

分光光度法直接测定水中聚乙烯醇(PVA)含量的研究

束嘉秀,董亦斌,张惠芬

(昆明理工大学 生物与化学工程学院,云南 昆明 650224)

摘要: 在中性或弱酸性介质中,碘和硼酸混合溶液作为显色剂与聚乙烯醇(PVA)显色.通过测定有色物质的吸光度,建立了光度法直接测定PVA含量的方法.确立了显色剂的配比,用量,显色时间,酸度范围等最佳条件.方法简便,选择性好,线性范围宽(0~48 mg/L),回收率高(91%~120%).可用于聚乙烯醇生产厂、纺织厂、造纸厂等企业废水排放及废水处理PVA含量的控制分析.

关键词: 聚乙烯醇;测定;分光光度法;碘和硼酸

中图分类号: O657 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007-855X(2003)05-0127-04

Research on the Direct Determination of PVA in Waste Water by Spectrophotometric Analysis with Coloration of Boric Acid and Iodine

SHU Jia-xiu, DONG Yu-bin, ZHANG Hui-fen

(Faculty of Biological and Chemical Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650224, China)

Abstract: In neutral or weak acidic media, the mixed solution of iodine and boric acid, as a color development agent, reacts with PVA (polyvinyl alcohol). By determining the absorption intensity of color substance in solution, the measuring method of PVA content in industrial waste water is established. The ratio of boric acid to iodine solution, the volume of mixture, coloration time, and pH range of the solution system are experimented to select the best analysis conditions. The described method is simple and convenient. The linear range of determination is 0~48 mg/L, recovery 91%~120%. It could be used to control and analyze the PVA content in the waste water discharge or treatment for PVA-production factories, textile mills, and paper mills.

Key words: PVA; determination; spectrophotometric analysis; boric acid and iodine

0 引言

聚乙烯醇(Polyvinyl Alcohol)是工业产量最大的合成水溶性高分子化合物,性能介于塑料和橡胶之间,分子结构为: $[-CH_2-CH(OH)]_n$.由聚醋酸乙烯醇解而得到,由于具有独特的强力粘接性、皮膜柔韧性、平滑性、耐油性、耐溶剂性、保护胶体性、气体阻碍性、耐磨性,因此在食品、医药、纺织、造纸、农业、高分子化工等行业具有广泛的用途^[1].聚乙烯醇的测试方法,国内外主要是根据PVA产品各指标进行测试. GB7351-1997采用间接法^[2]:通过测定PVA的挥发分、氢氧化钠、残余乙酸根,间接计算出PVA的含量,该法对产品规格的控制是有效的,但对于企业废水排放和废水处理过程中PVA的监测不适用.直接测定废水中PVA的方法目前还未见报道^[3~6].作者通过实验,给出了光度法直接测定PVA含量的方法.

1 实验部分

1.1 测定原理

利用聚乙烯醇与碘和硼酸混合溶液定量生成兰绿色的络合物,此有色络合物在波长690 nm处有一最大吸收,因此测量此络合物的吸光度可直接求出水中聚乙烯醇的含量.

收稿日期:2003-03-11.

第一作者简介:束嘉秀(1957.7~),女,讲师;主要研究方向:分析化学.

1.2 仪器与试剂

仪器:721B 型分光光度计

试剂:PVA 标准溶液(日产分装 PVA),配制浓度为 $100 \mu\text{g}/\text{mL}$; $0.006 \text{ mol}/\text{L}$ 碘溶液; $0.64 \text{ mol}/\text{L}$ 硼酸溶液;增溶剂;消泡剂. 所配试剂均为分析纯.

1.3 实验方法

1.3.1 显色剂的配制

$0.006 \text{ mol}/\text{L}$ 碘溶液 $0.64 \text{ mol}/\text{L}$ 硼酸溶液按 3 5(体积比)混合均匀.

1.3.2 测定方法

在 25.00 mL 比色管中,依次加入 5.00 mL PVA 标准溶液, 6.00 mL 显色剂,用水稀释至刻度,摇匀,显色 15 min . 在 1 cm 比色皿中,以蒸馏水为参比,测定 PVA 与显色剂形成的有色物质的吸光度(A)及显色剂的吸光度(A_0).

2 结果与讨论

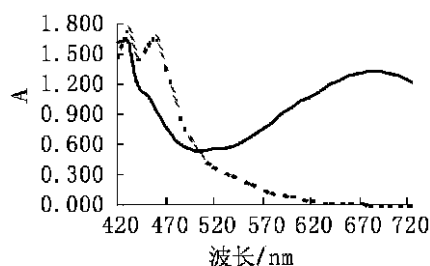
2.1 吸收光谱

按实验方法在 $440 \sim 730 \text{ nm}$ 波长范围内扫描,所得结果绘制吸收曲线,见图 1. 结果表明:有色物质的 $\lambda_{\text{max}} = 690 \text{ nm}$; 显色剂的 $\lambda_{\text{max}} = 460 \text{ nm}$, $\lambda_{\text{min}} = 230 \text{ nm}$,对比度较大,测定的准确度高.

2.2 显色剂的组成及用量

2.2.1 显色剂的组成

按实验方法,取同量的 PVA 溶液和同量的显色剂混合液,而改变组成显色剂的碘溶液和硼酸溶液配比,测定吸光度,绘吸光度与显色剂组成比(体积比)的曲线 1、曲线 2 及曲线 3(见表 1 及对应图 2).



— 曲线: 有色物质的吸收曲线
- - - 曲线: 显色剂的吸收曲线

图 1 吸收曲线

表 1 显色剂的组成实验

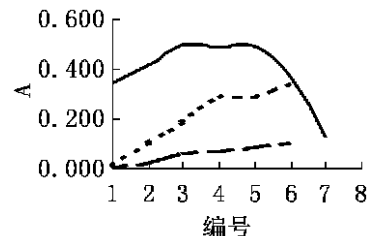
编号		1	2	3	4	5	6	7
碘溶液:硼酸溶液 (体积比)	系列 1	1 2	1 3	1 4	1 5	1 6	1 7	
	系列 2	2 1	3 1	4 1	5 1	6 1	7 1	
	系列 3	1 7	2 6	3 5	4 4	5 3	6 2	7 1
A(系列 1)		0.019	0.111	0.195	0.289	0.293	0.346	
A(系列 2)		0.011	0.025	0.068	0.073	0.088	0.111	
A(系列 3)		0.349	0.419	0.498	0.487	0.491	0.367	0.131

比较曲线 1 和曲线 2 可以看出,对于同一浓度的 PVA 溶液,显色剂中硼酸溶液浓度增加使有色物质吸光度的增加比显色剂中碘溶液浓度增加使有色物质吸光度的增加趋势要大;并且不论是碘溶液还是硼酸溶液增加都会使吸光度产生递增,所以在配制显色剂时应严格地控制碘溶液和硼酸溶液配比. 特别是硼酸溶液的用量.

由曲线 3 表明,显色剂用量一定时,有色物质的吸光度在显色剂组成比:碘溶液:硼酸溶液为 3 5 和 5 3 时出现两个极大值,其中以碘溶液:硼酸溶液在 3 5 时吸光度值最大,所以显色剂碘溶液:硼酸溶液最佳组成配比为 3 5(体积比).

2.2.2 显色剂的用量

按实验方法,改变显色剂的用量,测定吸光度,得吸光度与显色剂用量的关系曲线,见图 3. 由图 3 表明,随着显色剂用量增大,吸光度不断增大,并在 6.00 mL 处有一大的突跃,因此确定显色剂用量为 6.00 mL .



...曲线1 - - -曲线2 —曲线3

图 2 显色剂的组成比曲线

2.3 有色体系的稳定性(显色时间)

按实验方法,在室温下作吸光度与时间关系曲线见图4。结果表明,在室温下,有色物质能够很快形成,并在15~20 min内趋于稳定,20 min后有色物质吸光度逐步降低,所以测定有色物质吸光度的时间为显色后15~20 min之间。

2.4 酸度的影响

实验结果表明,有色物质在pH=8时,可逐步褪色,最终颜色完全褪去。这是因为PVA在碱性环境中会产生水解。由于PVA与显色剂中硼酸的硼原子构成单二醇醇型键^[1],而PVA的水解会使构成的单二醇型键发生解离,从而不产生显色。如果显色酸度在强酸性条件下,硼酸会增粘PVA水溶液,影响测定结果,所以实验选的最佳酸度为pH=6~7。

2.5 工作曲线

取不同量的PVA标准溶液,按实验方法测定吸光度,并绘制标准曲线,见图5。从标准曲线看线性关系很好并由标准曲线得回归方程为: $A = 0.01886C + 0.02168$;回归系数:0.98731线性范围为:2~48 mg/L。

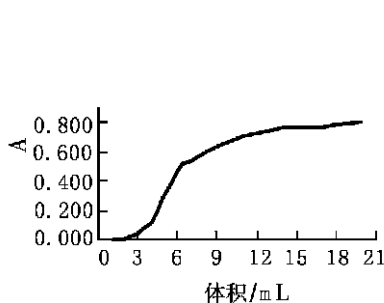


图3 显色剂的用量曲线

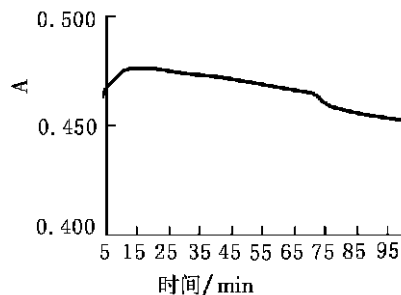


图4 显色时间曲线

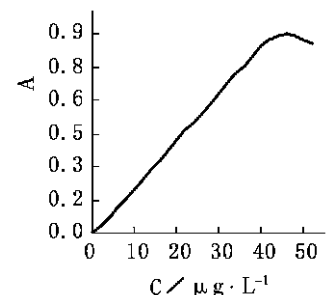


图5 工作曲线

2.6 回收实验

取一定量的样品溶液,经多次测定,根据回归方程算出其含量,然后加入一定量的标准溶液进行回收实验,得表2结果。从结果表明在线性范围内平均回收率在91%~120%之间。

2.7 最低检出浓度和最小检出量

将PVA标准溶液逐级稀释,显色测定吸光度,当稀释至 $2 \mu\text{g}/\text{mL}$ 时,取2 mL测吸光度值为: $A_{690} = 0.029$,从回归方程求得PVA为 $3.88 \mu\text{g}$ 回收率为97.03%,取该溶液1 mL,加1 mL蒸馏水,测得吸光度值为: $A_{690} = 0.014$,从回归方程求得PVA为负值。由此可知,本方法的最低检出浓度为 $2 \mu\text{g}/\text{mL}$,最小检出量为 $4 \mu\text{g}$ 。

2.8 其它影响因素

虽然PVA是属于水溶性高分子化合物,但由于分子中含有大量的亲水性羟基,分子间和分子内的羟基之间存在着很强的氢键,明显地阻碍PVA在水中的溶解,所以在配制PVA标准溶液时应加入适量的增溶剂,使PVA在水中的浓度增大和均匀而不产生沉淀。否则生成的有色物质会聚集成胶束,而使测定结果产生误差。从聚乙烯醇的结构来看,聚乙烯醇与非离子型表面活性剂结构相似,在配制标准溶液时会产生大量泡沫而影响测定,所以在配制标准溶液时需加入适量的消泡剂。

表2 回收实验结果

聚乙烯醇	样品1			样品1			样品3		
本底值/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	8	8	8	12	12	12	16	16	16
加入值/ $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$	20	28	36	20	28	36			
测定值/ μg	30	39	46	36	43	45	39	46	42
回收量/ μg	22	31	38	24	31	33	23	30	26
回收率/%	110	110	105	120	110	91	115	107	70

3 结论

根据上述方法实验研究,可用分光光度法直接测定聚乙烯醇的含量,方法简便、准确测试费用低。可用于聚乙烯醇生产厂、纺织厂、造纸厂等企业废水排放及废水处理的 PVA 含量的控制分析。

参考文献:

- [1] 孙丽琴. 聚乙烯醇的生产及市场前景分析[J]. 石油化工技术经济, 2002, 18(3): 33~36.
- [2] 中华人民共和国国家标准(GB/T 7351—1997). 纤维级聚乙烯醇树脂[S].
- [3] 宋明等. 聚乙烯醇分析[J]. 化学通报, 1996, (9): 27~28.
- [4] 王福昌, 刘绍璞. 铬(VI)-碘化物-聚乙烯醇体系吸光光度法测定痕量铬(VI)[J]. 西南师范大学学报(自然科学版), 1997, 22(6): 738~741.
- [5] 盛季陶. 生化法对聚乙烯醇退浆废水的处理研究[J]. 纺织学报, 2002, 23(2): 69~70.
- [6] 高书和. 聚乙烯醇生产废水的处理工艺[J]. 维纶通讯, 2002, 22(1): 50~52.

(上接第 126 页)

本文以台湾西南部泥岩分布区土地覆被情况及其变化为研究内容,在时间和空间尺度上对泥岩裸化和植被单一化的地理空间形式、生态过程与变迁趋势进行分析与解释,是一次有意义的尝试,定量、定位地探讨了区域土地覆被类型及其生态景观结构和相应的生态环境涵义,取得了较为满意的结果。该方法在不同地区经过移植和修改后可以应用于当地生态环境状况的监测,指导区域生态建设。

4 结语

研究表明,1997年至2001年泥岩裸露面积不断增加且裸化速度也在增加。与此同时,竹林地面积也不断扩大,而混合林地面积则不断减小。其他土地覆被类型中40%以上的面积转移到竹林和泥岩裸露地上来。五年中,景观嵌块体的多样性与异质性降低,出现趋同发展的特点。泥岩裸露面积的增加是土壤强烈侵蚀的结果,而植被多样性降低和向单一竹林的发展标志着生态系统结构与功能的下降。研究还发现,在1997~2000年和2002~2001年两个时段上,该地区整体景观结构出现“破碎—聚合—破碎”的变化趋势。嵌块体之间相邻关系也出现“相对密切—相对离散—相对密切”的趋势。这与生态景观趋于结构不稳定和生态系统功能下降有关。这样的趋势同样反映了该地区生态质量的恶化。本研究是在时间和空间尺度上对地理空间形式、生态过程与变迁趋势进行分析与解释的一次尝试,其方法在不同地区经过移植和修改后可以应用于当地生态环境状况的监测,指导区域生态建设。

参考文献:

- [1] 张俊斌,李明儒,刘大根. 台湾泥岩集水区整体生态经营策略之研究[J]. 水土保持研究, 2002, 9(3): 103~108.
- [2] 邬建国. 景观生态学—格局、过程、尺度与等级[M]. 北京:高等教育出版社, 2000. 100~152.
- [3] Forman, R. T. T. and M. Godron. Landscape Ecology[M]. John Wiley & Sons, New York, 1986. 330~345.
- [4] Haines - Young R. and M. Chopping. Quantifying Landscape Structure - A Review of Landscape Indexes and Their Application to Forest Landscape[J]. Process in Physical Geography, 1996, 20(4): 418~445.
- [5] Obeysekera, J. and K. Rutchey. Selection of Scale for Everglades Landscape Models[J]. Landscape Ecology, 1997, 12(1): 7~18.
- [6] 郭晋平. 森林景观生态学研究[J]. 北京:北京大学出版社, 2001. 64~82.
- [7] 李哈滨,伍业刚. 景观生态学之数量研究方法—当代生态学博论[M]. 北京:中国科学技术出版社, 1992. 101~123.
- [8] 林信辉,张俊斌,陈意昌,洪启盛. 嵌块体理论与地理统计应用崩塌地生态系统之探讨[J]. 水土保持植生工程研讨会, 2001. 113~132.