

紫外可见分光光度计测试水中丁基黄原酸

UV-020

摘要：丁基黄原酸盐会对人体和畜禽有危害，被列为集中式生活引用水地表水源地特定监测项目之一。本文参考 GB/T 5750.8-2006《铜试剂亚酮分光光度计法》对水中丁基黄原酸盐进行测试，试验结果表明，该方法线性良好， $r^2=0.995$ ，RSD% 在 0.66~1.02 之间，回收率在 102~106% 之间，适用于生活引用水地表水源地中丁基黄原酸的测定。

关键词：紫外可见分光光度计 丁基黄原酸 环境水

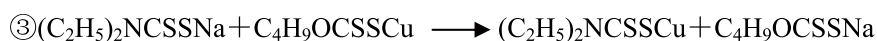
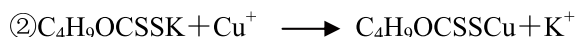
丁基黄原酸是由二硫化碳、醇、苛性碱共同作用生成二硫化碳酸的钾盐或钠盐，由于颜色发黄，俗称黄药。丁基黄原酸盐在常温下为浅黄色至黄色粉状或棒粒状固体，有毒、易燃，易吸潮，易溶于水、丙酮和部分醇中，性质不稳定，在酸性介质中加速分解。工业上用作橡胶硫化促进剂，农业上用于作物的干燥剂。丁基黄原酸盐是一种很重要的金属硫化矿捕集药剂、橡胶硫化矿促进剂，广泛应用于各种重金属硫化矿和部分贵金属硫化矿的浮选捕收。在浮选过程中，丁基黄原酸盐大部分留在

矿石表面，只有很少部分随废水排入地面水引发强烈的异臭，污染引用水源和环境。丁基黄原酸盐对人体和畜禽的危害主要表现在伤及神经系统和肝脏器官，对造水系统也有不良影响。

本文参考 GB/T 5750.8-2006《铜试剂亚酮分光光度计法》对水中丁基黄原酸盐进行测定。

实验部分

方法的原理：在 PH=5.2 的盐酸羟基还原体系中，将铜离子还原成亚铜离子。水样中的丁基黄原酸盐与亚铜离子生成黄原酸亚铜后，被环己烷萃取。黄原酸亚铜再与铜试剂作用，生成橙黄色的铜试剂亚铜，其色度与丁基黄原酸含量成线性关系，符合朗伯-比尔定律，在波长 434 nm 处有最大吸收，利用紫外可见分光光度计对水样进行吸光度定量，从而实现丁基黄原酸盐的测定。各阶段化学反应方程式如下：



1.2 仪器及器皿

岛津 UV-2450, 50 mm 石英比色皿 分液漏斗: 1000 mL

容量瓶: 10 mL, 250 mL, 1000 mL 若干

1.3 试剂

丁基黄原酸 (分析纯)

铜试剂：二乙基二硫代氨基甲酸钠，简称 DDTC（分析纯）

盐酸羟胺（分析纯）

环己烷（分析纯）

硫酸铜（分析纯）

乙酸钠（分析纯）

冰乙酸（分析纯）

氢氧化钠（分析纯）

纯水

1.4 试剂配制

1.4.1 氢氧化钠溶液（400 g/L）：称取 4 g 氢氧化钠，用纯水溶解，并定容到 10 mL 容量瓶。

1.4.2 丁基黄原酸标准储备液（100 μg/mL）：称量 0.0278 g 丁基黄原酸钾（C₄H₉OCSSK，含量为 90%），置于 250 mL 容量瓶内，加三滴氢氧化钠溶液（1.4.1），用纯水溶解，定容。在 4℃ 冰箱内可保持一周。

1.4.3 丁基黄原酸标准使用溶液（10 μg/mL）：吸取 10 mL 丁基黄原酸标准储备溶液（1.4.2）置于 100 mL 容量瓶内，用纯水定容。临用时配制。

1.4.4 硫酸铜溶液：称取 0.2235 g 无水硫酸铜置于 1000 mL 容量瓶，用纯水溶解，并定容。

1.4.5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液（PH=5.2）：称取 19.4 g 乙酸钠和 3 g 冰乙酸于 250 mL 容量瓶，用纯水溶解，并定容，测定其 PH=5.21。

1.5 标准样品测定

1.5.1 取 7 个 1000 mL 的分液漏斗，分别加入 1.25 g 盐酸羟胺和 300 mL 纯水，再加入丁基黄原酸标准使用液 0, 0.25, 0.50, 1.00, 2.00, 4.00 mL，再加纯水至 500 mL，振荡使盐酸羟胺溶解，放置。

1.5.2 向 7 个分液漏斗中分别加入 5.0 mL 缓冲液，混匀。加 5.0 mL 硫酸铜溶液，然后立即加入 10 mL 环己烷，立即振摇，放置使分层。

1.5.3 分层后，分去水层，将萃取液转移到 10 mL 容量瓶中，容量瓶中预先加入 50~60 mg 二乙基二硫代氨基甲酸钠和一滴纯水。用少量环己烷洗涤分液漏斗，用环己烷定容至 10 mL。充分振荡后，立即于紫外可见分光光度计以环己烷为参比进行测定。经紫外可见分光光度计测定，丁基黄原酸在 434 nm 下有最大吸收。用纯水全程做空白实验。

1.6 水样测定

（1）用 PH 计测试水样，其 PH 在 5~6 之间，可以直接进行测定。量取 500 mL 水样于预先盛有 1.25 g 盐酸羟胺的 1000 mL 分液漏斗中，振荡使盐酸羟胺溶解，放置。

（2）向分液漏斗中加 5.0 mL 缓冲液，混匀。加 5.0 mL 硫酸铜溶液，然后立即加入 10 mL 环己烷，立即振摇，放置使分层。

（3）分层后，分去水层，将萃取液转移到 10 mL 容量瓶中，容量瓶中预先加入 50~60 mg 二乙基二硫代氨基甲酸钠和一滴纯水。用少量环己烷洗涤分液漏斗，用环己烷定容至 10 mL。充分振荡后，立即于紫外可见分光光度计以环己烷为参比进行测定。

结果讨论

2.1 标准样品测定结果

表1 丁基黄原酸盐标准系列

序号	丁基黄原酸盐标准溶液加入量 (mL)	纯水加入量 (mL)	丁基黄原酸盐含量 (μg)	净吸光度值 (A)
1	0.00	500.0	0.00	0.000
2	0.10	500.0	1.00	0.015
3	0.25	500.0	2.50	0.034
4	0.50	499.5	5.00	0.099
5	1.00	499.0	10.00	0.208
6	2.00	498.0	20.00	0.420
7	4.00	496.0	40.00	0.746

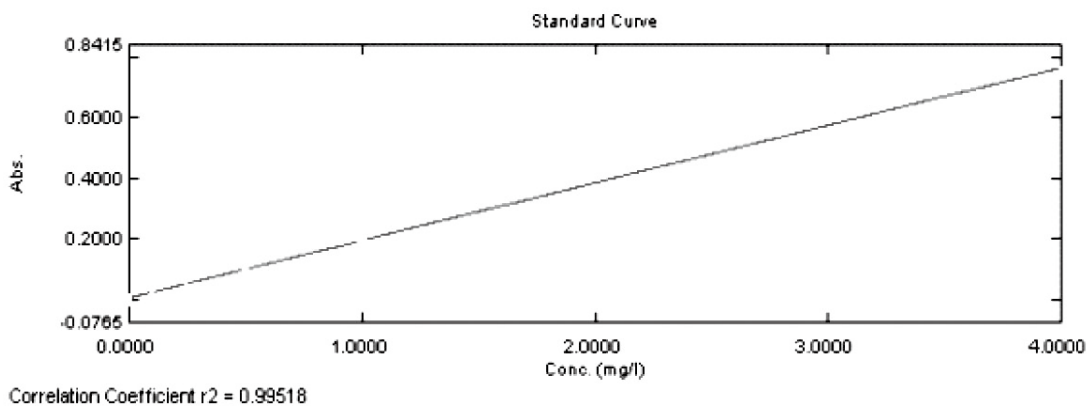


图1 标准曲线

2.2 样品测定结果

样品处理：测定环境水样的 PH 在 5~6 之间，根据国标，可以直接进行测定，测得环境水样中丁基黄原酸含量为 0.31 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

2.3 精密度和回收率测定

在环境水样中分别加入 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 3 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液进行测定，对每个样品重复测定 6 次，同时进行加标回收率计算，计算得到的相对标准偏差在 0.66~1.02% 之间，加标回收率在 102~106% 之间。

■ 结论

本文参考 GB/T 5750.8-2006《铜试剂亚酮分光光度计法》对水中丁基黄原酸盐进行了测定，实验结果表明，该方法线性良好， $R^2=0.995$ ，RSD% 在 0.66~1.02 之间，加标回收率在 102~106% 之间，可准确快速的测定集中式生活引用水和地表水源中的丁基黄原酸盐。