

# 用连续流动分析法测定如皋地表水中挥发酚方法的探讨

倪 丽 倪冬梅 孙小锋

南通市如皋生态环境监测站 江苏南通 226500

**摘 要:** 由于地表中可能发生的各种复杂现象导致酚限行,在用一些国际标准参考的过程之中,已经不能够完全匹配。传统的方法在检测的时候可能存在一些手续较为复杂的情况,因此检测的模式也存在周期过长等情况不利于效率。与此同时,在进行连续流动分析仪测试的过程之中,表现出了较为明显的优势,所以我们可以采取这种方式对于酚进行检测,同时也能够对地表水的实际情况在具有一定科学性分析的基础之上探讨。

**关键词:** 酚;地表水;检测;探讨

## Determination of volatile phenol in Rugao surface water by continuous flow analysis

Ni Li, Ni Dongmei, sun Xiaofeng

Nantong Rugao ecological environment monitoring station Nantong 226500 China

**Abstract:** Due to various complex phenomena that may occur on the earth's surface, phenol reaction can not be completely matched in the process of using some international standards for reference. Traditional methods may have some complicated procedures when detecting, so the detection mode also has a long cycle, which is not conducive to efficiency. At the same time, the process of continuous flow analyzer testing shows obvious advantages, so we can adopt this method to detect phenol and also explore the actual situation of surface water on the basis of scientific analysis.

**Keywords:** phenol; Surface water; testing; Discussion

### 1 用连续流动分析法测定地表水中挥发酚的探讨

#### 1.1 方法检出限

最早探讨地表水的问题时候,是通过一些传统的方式来进行检测。而对于其中挥发出相关酚数据值,则没有具体的相关分析,为0.001 mg/L, [3]封晓杰[4]测定的检测数据达到0.0012 mg/L,这也是2012年时候才有的一项不同数据。2013年韩冬青等人[5]在检测的过程之中得到的出限制数据值为0.0003 mg/L,2015年席彦凯等人[6]测定的检出限数据值为0.0002 mg/L。2016年张瑞峰[7]测定的检出限数据值为0.0003 mg/L。2017年魏生玲[8]检测检出限数据值为0.0003 mg/L。所以根据上述的内容可以看出,在使用连续流动数据仪的过程之中,可能检测的力度会不断加强,与此同时数据也在不断更新,每年都有一定的变化,所以这种数据仪在检测的过程之中表现出比较明显的先进性,与此同时也有着较为精准的科学测定数据值,它一定程度上能够替代4-氨基安替比林分光光度法。

#### 1.2 测定下限

根据我国的相关规定,出限检测的过程之中,以四倍左右的数据作为检测的下限。其中根据检验的角度上来看,可以采取较为科学的方式来进行下限值的检测。像这种科学的方式在摸索的过程之中,目前选定了连续流动分析法,这种方法体现出了较为明显的优势,跟传统上相比能够替代4-氨基安替比林分光光度法,尤其是针对于下限值测定的过程之中,他能够表现出更加明显的优势。

#### 1.3 精密度和准确度

在研究的过程之中表明通过连续流动分析法的研究能够对于下线数据得到较为精准的测定,它精密性比较高,与此同时在周期上也较为短,在检测的过程中能够表现出较为明显的效率。采用全自动连续流动分析法检测地表水中的挥发酚,在检测过程之中采取了一定的对比。主要是与HJ 503-2009《水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法》进行了较为明确的对比,并发现

实际上在通过连续流动分析法进行检测操作的过程之中,不仅代替了手工操作带来的一定麻烦,与此同时也使得周期变短并提升了效率,而最终测量地表水中挥发酚的数据值也显现出了一定的精度。所以是非常可行的。

## 2 材料与方 法

### 2.1 试剂与仪器

#### 2.1.1 试剂

(1) 用合理的蒸馏实验容器选取一定的化学物质,比如说磷酸,通过适当的磷酸,把约为50 mL左右。

(2) 4-氨基安替比林溶液:选取0.26g。这个数量比较合适整个实验的实际所需要量,与此同时也能够通过这个量展现出较为明显的实验数据。溶于400 mL实验室无酚蒸馏水中,是加上一半容量左右的十二烷基聚乙二醇醚。

(3) 选取一定容量的铁氰化钾溶液,大约在0.8g左右,搭配在实验过程之中所需要的硼酸数量大概为1.2g在这个过程之中将他们进行融合,溶于400 mL无酚蒸馏水中,通过氢氧化钠调和液并且产生一定的pH值指标之后,让pH值的指标能够达到三左右,则对实验能够产生备用价值。

(4) 通过选取氢氧化钠,对实验进行辅助。具体的量为0.4G左右。(0.01 mol/L NaOH)定容至1L。

(5) 酚会产生一定的标准化溶液,这种溶液能够在购买的过程之中表现出明显的差异性,所以要选择一些生态环保部标样的成分才能够对实验数据结果产生一定的有效性。批次编号:19022。通过配置相关的溶液使其能够达到浓度为成10 mg/L在一定程度上容器之中挥发之后,最终得到1 mg/L的挥发酚,这种状态下的挥发,酚能够备用,并且产生一定的实验价值。

#### 2.1.2 仪器

德国SEAL连续流动分析仪、KQ5200DE型模式下的清洗液,这种清洗液是一种基于数控超声波模式下的清洗液,因此有着较为明显的先进性。

### 2.2 试验原理

我们在实验中所采取使用的SEAL QuAAtr039连续流动分析仪自动进行取样,同时在检测的过程之中也能够表现出较为先进的精密程度为实验提升较大的效率。待分析样品和试剂通过蠕动泵带动直接转到管道中,根据实际的试剂混合样品所需要的程度来看,将引入的空气作为一个隔离的介质。将液体分成不同的区域进行隔离,也就是样品是在陆续过程之中进行接入的。这其中被空气所产生的气泡进行了隔离,所以形成了不同单元的区

分。在混合了相关磷酸之后产生新的物质发挥。蒸馏液在这个过程之中混合了磷酸之后将会与呈现出连续流动模式下的4-氨基安替比林及铁氰化钾出现一定的混合作用。铁氰化钾氧化生成醌类物质与酚相融合之后,和与4-氨基安替比林产生反应,这个时候出现一些黄色的化学物质。通过实验的要求,基于波长505nm模式下进行比色分析,最后根据峰高与浓度的线性关系自动计算出最终的结果。

### 2.3 试验方法

#### 2.3.1 标准曲线配制

依次取6个100 mL容量瓶并编号,分别向每个容量瓶中吸取挥发酚标准使用液(1 mg/L)0.5 mL、1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、20 mL,加水定容,配制成0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L的标准溶液。

#### 2.3.2 试验过程

根据仪器的操作说明连接好各个管路,按照顺序开机并开启软件,确保仪器正常启动,查看基线,待基线稳定,开始进行试验。

## 3 结果与分析

### 3.1 全自动连续流动分析法的线性范围和检出限

将仪器调至最佳的状态,这个时候所产生的坐标,由苹果所产生的不同数据构成。挥发酚浓度(X)在整个的坐标过程之中展现为横坐标,峰高(y)为纵坐标能够展现出一定的方程式,并且会就出合理的坐标,参见如下: $y=0.36455x+0.00005$  (1)

相关系数 $R=0.99998$ ,完全满足分析要求。

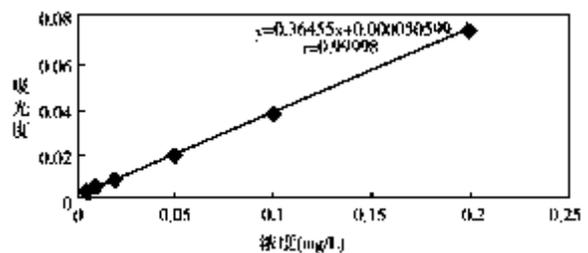


图1 挥发酚全自动连续连续流动分析法标准曲线

按照检出限的测定方法,对起始浓度标准溶液进行10次重复测定,记录仪器的测得值,根据标准提供的公式,算出仪器的检出限DL,结果如表1所示。

### 3.2 全自动连续流动分析法的精密度

由于试验过程中,全自动连续流动分析仪可精准控制反应的温度和反应时间,自动进样,减少了人为误差,所以该方法重复性好,精准度高。对挥发酚含量为0.05 mg/L,0.1 mg/L的标液点重复测定6次,其相对标准偏差

表1 全自动连续流动分析法检出限测定结果

起始浓度标准溶液 10次测定值 (mg/L)										检出限 DL (mg/L)
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	0.0002
0.0047	0.0040	0.0047	0.0048	0.0050	0.0048	0.0046	0.0046	0.0050	0.0052	

(RSD) 分别为 1.06% 和 1.14%。

### 3.3 全自动连续流动分析法的准确度

有证标准样品测定值为 0.0632 mg/L, 符合标准样品 0.0632 ± 0.0044 mg/L 的测定要求。

### 3.4 全自动连续流动分析法的回收率试验

在样品中加入 0.01 mg/L、0.05 mg/L 和 0.1 mg/L 挥发酚标准溶液, 测定回收率, 回收率在 99.0% ~ 103.0% 之间。

### 3.5 全自动连续流动分析法

试验结果表明, 全自动连续流动分析仪测定挥发酚的整个试验过程是在一个密闭的管路环境中, 样品进样、试剂的加入, 蒸馏和测定基本都是自动化操作, 相比传统方法的繁杂的人工萃取、蒸馏, 全自动连续流动分析法目标产物损失量小, 不会造成测定的结果偏低。根据测定结果进行统计分析证明两种方法并无明显差异。

## 4 结论

本文采用了全自动连续流动分析法检测如皋地表水中挥发酚。实验的过程之中能够检验出较为明确的

数据结果, 与此同时也有着较好的准确性不仅提高了实验效率, 也使得周期进一步减少。得到的相关系数 R 在 0.9999 以上, 最低检出限完全满足国家标准的要求。由于 4-氨基安替比林三氯甲烷萃取分光光度法在实验操作过程中, 操作繁杂, 水样需要蒸馏, 费时费力, 三氯甲烷有毒有害, 对实验操作人员有一定的危害性。连续流动分析法体现出了与传统很多其他方法相比明显的优势性。分析速度快, 样品前处理简单, 无须蒸馏, 取样量少, 有毒有害试剂使用量少, 与此同时也可能将毒性降低, 并且对操作人员避免出现伤害, 这不仅提升了效率, 也同时对于安全生产有着一定的意义。

### 参考文献:

- [1] 封丽娟, 沈思捷. 基于全自动连续流动分析仪测定饮用水中挥发酚的检测方法[J]. 市场周刊·理论版, 2019 (42): 3.
- [2] 魏秀, 张晓军. 连续流动化学分析仪同时检测皋饮用水中挥发酚, 氰化物[J]. 化学工程师, 2019, 33 (7): 4.