

毛细管电泳法直接测定化工废水中邻苯二甲酸二丁酯

李海燕, 施银桃, 曾庆福

(武汉科技学院环境科学研究所, 湖北 武汉 430073)

摘要: 采用胶束毛细管电泳法, 在分离水中 5 种邻苯二甲酸酯的基础上, 对化工废水中邻苯二甲酸二丁酯进行了直接测定。以峰面积定量, 标准曲线在 4 mg/L ~ 50 mg/L 线性关系良好, 检出限为 0.64 mg/L, 加标回收率为 104% ~ 106%。

关键词: 胶束毛细管电泳法; 邻苯二甲酸二丁酯; 化学工业废水; 测定

中图分类号: O657.8 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2006)04-0019-02

Direct Determination of Dibutylphthalate in Chemical Industry Waste-water by Micelle Capillary Electrophoresis

LI Hai-yan, SHI Yin-tao, ZENG Qing-fu

(The Institute of Environmental Science of Wuhan Science and Technology College, Wuhan, Hubei 430073, China)

Abstract: With micelle capillary electrophoresis, this article directly determined the Dibutylphthalate in chemical waste-water based on separating 5 kinds of Phthalate of the water. The standard curve was good with linearity relations from 4 mg/L to 50 mg/L, the lowest limits was 0.64 mg/L, and the adding - sign returns-ratio was from 104% to 106%.

Key words: Micelle capillary electrophoresis; Dibutylphthalate; Chemical waste-water; Determination

邻苯二甲酸酯类化合物主要用作增塑剂, 是一类重要的环境激素, 已成为环境工作者关注的重点有机污染物之一^[1,2]。其中邻苯二甲酸二丁酯 (DBP) 用量较大, 《地表水环境质量标准》(GB 3838-2002) 已将其列为特定监测项目, 目前国内外通常采用气相色谱法或液相色谱法分离测定^[3,4]。毛细管电泳技术是电泳技术与色谱技术的结合, 具有柱效高、选择性好、分析速度快、进样量少、运行成本低、溶剂消耗量少、无二次污染等特点^[5,6]。今采用胶束毛细管电泳法直接测定化工废水中 DBP, 结果令人满意。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

PLACETM MDQ 毛细管电泳仪, 美国贝克曼公司, 毛细管 75 μm \times 60 cm。

标准储备液: 用甲醇分别配置 10 g/L 5 种邻苯二甲酸酯的单个标准储备液, 于 4 $^{\circ}\text{C}$ 保存; 邻苯二甲酸二甲酯 (DMP), 上海化学试剂公司; DBP, 邻

苯二甲酸二乙酯 (DEP)、邻苯二甲酸丁苄酯 (BBP)、邻苯二甲酸 (2-乙基己基) 酯 (DEHP), 天津化学试剂厂; 甲醇、硼砂、磷酸钠、十二烷基硫酸钠 (SDS) 均为分析纯。

1.2 分析条件

毛细管电泳条件: 检测波长 200 nm, UV 检测器, 恒温 25 $^{\circ}\text{C}$, 电压 25 kV; 缓冲溶液为: SDS 25 mmol/L, 四硼酸钠 5 mmol/L, 磷酸钠 3 mmol/L, pH 值为 9.2; 进样时间 5 s, 进样压力 3.5 $\times 10^3$ Pa; 缓冲溶液中加入甲醇, 体积分数为 22%, 0.45 μm 滤膜过滤。

2 结果与讨论

2.1 标液与样品电泳图

在上述分析条件下测定 5 种邻苯二甲酸酯混

收稿日期: 2005-12-13; 修订日期: 2006-06-01

基金项目: 武汉科技学院基金资助项目 (20032406)

作者简介: 李海燕 (1963—), 女, 河北滦县人, 副教授, 本科, 从事水处理及水质分析工作。

合标液 (BBP 为 20 mg/L, 其他均为 10 mg/L) 与武汉某厂生产车间未经处理的废水样, 其电泳对照图谱见图 1。从图 1 可知, 在 30 min 内, 5 种邻苯二甲酸酯得到了较好的分离, 出峰顺序为 DMP、DEP、DBP、BBP、DEHP, 其中 DBP 出峰时间为 24.9 min, 实际废水样中存在 DBP 吸收峰。

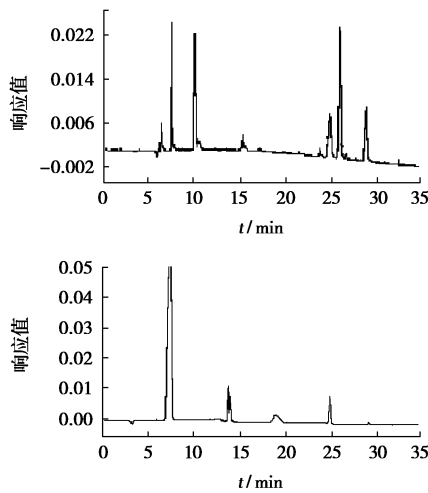


图 1 混合标液 (上) 与实际废水样 (下) 的电泳峰

2.2 有机添加剂的选择

邻苯二甲酸酯类化合物具有疏水性, 需要在缓冲溶液中加入有机添加剂, 以增加样品在缓冲液中的溶解度。经条件试验, 选择有机添加剂甲醇, 其体积分数为 22% 时分离效果最佳。

2.3 峰面积与迁移时间的重现性

胶束电动毛细管色谱法中, 样品挥发性对峰面积重现性的影响较大, 而缓冲液的挥发则影响迁移时间的重现性。试验证明, 因邻苯二甲酸酯沸点较高, 样品挥发对峰面积重现性的影响较小; 但由于缓冲液中有有机添加剂甲醇的挥发性较强, 对迁移时间重现性的影响较大, 需每运行 2 h 左右更换缓冲液。进行 DBP 峰面积与迁移时间重现性试验 ($n = 10$), 结果 $RSD_s = 2.6\%$, $RSD_t = 0.3\%$ 。

2.4 标准曲线与检出限

测定 4 mg/L ~ 50 mg/L DBP 标准溶液系列, 用峰面积回归, 得标准曲线回归方程为 $y = 0.1028x + 0.0039$, 相关系数 $r = 0.9998$ 。以信噪比为 3 计, 检出限为 0.64 mg/L。

2.5 加标回收试验

用该方法测定实际废水样, 并进行 10 mg/L DBP 加标回收试验 ($n = 3$), 结果见表 1。

表 1 加标回收试验结果

样品	1	2	3
测定值 / (mg · L ⁻¹)	10.7	10.4	10.7
回收率 / %	104	105	106

3 结论

采用胶束毛细管电泳法可快速分离水中 DMP、DEP、DBP、BBP、DEHP 5 种化合物, 直接测定化工废水中 DBP, 方法线性关系良好, 峰面积与迁移时间的重现性较好, 精密度和准确度均符合要求。

【参考文献】

- [1] 胡晓宇, 张克荣, 孙俊红, 等. 中国环境中邻苯二甲酸酯类化合物污染的研究 [J]. 中国卫生检验杂志, 2003, 13 (1): 9 - 14.
- [2] 周少奇, 林云琴. 环境激素污染研究进展 [J]. 环境污染与防治, 2004, 26 (1): 25 - 27.
- [3] 牛增元, 房丽萍, 孙健, 等. 气相色谱法同时测定涂料中的苯系物和邻苯二甲酸酯类环境激素 [J]. 分析测试学报, 2004, 23 (3): 106 - 109.
- [4] 焦飞, 多克辛, 王玲玲, 等. 河南省主要城市水源水中微量有毒有害有机污染现状调查与研究 [J]. 中国环境监测, 2004, 20 (2): 5 - 9.
- [5] 王琳玲, 黄卫红, 邵秀梅, 等. 环境内分泌干扰素分析方法进展 [J]. 分析科学学报, 2003, 19 (2): 179 - 184.
- [6] SOGA T, MAZUMI M. Capillary electrophoresis method for the analysis of inorganic anions, organic acids, amino acids, nucleotides, carbohydrate and other anionic compounds [J]. Electrophoresis, 2001, 22 (16): 3413 - 3425.
- [7] 李昭阳, 汤洁, 孙平安, 等. 长春市城市道路交通 CO 污染空气分布模拟研究 [J]. 环境科学研究, 2005, 18 (1): 78 - 82.
- [8] 陈红梅, 陈崇成, 汪小钦. 应用 CALNE4 模式模拟机动车排气污染的时空分布——以厦门市主干道为例 [J]. 福州大学学报 (自然科学版), 2004, 32 (2): 257 - 260.
- [9] 陈长虹, 景启国, 王海鲲, 等. 重型机动车实际排放特性与影响因素的实测研究 [J]. 环境科学学报, 2005, 25 (7): 870 - 878.
- [10] 王海鲲, 陈长虹, 黄成, 等. 应用 ME 模型计算上海市机动车污染物排放 [J]. 环境科学学报, 2006, 26 (1): 1 - 9.

本栏目责任编辑 张启萍