

4-APP 萃取蒸馏法测定地表水中挥发酚的改进

王晓丽, 束平, 严海花

(盐城市环境监测中心站, 江苏 盐城 224002)

摘要: 改进了4-APP萃取蒸馏法测定水中酚的方法,以100 mL馏出液代替250 mL馏出液,改变了原方法实验过程时间长、费时费力的缺点,特别适合地表水大批量样品的分析。经两种方法测定结果比对,吸光值变化不大,标准曲线相似,回收率符合规范要求;经t检验,测定结果无显著性差异。测定时间由原来的45 min缩短至25 min左右,大大提高了工作效率。

关键词: 挥发酚; 蒸出液; 改进

中图分类号: X830.2

文献标识码: B

文章编号: 1674-6732(2010)-04-0021-02

The Improvement of Determining Volatile Phenols in Water by 4-APP Extractive Distillation Method

WANG Xiao-li, SHU Ping, YAN Hai-hua

(Yancheng Environmental Monitoring Central Station, Yancheng, Jiangsu 224002, China)

ABSTRACT: Introduced the improvement of determining volatile phenols in water by 4-APP extractive distillation method. 250 mL distillate was changed to 100 mL to avoid a long time distillation in the original method and can be applied in the analysis of large quantities of surface water samples. According to the comparison of the results of two methods, it showed that little changes were in absorbance, and their standard curves were similar. The recovery of both methods were in line with regulatory requirements. There was no significant difference by t test between the two methods. The distillation time was reduced from 45 min to 25 min. It improved the efficiency greatly.

KEY WORDS: volatile phenols; distillate; improvement

在《水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法》(HJ 503—2009)中,4-APP萃取蒸馏法测定水中酚的操作步骤是:量取250 mL水至蒸馏瓶中蒸馏,待馏出液至250 mL时停止蒸馏,此法蒸馏时间长,尤其不适于大批量地表水样品的分析^[1]。笔者在工作中不断探索,对馏出液量进行了改进,将原来250 mL馏出液(甲法)减少为100 mL(乙法),实验结果表明,两种方法具有基本相同的灵敏度^[2,3]。

1 实验

实验步骤同《水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法》(HJ 503—2009),经过多次进行不同体积蒸馏液下实验结果的比对,最终确定取100 mL蒸馏液最为合适。

2 实验方法验证

2.1 标准曲线

分别取0.00, 0.50, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00,

10.00 μg样品蒸馏,各采集250 mL、100 mL蒸馏液,萃取、比色,做回归曲线^[4,5]。采用不同蒸馏时间、不同蒸馏液条件下,标准曲线比对见表1。

250 mL蒸馏收集液条件下: $y = 0.419x + 0.003$, 相关系数 $r = 0.9998$;

100 mL蒸馏收集液条件下: $y = 0.423x + 0.002$, 相关系数 $r = 0.9995$ 。

两组标准曲线斜率、截距均符合水质常规项目分光光度法质控要求(斜率 $r \leq 0.0404 \pm 0.022$, 截距 $b < 0.005$)。

2.2 准确度实验

取5份4 mL质量浓度为1.00 mg/L的标样分别至250 mL浓度为未检出的地表水中,5份样品同时用2种方法进行蒸馏,甲法馏出液为250 mL后停止蒸馏,乙法馏出液为100 mL后停止蒸馏,其

收稿日期: 2010-01-13; 修订日期: 2010-04-05

作者简介: 王晓丽(1965—),女,助理工程师,本科,从事环境监测工作。

他步骤相同,测定结果见表2。加标回收率分别为 99.6%, 100.3%, 满足地表水检测质控要求。

表1 两种方法标准曲线比对

| 项 目 | 1号样品 | 2号样品 | 3号样品 | 4号样品 | 5号样品 | 6号样品 | 7号样品 | 8号样品 | |
|-------------|-----------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 标准溶液加入体积/mL | 0 | 0 | 0.50 | 1.00 | 3.00 | 5.00 | 7.00 | 10.00 | |
| 甲法 | 吸光度 A | 0.060 | 0.060 | 0.083 | 0.107 | 0.191 | 0.268 | 0.361 | 0.480 |
| | 减空白后吸光度 A | 0.000 | 0.000 | 0.023 | 0.047 | 0.131 | 0.208 | 0.301 | 0.420 |
| 乙法 | 吸光度 A | 0.058 | 0.057 | 0.081 | 0.105 | 0.190 | 0.265 | 0.366 | 0.480 |
| | 减空白后吸光度 A | 0.000 | -0.001 | 0.023 | 0.047 | 0.131 | 0.207 | 0.308 | 0.422 |

表2 两种方法准确度实验结果比对

| 项 目 | 甲 法 | | | | | 乙 法 | | | | |
|-----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 加入量/ μg | 4.000 | | | | | 4.000 | | | | |
| 吸光度 A | 0.227 | 0.231 | 0.232 | 0.228 | 0.229 | 0.231 | 0.230 | 0.229 | 0.231 | 0.230 |
| 减空白后吸光度 A | 0.167 | 0.171 | 0.172 | 0.168 | 0.169 | 0.173 | 0.172 | 0.171 | 0.173 | 0.172 |
| 测得量/ μg | 3.919 | 4.019 | 4.038 | 3.942 | 3.966 | 4.032 | 4.008 | 3.985 | 4.032 | 4.008 |
| $\bar{X}/\mu\text{g}$ | 3.983 | | | | | 4.013 | | | | |
| 回收率/% | 99.6 | | | | | 100.3 | | | | |

2.3 实际样品检测

别进行蒸馏,测定结果见表3。

取同一地表水样品各6份用甲、乙两种方法分

表3 两种方法实际样品测定结果比对

| 项 目 | 甲 法 | | | | | | 乙 法 | | | | | |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 测得量/ μg | 9.447 | 9.497 | 9.378 | 9.521 | 9.354 | 9.473 | 9.399 | 9.510 | 9.439 | 9.392 | 9.274 | 9.392 |
| 测得浓度/ $(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$ | 0.038 | 0.038 | 0.038 | 0.038 | 0.038 | 0.038 | 0.038 | 0.038 | 0.038 | 0.038 | 0.038 | 0.038 |
| $\bar{X}/\mu\text{g}$ | 9.445 | | | | | | 9.401 | | | | | |

计算2组数据各自的方差 $S_{\text{甲}}^2 = 0.006$, $S_{\text{乙}}^2 = 0.007$ 。

合成的标准差 $\bar{S} = 0.081$, $t = 0.859$ 。当给定显著性水平为0.05时,自由度 $f = 6 + 6 - 2 = 10$, 查 t 分布表得 $t(0.05)(10) = 2.228$, $t = 0.859 < 2.228$, t 检验结果表明,蒸馏液为250 mL 时与蒸馏液为100 mL 时的测定结果无显著性差异。

3 结语

检验结果表明:4-氨基安替比林分光光度法测定挥发酚,改进后取100 mL 蒸馏液和原方法取250 mL 蒸馏液的检出结果一致,标准曲线的斜率、截距及回收率都符合规范要求,对实际样品进行比较分析并进行 t 检验,结果无显著性差异。建议用

蒸馏法测定地表水中挥发酚时可将原来的250 mL 蒸馏液改为100 mL,以缩短分析时间,提高工作效率。

[参考文献]

- [1] HJ 503—2009.水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法[S].
- [2] 王丽铭,张旭,王影.4-AAP 光度法的几项关键技术[J].辽宁师专学报:自然科学版,2009,11(2):95-96.
- [3] 王素桔.水样的挥发酚测定——预蒸馏的改进[J].环境监测管理与技术,1989,1(2):47.
- [4] 何珣,李春兰.用自来水代替无酚水、蒸馏水测定挥发酚的空白探讨[J].环保科技,2007,13(2):46-48.
- [5] 金筱青,陈晓娟.乙醇提纯4-氨基安替比林试剂[J].环境监测管理与技术,2005,17(1):41.