可保存一年左右。每次做样前先用 5 微升去离子水做空白试验，环圈不显色时再做样品。

3. 测定结果验证 为了确定此法的准确度，证明有机氯分解是否完全。我们用氯化钠* 作基准物质，配成浓度为 0.12 微克/微升的标准液(工作液为 0.012 微克/微升)，做成一标准色阶，计算出 Cl^- 的含量，再与六六六(或 DDT)色阶对比，计算 Cl^- 的检出量，结果列于表 1，从表中看出低浓度时检出 Cl^- 含量与理论值较接近，证明此方法较准确。

四、土壤中有有机氯农药残留量的测定示例

称取干燥研细的土壤样品 300 克，装入索氏萃取器中，用 300 毫升无水苯抽提 14 小时，回收溶剂至 10 毫升左右，将浓缩液转移到 50 毫升分液漏斗中，加入 10 毫升浓硫酸充分振摇，除去有机物，分出苯液，酸层再以 10 毫升苯洗涤一次，合并苯液，蒸除溶剂至 2 毫升，加入 10 毫升二甲苯与 0.2 克钠粒，按前述方法处理，定容至 50 毫升进行环护测定，结果见表 2。从测定结果看是符合实际的。02 样因位于关山

深山区，为新开垦的药场，未受到污染，所以未检出。

表 2 土壤中有有机氯农药残留量的测定数据

说明 样号	采样地点	使用农药历史	六六六测定含量 (ppm)
01	陇县关山公社 蛮子沟药场	1977—1978年洒 过六六六粉剂	0.667
02	同 上	没使用过农药	未检出
03	杨陵公社下川 口大队	1980年洒过六 六六粉剂	1.0
04	杨陵公社西桥 大队	不 详	0.84
05	杨陵公社官村 大队	每年种小麦时 洒六六六粉	1.17

参 考 文 献

- [1] Rus, V. et al., *Analy Chem.*, **49** (13), 2123 (1977).
- [2] 吴钧烈等, *分析化学* **5**, 393(1980).
- [3] Sherma, J., *CRC Critical Rev. in Anal. Chem.*, **8**, 299, 330(1973).
- [4] 上海昆虫所等 *分析化学* **3**, 227(1974).

* NaCl 于 500—600°C 灼烧 2 小时。

新型粘土吸附剂处理含铬(Cr^{6+})废水

黄 南 俊

(延边大学化学系)

在电镀、制革、染料及染色、化学工业的废水中，铬常以 Cr^{3+} 和 Cr^{6+} 的形式存在。近几年来，在国外，采用粘土或废粘土，制备各种粘土吸附剂，治理含重金属废水，获得了显著的净化效果。

本文着重探讨以粘土为原料的各种粘土吸附剂，对 Cr^{6+} 废水的净化效果，进而选择了较满意的粘土吸附剂。

一、实 验

1. 吸附剂的制备：如表 1 所示，制备了七种粘土吸附剂。

2. 实验方法：用量筒取 50 毫升废水，分别注入 100 毫升锥形瓶中，加入一定量的粘土吸附剂，在常

表 1 吸附剂的制备

吸附剂 编号	原料	制 备 方 法
1	粘土	粘土: $2NH_4Cl = 1:2$ (重量)搅拌， 浸泡 12 小时以上， 经洗涤、脱水、干燥(100°C)粉碎成 > 40 目
2	粘土	以 $1NH_4SO_4$ 取代 $2NH_4Cl$ 其余同 1
3	粘土	以 $2NH_4NO_3$ 取代 $2NH_4Cl$ 其余同 1
4	粘土	以 $2NH_4SO_4$ 取代 $2NH_4Cl$ 其余同 1
5	粘土	不经洗涤，其余同 4
6	河淤泥	同 5
7	高岭土	同 5