

文章编号:1002-1124(2004)01-0047-03

5-Br-PADAP、乳化剂 OP 分光光度法测定电镀废水中微量锌

陈炳和,傅春霞

(常州工程职业技术学院 应化系,江苏 常州 213004)

摘要:本文探讨了利用 5-Br-PADAP 测定电镀废水中微量锌的显色条件。条件试验表明在 pH 值 7.5~10.0 硼酸-硼酸钠缓冲溶液中,锌与 5-Br-PADAP、乳化剂 OP 形成紫红色三元络合物,其 $\lambda_{\max} = 552\text{nm}$, $\epsilon_{552} = 1.3 \times 10^5 \text{L}/(\text{mol}\cdot\text{cm})$,络合比为 1:2,锌含量在 0~25 $\mu\text{g}/50\text{mL}$,服从朗伯-比尔定律。该方法用于电镀废水中微量锌的测定具有灵敏度高,准确度好,操作简便安全、快速的特点。

关键词:5-Br-PADAP;乳化剂 OP;三元络合物;分光光度法;电镀废水;微量锌

中图分类号:0657.32 **文献标识码:**A

Determination of trace zinc in metal plating wastewater by spectrophotometry using the 5-Br-PADAP and the Emulsifier OP

CHEN Bing-he, FU Chun-xia

(Department of Applied Chemistry, Changzhou College of Engineering Technology, Changzhou 213004, China)

Abstract: This paper explores chromogenic conditions of determining trace zinc in metal plating wastewater by spectrophotometry using the 5-Br-PADAP and the emulsifier OP. The experiment indicates that the amaranthine three-element complex compound generated by zinc, 5-Br-PADAP and emulsifier OP submits the Beer-Lambert law in the scope of 0~24 $\mu\text{g}/50\text{mL}$ under the condition of pH 7.5~10.0 of boracic acid-sodium borate buffer solution. The three-element complex compound's $\lambda_{\max} = 552\text{nm}$, and $\epsilon_{552} = 1.3 \times 10^5 \text{L}/(\text{mol}\cdot\text{cm})$. Its complexing ratio = 1:2. This measuring method is of high sensitivity, of good accuracy, of portable quickness and safe operation.

Key words: 5-Br-PADAP; emulsifier OP; three-element complex compound; spectrophotometry; metal plating wastewater; trace zinc

目前用光度法测锌的显色剂有多种,但主要问题都是干扰严重,选择性差。特别是电镀废水试样中共存元素多,分离手续繁杂,有的甚至需要用剧毒试剂氰化物作掩蔽剂,因而给分析工作带来不便,且会造成环境污染。本文根据有关资料,结合生产实际,采用 5-Br-PADAP 和乳化剂 OP(非表面活性剂)胶束增溶光度法对电镀废水中微量锌的测定进行了探讨。实验表明,在 pH 值 7.5~10.0 酸度条件下,5-Br-PADAP 在非表面活性剂乳化剂 OP 存在下,与锌离子反应能生成可溶于水的紫红色络合物,其最大吸收波长在 552nm 处,摩尔吸光系数 $\epsilon_{552} = 1.3 \times 10^5 \text{L}/(\text{mol}\cdot\text{cm})$,络合物组成比 1:2,锌含量在 0~25 $\mu\text{g}/50\text{mL}$ 内,符合朗伯-比尔定律。在 DL-氨基丙酸铵及六偏磷酸钠、丁二酮肟存在下,废水中的

铁、锰、铜、镍、铅、镉、钴等离子可被掩蔽,不需要分离,其分析结果与标准方法(锌试剂法)相吻合。该方法操作简便、快速、重现性好,准确度、灵敏度高,分析成本低,适合于生产企业、环保监测、实验室日常分析使用。

1 实验部分

1.1 实验仪器及试剂

UV-754 紫外可见光光度计;电子天平;PHS-3F 酸度计。

5-Br-PADAP($\rho = 0.5\text{g}/\text{L}$ 乙醇溶液); $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{-HCl}$ 缓冲溶液(pH = 8.5~9.0);乳化剂 OP(20%水溶液);六偏磷酸钠($\rho = 150\text{g}/\text{L}$ 水溶液);丁二酮肟($\rho = 2\text{g}/\text{L}$);DL-氨基丙酸铵($\rho = 40\text{g}/\text{L}$);锌标准溶液(0.005mg/mL)。

1.2 实验步骤

取一定量锌标准溶液于 50mL 容量瓶中,加对硝基酚溶液 2 滴,用浓度为 0.25mol/L 的 NaOH 溶液

收稿日期:2003-10-20

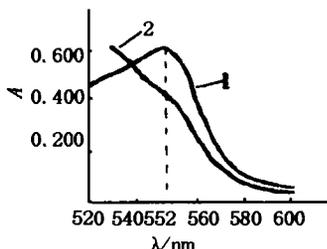
作者简介:陈炳和(1958-),男,常州工程职业技术学院副教授、工学硕士、高级工程师,江苏常州人,现从事教学及科研工作。

中和至黄色出现;加 pH=8.7 缓冲溶液 2mL、乳化剂 OP 4mL、5-Br-PADAP 乙醇溶液 2mL,用水稀释至刻度,摇匀。放置 15min 后,以试剂空白作参比,在 754 型紫外可见光光度计上,用 1cm 比色皿,于 552nm 处测量吸光度。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

按 1.2 实验步骤绘制 Zn^{2+} -5-Br-PADAP-乳化剂 OP 的吸收光谱,见图 1。



1. 络合物相对于试剂空白, $\lambda_{max} = 552nm$ 2. 试剂空白相对于蒸馏水

图 1 吸收曲线

2.2 显色酸度和缓冲溶液用量

按实验步骤,使用不同 pH 值的 $Na_2B_4O_7-HCl$ 缓冲溶液,分别测量相应吸光度,实验表明在 pH 值 7.5~10.0 范围内,吸光度稳定。本法采用 pH 值 8.5~9.0 的 $Na_2B_4O_7-HCl$ 缓冲溶液。

按实验步骤,改变 $Na_2B_4O_7-HCl$ 缓冲溶液用量,分别测量相应吸光度,结果见图 2。

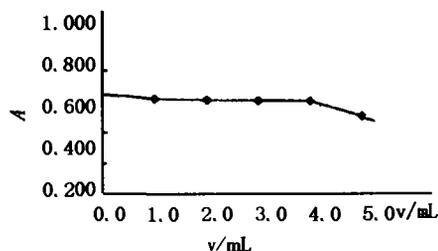


图 2 缓冲溶液用量-吸光度曲线

图 2 表明,缓冲液用量在 1~4mL 内吸光度稳定。本法选用 pH 值 8.7 的 $Na_2B_4O_7-HCl$ 缓冲液 2.0mL。

2.3 显色剂用量

按实验步骤,改变 5-Br-PADAP 加入量并分别测定其相应吸光度,结果见图 3。

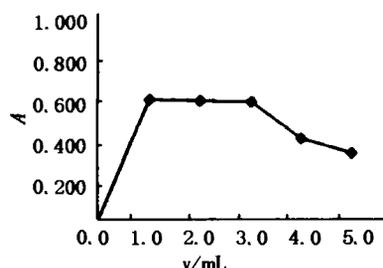


图 3 显色剂用量-吸光度曲线

图 3 表明, $\rho = 0.5g/L$ 的 5-Br-PADAP 乙醇溶液用量在 1~3mL 内吸光度达稳定的最大值。本法选用 2mL。

2.4 乳化剂 OP 用量的影响

按实验步骤,改变乳化剂加入量,显色后测量相应的吸光度,结果表明 20% 的乳化剂 OP 水溶液在 3~6mL 内吸光度达稳定的最大值。本法选用 4mL。

2.5 显色时间

实验表明,在 15min 后显色完全,吸光度达稳定的最大值,稳定时间为 6h。

2.6 络合物组成

应用连续变化法测定了 Zn^{2+} -5-Br-PADAP 在络合物中的络合比,结果证实 $Zn:R = 1:2$ 。

2.7 干扰元素的消除

电镀废水中主要存在铁、锰、铜、铅、铝、钴等元素,它们干扰测定。实验表明:采用六偏磷酸钠水溶液 2mL、DL-氨基丙酸铵 2mL、丁二酮肟溶液 0.2mL 可以掩蔽上述干扰离子,消除干扰。

2.8 工作曲线

在 6 个 50mL 容量瓶中分别加入 1.00、2.00……6.00mL 的 $\rho = 0.005mg/mL$ 锌标准溶液,按实验步骤分别显色,以试剂空白为参比,于 552nm 处用 1cm 比色皿测量吸光度,结果见图 4。

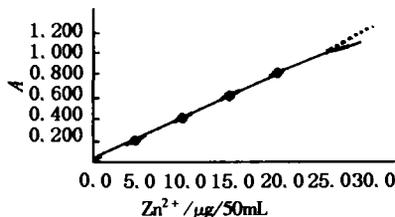
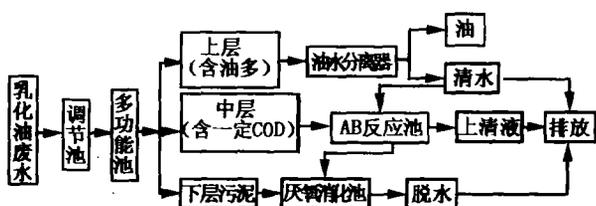


图 4 工作曲线

由图 4 可知,锌量在 0~25 $\mu g/50mL$ 范围内符合朗伯-比尔定律。

(下转第 53 页)



工艺流程中多功能池是经过改造的气浮池,使该池既能进行气浮处理又具有沉淀处理的功能。在操作时先将废水混凝沉淀,等污泥排放之后再生物反应池的出水回流到多功能池,进行加压气浮。生化处理装置我们选择 SBR 生物反应池进行,这样既可以节省处理设备的搭建,又可以配合前面多功能池进行间歇式操作。

整个小试工艺经过一个多月的运行后,各个处理设备运行基本稳定。乳化油废水经过絮凝沉淀和气浮除油,能够去除废水中 80% 左右的 COD 值,去

除水中 97% 以上的色度。SBR 反应池采用 16h 为一周期的循环操作,出水的 COD 值能控制在 150mg/L 左右,出水色度小于 50。

3 结论

通过实验阶段和小试阶段的运行证明了,采用混凝沉淀、气浮除油和生化处理三级处理工艺可以达到对乳化油废水的有效处理。本文的实验数据和与小试中的数据可作为设计实际处理工艺的参考。

参考文献

- [1] 江春晓,等.含油废水的处理[J].环境污染与防治,1986,8(2):13-16.
- [2] 于尔捷,等.用复合絮凝剂处理含乳化油废水的试验研究[J].安全与环境学报,2002,8(2):3-6.
- [3] 陆斌,等.两级气浮-生物接触氧化工艺处理乳化液废水[J].上海环境科学,2000,19(4):191-193.

(上接第 48 页)

3 样品分析

移取电镀废水试液 25.00mL 于 100mL 烧杯中,加(1+3)HNO₃ 溶液 5mL,加热蒸发至近干,将少量水溶解盐类冷却后定量转移至 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取上述试液 10mL 于 50mL 容量瓶中,加六偏磷酸钠 2mL。滴加对硝基酚 2 滴,用浓度为 0.25mol/L 的氢氧化钠溶液中和至黄色出现。加 DL-氨基丙酸铵 2mL、丁二酮肟 0.2mL 摇匀。加缓冲溶液 2mL、乳化剂 OP 4mL、5-Br-PADAP 2mL 摇匀。用水稀释至刻度。混匀后放置 15min。在 552nm 处,用 1cm 比色皿对试剂空白测其吸光度,同时做比较实验(锌试剂法),结果见表 1。

表 1 比较实验结果

序号	本法测得结果	锌试剂法测定结果
	/mg·L ⁻¹	/mg·L ⁻¹
1	0.580	0.550
2	0.370	0.372
3	0.300	0.310
4	0.480	0.500

可见本法测定结果与锌试剂标准法相符。

4 结语

由上述实验结果可知,用乳化剂 OP-5Br-PADAP 测定电镀废水中微量锌与经典法相比有许多特点。我们认为此法是简便、快速,灵敏度高,准确度好,在生产实践中有一定的应用价值。

参考文献

- [1] S.B.Sarrin and A.V.Milhailova, zh. Anal. khim., 1996, 51(1): 49.
- [2] 徐其亨,李祖碧,徐幼虹.光度分析[J].分析实验室,1997,16(4):88.
- [3] J.S.Esfeve-Romero, E.F.Simo-Alfonso, M.C.Garcia-alvarez-Coque and G.Ramis-Ramis. Trends Anal. chem., 1995, 14(1): 29.
- [4] 李克安,金钦汉,等译.分析化学[M].北京:北京大学出版社,2001.
- [5] 张正奇.分析化学[M].北京:北京大学出版社,2001.
- [6] 武汉大学,中国科学技术大学,中山大学.分析化学[M].第四版,北京:高等教育出版社,2000.
- [7] 陈展光,郭锡坤,朱海军,杨桂法.水溶性显色剂 5-Br-PADAP-S 的制备与分析特性的研究及其用于锌的测定[J].分析实验室,2000,19(1):1.
- [8] 张晔.化学镀镍溶液中微量锌的测定[J].材料保护,2000,33(4):5.