

水质挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法浅析

高小然

(辽宁省辽阳生态环境监测中心 中心分析室, 辽宁 辽阳 111000)

摘要:根据酚类能否与水蒸汽一起蒸出,分为挥发酚和不挥发酚。酚类为原生质毒,属高毒物质,酚类的分析方法较多,而各国普遍采用的为4-氨基安替比林光度法,国际标准化组织颁布的测酚方法亦为此。实验过程中,通过不断积累经验,掌握了一些实验技巧,通过这篇论文,希望可以和大家分享交流。

关键词:萃取分光光度法;三氯甲烷;4-氨基安替比林

【DOI】10.12231/j.issn.1000-8772.2020.35.277

地表水、地下水与工业废水、生活污水相比,挥发酚的含量较低,适合采用萃取分光光度法进行测定,即采集后的样品经预蒸馏和显色过程后,需准确加入 10.0ml 三氯甲烷,密封后剧烈振荡 2min,倒置放气,静置分层,将三氯甲烷层通过脱脂棉团,弃去最初滤出的数滴萃取液后,将余下三氯甲烷直接放入光程为 30mm 的比色皿中,于 460nm 波长,以三氯甲烷为参比,测定三氯甲烷层的吸光度值。

水质挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法的实验过程包括样品的采集,固定剂的添加,样品的预蒸馏、显色剂的添加,样品的萃取等过程,涉及的实验步骤、玻璃器皿、药剂种类较多,给实验的准确性带来一定的难度。特别是 4-氨基安替比林和铁氰化钾溶液的保质期仅为一周、缓冲溶液极易挥发、三氯甲烷易挥发,密度较大,给实验者准确移取也增加了难度。本文通过对实验过程中注意事项的讨论与交流,希望可以进一步提高水质监测的准确性。

1 实验原理

用蒸馏法使挥发性酚类化合物蒸馏出,并与干扰物质和固定剂分离。由于酚类化合物的挥发速度是随蒸馏出液体积而变化,因此馏出液体积必须与试样体积相等。被蒸馏出的酚类化合物于弱碱性介质中,在铁氰化钾存在下,于 4-氨基安替比林反应生成橙红色的安替比林染料,通过三氯甲烷萃取后,在 460nm 波长下测定吸光度。

2 三氯甲烷的移取过程

因为三氯甲烷易挥发,且对光敏感,遇光照会与空气中的氧作用,逐渐分解而生成剧毒的光气(碳酰氯)和氯化氢。所以三氯甲烷的移取过程一定要在通风橱内进行,同时注意避光。三氯甲烷密度较大,用刻度移液管或大肚移液管准确移取 10.0ml 的难度较大,所以很多实验者习惯用瓶口移液器准确移取 10.0ml 三氯甲烷。虽然三氯甲烷不具有腐蚀性,但瓶口移液器外嘴与外界空气长期接触,加上三氯甲烷残留的挥发和反应,对瓶口移液器存在一定的腐蚀和损坏作用,所以需要定期对瓶口移液器进行检查和校准,及时更换耗材,保证实验的准确性。

3 实验试剂纯度和加入量问题

因为 4 氨基安替比林溶液的质量会对实验空白的吸光度和实验结果的精密度等产生直接影响,所以需按照标准方法进行提纯。通过对比实验发现经三氯甲烷萃取的 4-氨基安替比林作为显色剂实验结果更加准确,精密度更高。HJ503-2009 方法中 4-氨基安替比林的加入量为 1.5ml,通过实验比对发现 4 氨基安替比林加入量为 1.0-2.0ml 之间时,空白值的吸光度与加入量成正比,由于 4 氨基安替比林溶液在提纯过程中会损失一部分,同时加入量高于或低于 1.5ml 时对结果的准确性都存在影响,所以在移取 1.5ml 4 氨基安替比林溶液时一定要准确。

4 水质样品和试剂溶液保质期问题

水质挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法 HJ503-2009 标准中明确说明水质样品采集后应在 4℃ 下冷藏,并在 24h 以内进行测定,所以样品采集完毕后,应该第一时间进行测定,中午之前采集的水质样品尽量在当天下午进行实验测定,下午或者晚上采集的水质样品,第二天上午第一时间进行实验测定。虽然样品添加了固定剂

(磷酸和硫酸铜),但通过实验比对发现,水质样品挥发酚的含量也会随存放时间逐渐降低,只是 24h 内不明显。通过对不同地表水样品存放不同时间段进行测定,如表 1:

表 1

存放时间 浓度 mg/L	1h 内	3h 后	6h 后	12h 后	24h
样品 1	0.0123	0.0123	0.0121	0.0119	0.0116
样品 2	0.0078	0.0077	0.0075	0.0073	0.0070

实验试剂的保质期问题同样不能忽略,实验配制的缓冲溶液是 20g 氯化铵溶液 100ml 氨水中,因为氨水极易挥发,引起 pH 的变化,对实验测定的准确性造成影响,所以缓冲溶液应根据情况适量配制,注意在低温下保存,并且做好加塞密封。

4-氨基安替比林溶液和铁氰化钾溶液都应在低温下保存,且保质期均为一周,试剂的使用一定要在保质期内。如果不是当天配制的试剂,一定要做好曲线校准和定值校准,保证实验数据的准确性。

5 仪器和设备的注意事项

由于水质挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法 HJ503-2009 的实验分析步骤比较多,包括样品的预蒸馏、显色、萃取、吸光度的测定等,所以需要的仪器和设备种类也比较多,比如玻璃蒸馏瓶、冷凝管、容量瓶、分液漏斗、防暴玻璃珠、比色皿和大量移液管等,样品的每次移取都可能对实验测定造成实验误差,所以除了在移取过程中注意实验操作外,还要保证每一样仪器设备在使用前清洗干净,必要时应用酸液浸泡或清洗,避免对水质样品造成污染,保证实验数据的准确性。

6 水质样品干扰及消除

在水质样品采集完毕后,应注意干扰物的消除问题,比如氧化剂(如游离氯等)、硫化物、亚硫酸盐等有机或无机还原性物质、油类、苯胺类、重金属等对实验测定结果都会造成干扰,应按照标准要求进行消除,保证实验数据的准确性。其实实验预蒸馏过程可以消除水质样品浑浊、水质样品有颜色、大部分重金属干扰等问题。

7 结束语

虽然水质中挥发酚的测定步骤比较繁琐,需要的试剂和设备耗材比较多,给实验的准确度带来了一定难度,但是通过积累经验和掌握技巧、注意细节,还是可以顺利完成工作,保证实验数据的准确性的。希望通过和大家分享实验过程中积累的经验 and 技巧,可以不断提高自己的实验水平和能力。

参考文献

- [1]周丹.浅析水中挥发酚对人体危害及测定方法[J].中国建材科技,2014(S2):221-222.
- [2]生活饮用水卫生标准(GB5749-2006).
- [3]中华人民共和国卫生部.GB/T5750-2006 生活饮用水标准检验方法[S].北京:中国标准出版社,2007.
- [4]中国环境监测总站《环境监测方法标准实用手册》[S].中国环境科学出版社,2013.