

根据仪器说明书,在仪器灵敏度 0.2, 0.6 和 1.0 档,应将测得峰高(格),按下式求得吸光度再绘制工作曲线。

$$A(\text{吸光度}) = 2.000 - \lg(100 - H)$$

对于 0.05 档,则可将峰高对汞量直接绘制曲线。在 0.05 档,汞量 0—50 ng/50 ml; 0.6 档,汞量 0—10 ng/ml 可得良好直线关系。

(2) 水中无机汞和总汞的测定

按照分析程序,我们分别测定了自来水,长春市南湖水和地下水中无机汞和有机汞,由于水样中汞含量均很低,因此加入了汞的标准溶液。分析结果见表 1。

(3) 方法的标准偏差,检出限和变异系数

通过对水中汞(2ppb)平行样的分析,计算出方法的标准偏差为 0.017 ppb,检出限为 0.05 ppb,变异系数为 0.9%。

6. Cr(VI)-NaBH₄ 对有机汞还原作用的分析

由于 Cr(VI) 在反应前后价态已发生变化(原 Cr(VI) 的黄色消失),所以 Cr(VI) 并未起一种催化剂的作用。Cr(VI) 是强氧化剂,有可能使甲基汞中 C—Hg 键断裂,产生了 Hg²⁺,但用常规的氯化锡法检测不出 Hg²⁺ 的存在。我们初步认为, Cr(VI) 可能与甲基汞作用,生成某种亚稳态的汞化合物,它不能被氯化锡还原,而能被还原能力很强的 NaBH₄ 还原成元素汞。

参 考 文 献

- [1] Magos, L., *Analyst*, **96**, 847(1971).
- [2] 镰田俊彦等,分析化学(日), **22**, 1481(1973).
- [3] 梅崎芳美等,分析化学(日), **20**, 173(1971).
- [4] 王金浩等,中国环境科学, **3**(2), 26(1983).
- [5] 水沼博司等,分析化学(日), **28**, 695(1979).
- [6] Toiffaletti, J. and Savory, J., *Anal. Chem.*, **47**, 2091(1975).

DPD 余氯比色器的研制

王少松 席云珍 丁志民

(武汉军区后勤部军事医学研究所)

余氯测定方法有十种之多,医院污水余氯测定,常用的有五种:即碘量法;碘量反滴定法;DPD 亚铁滴定法和比色法(DPD 即 N,N-二乙基-对苯二胺);甲土立丁法^[1-3]。

我们用碘量反滴定法,DPD 亚铁滴定法和 DPD 比色法测定医院污水余氯,其测定结果基本一致,经统计学处理(F¹测定)三种测定方法无显著性差异。我国目前暂定碘量反滴定法作为医院污水余氯测定的标准方法。但该法操作复杂,测定时间长,不适合现场快速测定。

本文根据 DPD 比色法原理,研制出一种

稳定的 DPD 永久色剂,试制出余氯比色器,并将原法中的液体缓冲剂、DPD 指示剂改成固体粉剂,增强了试剂的稳定性,易于携带,为医院污水、生活饮用水余氯测定提供了一种简便、快速、准确的现场测试工具。

一、DPD 永久色剂的研制与稳定性观察

DPD 永久色剂必须具备两个条件,一是要与标准色剂颜色基本一致,二是稳定性好。

1. DPD 永久色剂的制备

我们选用几种染料,按一定比例制成永久比色溶液,用 72 型分光光度计在波长

表 1 永久色列与标准色列颜色比较*

氯含量 (mg/l) 吸光度	标准色列氯含量							
	0.5	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	8.0
标准色列	0.143	0.266	0.510	0.780	1.020	1.220	1.460	2.040
永久色列	0.135	0.265	0.530	0.755	1.060	1.280	1.520	2.040

* 浓度大于 3.0 mg/l, 稀释后再比色

表 2 DPD 永久色列稳定性观察

存放前吸光度 存放后吸光度 存放时间 (d)	0.260	0.384	0.50	0.625	0.740
1	0.260	0.384	0.50	0.625	0.740
136	0.250	—	—	0.640	0.750
215	—	0.380	0.492	0.618	0.730
412	—	0.390	0.510	0.650	0.750
578	0.240	0.380	0.50	0.630	0.730

545 nm 下,测定该色列溶液的吸光度与标准色列溶液的符合程度。用标准硫酸亚铁铵溶液滴定标准色列溶液,以校正标准色列氯含量,结果如表 1。

表 1 可看出,两种色列的吸光度非常接近,说明 DPD 永久色列与标准色列颜色趋于一致。

我们曾做过标准色列与永久色列最佳吸收波试验。标准色列最佳吸收波为 510 nm 和 550 nm,永久色列为 545 nm,与标准色列第二吸收波基本一致。为了实验条件的统一,两者均采用波长 545 nm 作为比色时的最佳吸收波(见图 1)。

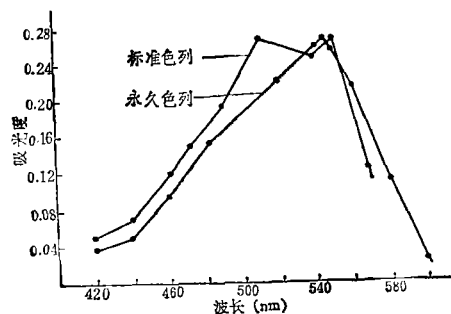


图 1 两种色列最佳吸收波

2. DPD 永久色列稳定性观察

将制好的色列溶液放在无色透明比色管中,存放于实验室内,不定期测吸光度,结果见表 2。

表 2 可见,DPD 永久色列在室内存放 578 天(在继续观察中)未见退色,但在阳光下曝晒(阳光下温度 35—42℃)33 小时,则明显退色,吸光度由 0.515 降至 0.425,因此,永久色列必须避光保存。

二、DPD 目视比色器的试制与验证

DPD 目视比色器由两组色列、比色空杯、框架三部分组成。色列分为 0.0、0.1、0.3、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、6.0、8.0 mg/l 十个色阶。比色器为前后两排,比色时,可消除污水浊度和色度对比色的影响,可用于医院污水和饮用水等余氯测定。

DPD 目视比色器的验证

在比色器两侧空杯内加入待检验水至刻度,在另一空杯内加缓冲指示剂粉约 100mg、碘化钾约 200 mg (余氯 5 mg/l 以上可多加一些或将水样稀释),再加待检验水至刻度,混匀,溶解后立即比色。用 DPD 亚铁滴定法作对照,结果如表 3。

表 3 DPD 目比法与滴定法实测医院污水余氯比较

样品组别 余氯含量 (mg/l) 测定方法	1	2	3	4	5	6
目比法	约0.5	约1.3	约2.5	约4.0	约4.5	约6.0
滴定法	0.70±0.015	1.26±0.021	2.45±0.039	3.83±0.022	4.32±0.034	5.73±0.053

我们还用 DPD 目视比色法、碘量反滴定法同时测定 54 个污水样品,结果是:两法差数均数为 0.14 mg/l,标准差为 0.38 mg/l,说明 DPD 目视比色法测得结果准确可靠。

三、缓冲剂、DPD 指示剂粉的制备

磷酸盐缓冲液和 DPD 指示剂液,稳定性差,使用不方便,不便于携带。为克服上述不足,我们制成一种缓冲指示剂粉,制备方法如下:称取无水磷酸氢二钠 24 g,无水磷酸二氢钾 46 g,乙二胺四乙酸二钠(EDTA-Na) 1.0g,硫酸二乙基对苯二胺 1.5g。置于 105℃ 烘 2—3 小时(DPD 指示剂烘一小时),在干燥器内冷却后,取出研细,过 40—60 目筛,然后加入 20 mg 氯化汞,充分混匀,贮存于棕色广口瓶中。瓶外最好包一层黑纸。每 100ml 待检验水(余氯为 5—6 mg/l)约加 500 mg 此粉。

缓冲指示剂粉稳定性好,使用一年未见

变质,使用方便,便于携带。

四、小结

1. 用 DPD 余氯比色器测定余氯,简单、快速、准确、可靠,其测定结果接近于 DPD 亚铁滴定法和碘量反滴定法。是余氯现场快速测定的理想工具。适合医院污水、生活饮用水等余氯测定。

2. DPD 永久色列颜色与标准色列颜色基本一致,稳定性好,与色板相比真实感强,室内存放 578 天未见颜色发生退变。

3. 缓冲指示剂粉稳定性好,易保存,使用方便,便于携带。

参 考 文 献

- [1] 张曾谔等译,水和废水标准检验法,90—92、266—271 页,中国建筑工业出版社,第 13 版,1978。
- [2] 中华人民共和国卫生部,医院污水排放标准,6—9 页,群众出版社,第一版,1983。
- [3] 萧正辉等,医院污水处理 201—213 页,人民卫生出版社,第一版,1982。

从 乳 清 中 取 得 能 源

英国威尔士 South Caernarvon Creameries 公司生产干酪,每天产生出 110 m³ 的乳清液。按英国公共卫生法规定,每天排放的废水中乳清成分含量不得超过 10 mg/L。而该公司排出的含量高达 65000 mg/L,因此必须对乳清废水进行处理。他们采用 Hamworthy Engineering 公司的 Anacirc 流程用于乳清厌氧发酵处理,置换出以甲烷(占 62%)和二氧化碳(占 38%)为主要成分的气体,其发热量可达 21 MJ/m³。乳清的厌氧发酵处理需在 35℃ 温度情况下进行,而干酪生产场所排出的乳清溶液温度为 38℃,

因此作发酵处理时不必再加热。厌氧发酵处理后的废水再做好氧发酵处理,BOD 可降到 20 mg/L 以下,氨态氮降到 10 mg/L 以下。这一系列处理作业都是由电子计算机控制自动操作的。利用生成的生物气体用作能源,扣除处理费用后,仍有较大收益。

朱震康编译自《食品工业》(日刊),28 (5),16(1985)。