

# 以过硫酸钾为氧化剂测定水中挥发酚

蔡明

(海南省环境监测中心站, 海南 海口 570206)

**摘要:** 以过硫酸钾代替铁氰化钾作氧化剂, 在 pH  $10 \pm 0.2$  溶液中, 用 4-氨基安替比林萃取法比色测定低浓度挥发酚, 于 460 nm 处有最大吸收峰, 在  $0 \mu\text{g}/250 \text{ mL} \sim 15 \mu\text{g}/250 \text{ mL}$  范围内符合比尔定律。4 次校准曲线相关系数为  $0.9999 \sim 0.9994$ 。相对标准偏差为 0.2%, 回收率为 91%~97%。显色反应的选择性、稳定性、重现性和准确性均较好。氧化剂较稳定, 易保存、无毒性。

**关键词:** 挥发酚; 过硫酸钾; 氧化剂; 水质

中图分类号: O 652.3

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2000)05-0033-02

## To Determine Volatile Phenol in Water by Taking Potassium Persulfate as Oxidant

CAI Ming

(Hainan provincial Environmental Monitoring Center, Haikou, Hainan 570206, China)

**Abstract:** To take potassium persulfate as oxidant. For the solution with pH value  $10 \pm 0.2$ , the low-concentration volatile phenol was detected with colorimetric estimation. There had maximum absorption in 460 nm. Within  $0 \mu\text{g}/250 \text{ mL} \sim 15 \mu\text{g}/250 \text{ mL}$ , it conformed to Beer's Law. The relative coefficient of four standard curves was  $0.9999 \sim 0.9994$ , relative standard deviation was 0.2%, the recovery rate was 91%~97%. And the oxidant was stable, easy to preserve and nonpoisonous.

**Key words:** Volatile phenol; Potassium persulfate; Oxidant; Water quality

对于水中较低浓度酚的测定多采用比色法, 其中 4-氨基安替比林萃取光度法以具有精密、准确、操作容易、分析快速、重复性好等优点而被广泛采用。然而, 在环境中遇适合条件则可产生剧毒物  $\text{CN}^-$ , 造成环境二次污染。今改用过硫酸钾取代铁氰化钾作氧化剂, 取得较好结果。

### 1 试验

#### 1.1 主要试剂

20 g/L 4-氨基安替比林(经提纯、空白值 < 0.100) 溶液; 50 g/L 过硫酸钾溶液;  $\text{NH}_4\text{OH}-\text{NH}_4\text{Cl}$  缓冲溶液(pH 约为 10.7); 1.00 mg/L 苯酚标准溶液。

#### 1.2 苯酚标准溶液的测定

取 8 个 500 mL 分液漏斗, 分别加 100 mL 水, 依次加入一系列苯酚标准溶液, 再分别加水至 250 mL。加缓冲溶液 2 mL, 混匀, 加 4-氨基安替比林溶液 1.5 mL, 混匀, 再加过硫酸钾溶液 1.5 mL 充分混

匀, 放置 10 min, 准确加入氯仿 10.0 mL, 加塞, 剧烈振荡 2 min, 静置分层。用干脱脂棉拭干分液漏斗颈管内壁, 在颈管内塞小棉花, 放出氯仿层, 于分光光度计 460 nm 波长处, 用 2 cm 比色皿, 以氯仿作参比, 测定吸光值。

#### 1.3 样品测定

取水样 250 mL 调节至 pH 4 左右, 置于 500 mL 全玻璃蒸馏器内, 加入数滴甲基橙溶液进行蒸馏, 用 250 mL 容量瓶收集馏出液, 转入分液漏斗, 加缓冲溶液 2 mL, 以下按测定标准溶液步骤进行。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 吸收光谱的测定

取苯酚 5.0  $\mu\text{g}$  按操作方法在不同波长下测定吸光值, 其最大吸收波长为 460 nm, 见图 1。

收稿日期: 2000-06-13

作者简介: 蔡明(1964-), 女, 海南屯昌人, 工程师, 学士, 已发表论文 1 篇。

## 2.2 酸度影响

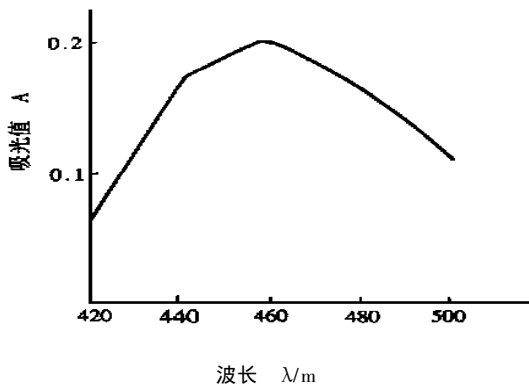


图1 5.0 μg 苯酚吸收曲线

用氨水控制 pH 在 9.8~10.2 范围,当 pH 在 10.2 以上时, pH 值稍有改变就会出现很大差异。

## 2.3 显色时间与稳定时间

放置 10 min~15 min 显色完全,显色后萃取液可稳定 4 h,超过 4 h 吸光值偏高。

## 2.4 精密度

将地表水样加入一定量标准溶液,取 6 个平行样进行蒸馏测定,均值为 0.031 mg/L,相对标准偏差为 5%,精密度较好,符合国家环境水质测定质量要求。

## 2.5 加标回收率

对 6 个水样(苯酚含量在 2.5 μg~4.0 μg)各加标 1.0 μg,测得加标回收率在 90%~97% 之间。

## 2.6 线性范围与检测限

试验中,测得苯酚含量在 0 μg/250 mL~15 μg/250 mL 之间符合比尔定律,4 次校准曲线的相关系数为 0.999 8~0.999 4。检测限为 0.002 mg/L,与国家标准方法相同。

## 2.7 两种氧化剂测定同一标准系列的比较

分别用铁氰化钾和过硫酸钾为氧化剂对同一系列苯酚标准溶液进行测定,绘制校准曲线。回归方程:

铁氰化钾为  $y = 0.048x - 0.002$ ,  $r = 0.999 8$ ;

过硫酸钾为  $y = 0.047x - 0.001$ ,  $r = 0.999 9$ 。

两条曲线基本一致,其斜率和截距经  $t$  检验,均无显著性差异。

从上述试验表明,以过硫酸钾代替铁氰化钾作氧化剂测定水中挥发酚,其方法灵敏度、稳定性、精密度和加标回收率均较好,且避免了铁氰化钾对环境的污染。

本栏目责任编辑 李延嗣

(上接第 21 页)

2.4.2  $\text{HCOO}^-$ 、 $\text{CH}_3\text{COO}^-$  的不稳定性

由于受实验环境中光化学作用和溶液中微生物、细菌的影响, $\text{HCOO}^-$ 、 $\text{CH}_3\text{COO}^-$  在溶液介质中稳定性较差<sup>[3]</sup>。因此,在配制标准液时应及时换用新配制的低浓度使用液。研究结果<sup>[4,5]</sup>表明,在  $\text{F}^-$ 、 $\text{CH}_3\text{COO}^-$ 、 $\text{HCOO}^-$  和  $\text{Cl}^-$  的混合标准溶液中,当  $\text{HCOO}^-$ 、 $\text{CH}_3\text{COO}^-$  浓度低于 1.0 mg/L 时,标准溶液仅仅稳定 2h 左右。另外,实验室空气中的甲酸、乙酸也将影响样品中痕量  $\text{HCOO}^-$ 、 $\text{CH}_3\text{COO}^-$  的测定。样品容器的材质、样品暴露时间、暴露面积等因素对测定结果也有一定的影响。使用高洁净度实验室,减少待测溶液在空气中的暴露时间可提高分析的准确度和重现性。

## [参考文献]

- [1] 代希林. HPIC-AS3 柱在降水有机酸分析中的应用[A]. 第五届全国离子色谱学术报告论文集[C]. 青岛:中国仪器仪表学会分析仪器学会,1995. 50.
- [2] 牟世芬、刘开录. 离子色谱[M]. 北京:科学出版社,1986. 74~76.
- [3] Linda Jolley Herlihy. Bacterial Utilization of Formic and Acetic Acid in Rainwater [J]. Atmospheric Environment, 1983, 21 (11): 2397~2402.
- [4] M. Legrand and C. Saigne. Formate, Acetate and Methanesulfonate Measurements in Antarctic Ice [J]. Atmospheric Environment, 1988, 22 (5): 1011~1017.
- [5] Alan D. Hewitt. Contamination of Aqueous Samples with Formate and Acetate from Ambient Air [J]. Atmospheric Environment, 1991, 25A (2): 453~457.

## 敬告读者

本刊 2001 年征订工作正在进行中,全年定价 30.00 元,欢迎新老订户踊跃订阅。