

乙醇提纯 4-氨基安替比林试剂

金筱青, 陈晓娟

(苏州市环境监测中心站, 江苏 苏州 215004)

中图分类号: O 652. 4

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2005)01-0041-01

用 4-氨基安替比林 (4-AAP) 萃取光度法^[1]测定水中挥发酚, 由于 4-AAP 试剂易潮解氧化变质, 使空白值偏高, 且波动幅度大, 从而影响测定结果的精确度和方法检测限。用苯清洗 4-AAP 苯毒性较大, 对环境和操作人员均有影响。现使用乙醇提纯 4-AAP 晶体, 取得了较好的效果。

称取待提纯的 4-氨基安替比林 5 g 于铺有滤纸的布氏漏斗内, 漏斗装在抽滤瓶上, 用少量 $\omega(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}) = 95\%$ 乙醇均匀地洒在 4-AAP 晶体上 (至浸没晶体), 用玻璃棒小心均匀地搅动晶体, 抽滤至干, 如此重复洗涤至晶体呈淡黄色, 乙醇洗涤液接近无色为止, 洗涤后的晶体放在表面皿上晾干, 置于干燥器内避光保存。用此提纯后的 4-AAP 试剂配制 20 g/L 溶液。

用苯提纯^[1]同一试剂瓶中的 4-AAP, 并配制 20 g/L 溶液。

用经上述两种提纯的 4-AAP 溶液作为显色剂按照 4-AAP 萃取光度法^[1]进行测定试验。

重复多次测定试剂空白吸光值 A_0 和校准曲线斜率 b , 其均值苯提纯的 A_0 为 0.030 b 为 0.041 8 乙醇提纯的 A_0 为 0.034 b 为 0.014 5。经 t 检验两种方法绘制的校准曲线无显著差异, 不存在系统误差。

用中国环境监测总站标准样 (0.045 mg/L \pm 0.003 mg/L) 进行测定, 苯提纯法为 0.044 mg/L, 乙醇法为 0.043 mg/L, 均在标准样品给定值范围内。

分别采用两种提纯的 4-AAP 溶液对实际水样中挥发酚进行测定, 结果见表 1。

从表 1 可以看出两种方法的测定值极为一致, 对于低浓度水样, 绝对误差不超过 0.002 mg/L; 对于较高浓度水样 (> 0.010 mg/L), 相对误差不超过 10%。用配对 t 检验对两种测定结果作统计

表 1 样品测定结果

样品	测定值 $\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$		误差 ^①
	乙醇提纯法	苯提纯法	
1	0.004	0.004	0.000
2	0.006	0.006	0.000
3	0.004	0.005	0.001
4	0.020	0.019	5.1
5	0.024	0.026	8.0
6	0.044	0.043	2.3

① 样品 1~3 为绝对误差, mg/L; 样品 4~6 为相对误差, %。以苯提纯法为基准。

检验, 表明它们之间无显著性差异。

苯和乙醇均可用作清洗提纯 4-AAP 固体试剂, 清洗后 4-AAP 仍是固体, 可以准确称量配制, 因而方法灵敏度较高且稳定。试验表明, 改用乙醇提纯后 4-AAP 试剂测定样品, 其灵敏度、线性关系、相对误差均符合环境监测技术规定要求。乙醇毒性比苯小得多, 对环境和操作人员均无甚影响, 乙醇挥发性大, 洗涤后的晶体容易干燥, 操作简单, 是一个理想的提纯剂。但 4-AAP 在乙醇中溶解度较大, 因此用乙醇提纯时, 试剂有一定损失。

参考文献

- [1] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 第四版, 北京: 中国环境科学出版社, 2002. 462-463

收稿日期: 2004-06-14; 修订日期: 2004-11-27

作者简介: 金筱青 (1974-), 女, 江苏苏州人, 工程师, 硕士, 从事环境监测工作。