

荧光光度法测定地表水中阴离子表面活性剂

李红英

(宁夏大学化学化工学院, 宁夏 银川 750021)

摘要: 采用荧光光度法测定地表水中烷基苯磺酸盐类阴离子表面活性剂, 讨论了 pH 值和干扰物质对测定的影响。方法在 0.200 mg/L~5.00 mg/L 范围内线性良好, 检出限为 0.081 mg/L, 实际水样加标回收率为 98.6%~101%。

关键词: 烷基苯磺酸盐; 阴离子表面活性剂; 荧光光度法; 地表水

中图分类号: O657.32 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2010)03-0046-02

Determination of Anionic Surfactant in Surface Water by Fluorimetry

LI Hong-ying

(Chemistry and Chemical Engineering College of Ningxia University, Yinchuan, Ningxia 750021, China)

Abstract A method was established by fluorescent spectrophotometry for determining anionic surfactant in surface water sample. The effects of pH and interferential ion on the tests were discussed. Linearity of the method ranged from 0.200 mg/L to 5.00 mg/L. The detection limit was 0.081 mg/L. Spiked recoveries of practical water samples were between 98.6% and 101%.

Key words Alkylbenzene sulfonate; Anionic surfactant; Fluorescent spectrophotometry; Surface water

表面活性剂在工业和日常生活中的应用越来越广泛, 随着其在水体中排放量的增加, 导致江河、湖泊和海洋等水质污染问题日益严重^[1]。阴离子表面活性剂分为羧酸盐、硫酸酯盐、磺酸盐和磷酸酯盐 4 大类, 其使用占表面活性剂总产量的 40% 以上。阴离子表面活性剂进入水体后, 聚集在水和其他微粒表面, 产生泡沫或发生乳化现象, 阻断水中氧气的交换, 导致水质恶化, 并对水生生物造成危害, 是水质监测的指标之一^[2]。烷基苯磺酸盐是阴离子表面活性剂中最重要的一个品种, 也是我国合成洗涤剂的主要活性成分, 还被用作大多数农药原油或原药润湿剂。阴离子表面活性剂的测定方法有亚甲蓝分光光度法^[3-5]、甲基紫光度法^[6]、水相直接显色光度法、色谱法和流动注射光度法^[7]等。今采用荧光光度法测定地表水中烷基苯磺酸盐类阴离子表面活性剂, 方法简便、准确。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

RF-5301 型荧光光度计, 日本岛津公司; PHS

-3C 型酸度计, 上海精密科学仪器有限公司。

1 000 mg/L 十二烷基苯磺酸钠标准储备液: 准确称取十二烷基苯磺酸钠 0.250 0 g 用水溶解后, 转移至 250 mL 容量瓶中定容、摇匀; 10.0 mg/L 十二烷基苯磺酸钠标准使用液: 精确移取 2.50 mL 标准储备液至 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀; 氯化钠; 氯化镁; 碳酸氢钠; 硫酸锌; 碳酸钙; 硫酸; 氢氧化钠; 试验用水为去离子水, 其他试剂均为分析纯。

1.2 样品测定

水样经孔径 0.45 μm 的微孔滤膜过滤后, 调节 pH 值为 6~7, 在激发波长 261 nm、发射波长 315 nm 下测量荧光强度。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线

分别移取 10.0 mg/L 十二烷基苯磺酸钠标准

收稿日期: 2009-08-13 修订日期: 2010-02-26

作者简介: 李红英 (1961-), 女, 河北冀县人, 副教授, 硕士, 从事分析化学研究。

使用液 1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、9.0 mL、13.0 mL、17.0 mL、21.0 mL、23.0 mL、25.0 mL 于 50 mL 容量瓶中, 调节 pH 值为 6~7, 用水定容, 配制成 0.200 mg/L~5.00 mg/L 标准溶液系列。在激发波长 261 nm、发射波长 315 nm 下测量荧光强度, 以荧光强度为纵坐标、质量浓度为横坐标绘制标准曲线, 回归方程为 $y = 13.5x + 55.3$ 相关系数 $R^2 = 0.9987$ 。

2.2 pH 值对测定的影响

取 8 个 50 mL 烧杯, 分别加入 10.0 mg/L 十二烷基苯磺酸钠标准使用液 10.0 mL, 加水至约 30 mL, 混匀并调节溶液 pH 值为 4.5、6、7、8、9、10、11, 用水定容至 50 mL 后测量荧光强度, 结果见图 1。当溶液 pH 值 > 6 时, 其变化对荧光强度的影响不大, 该试验选择 pH 值范围为 6~7。

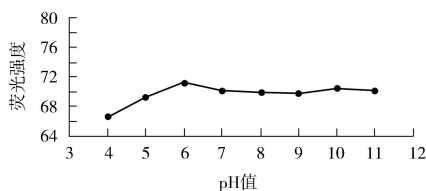


图 1 pH 值对荧光强度的影响

Fig 1 Effect of pH on fluorescent intensity

2.3 干扰物质的影响

移取 10.0 mg/L 十二烷基苯磺酸钠标准使用液 10.0 mL 于 50 mL 容量瓶中, 分别加入一定量各种干扰物质, 用水稀释至刻度, 测量荧光强度, 考察干扰物质对测定的影响。试验表明, Ca^{2+} 、 Cu^{2+} 、 K^+ 、 Fe^{3+} 对测定有一定影响, $\rho(\text{Ca}^{2+}) > 2.000 \text{ mg/L}$ 和 $\rho(\text{K}^+) > 3.000 \text{ mg/L}$ 将导致荧光强度增加, $\rho(\text{Fe}^{3+}) > 1 \text{ mg/L}$ 和 $\rho(\text{Cu}^{2+}) > 3 \text{ mg/L}$ 会使荧光强度降低, 其他物质对测定影响不大。干扰物质对荧光强度的影响见表 1。

2.4 方法检出限与精密度

按 $\text{MDL} = 3.143 \delta_{\text{空白}}$ 计算方法检出限为 0.081 mg/L, 相对标准偏差为 0.5% ($n = 8$)。

2.5 加标回收试验

用该方法测定地表水样品, 同时做加标回收试验, 并与亚甲蓝分光光度法的测定结果比较, 结果见表 2。荧光光度法的测定回收率高于亚甲蓝法, 可能是由于亚甲蓝法属于溶剂萃取分光光度法, 操作较复杂, 耗时长, 引入误差的几率较大。

表 1 干扰物质对荧光强度的影响

Table 1 Effect of interfeential ion on fluorescent intensity

干扰物质	质量浓度 $\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	荧光强度
无		69.00
Na^+	5.000	68.63
Ca^{2+}	2.000	94.88
Mg^{2+}	1.500	69.38
K^+	3.000	72.00
HCO_4^-	100	70.13
Cu^{2+}	3	64.88
Zn^{2+}	4	68.25
Al^{3+}	20	67.50
Fe^{3+}	1	65.63
三氯甲烷	1.5	70.20
苯酚	1	69.85

表 2 加标回收试验结果

Table 2 Results of spiked recovery

样品测定值 $m/\mu\text{g}$	加标量 $m/\mu\text{g}$	荧光光度法		亚甲蓝法	
		测定值 $m/\mu\text{g}$	回收率 /%	测定值 $m/\mu\text{g}$	回收率 /%
52.7	25.0	77.9	101		
52.7	50.0	102	98.6	94.3	83.2
52.7	100	152	99.3	139	86.3

3 结语

采用荧光光度法测定地表水中烷基苯磺酸盐类阴离子表面活性剂, 操作简便, 灵敏度高, 准确性好, 测定中应避免 Ca^{2+} 、 Cu^{2+} 、 K^+ 、 Fe^{3+} 等的干扰。

[参考文献]

- [1] 袁东, 付大友, 张新申. 阴离子表面活性剂的测定方法及研究进展 [J]. 四川理工学院学报 (自然科学版), 2005 (4): 27-32.
- [2] 刘先军, 崔宝臣. 阴离子表面活性剂的 QSPR 研究进展 [J]. 黑龙江科技信息, 2009 (2): 3.
- [3] 国家环境保护局. GB 7494-87 水质 阴离子表面活性剂的测定 亚甲蓝分光光度法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1987.
- [4] 覃建民, 王小杰, 杨雪峰, 等. 亚甲蓝分光光度法测定生活饮用水中阴离子表面活性剂 [J]. 中国卫生检验杂志, 2006 (10): 1185-1186.
- [5] 马威, 袁英贤, 李冰. 亚甲蓝分光光度法测定废水中阴离子表面活性剂研究 [J]. 河南科学, 2003 (4): 421-423.
- [6] 冯泳兰, 陈素林. 甲基紫光度法测定水中十二烷基磺酸钠 [J]. 环境监测管理与技术, 2008, 20 (2): 28-29, 59.
- [7] 韩晓嫣, 邵志刚. 高效液相色谱法测定废水中阴离子表面活性剂 [J]. 净水技术, 2006 (3): 71-73.