MobiChem[™] 便携式化学分析仪快速测定环境水样中的挥发酚

郭蓉1,徐亮1,宛文博2,魏宏农1

(1. 江苏省环境监测中心, 江苏南京 210036; 2. 江苏省环境科学研究院, 江苏省环境工程重点实验室, 江苏南京 210036)

摘要 [目的]研究环境水样中挥发酚的快速准确测定方法。[方法]使用美国 Microfluidica 公司生产的 MobiChem™ 便携式化学分析仪对环境水样中挥发酚进行快速测定。[结果]测定结果表明标准曲线呈现出良好的线性相关性,在环境水样测定中,灵敏度高,耗时短,且携带方便。[结论]该方法有效填补了突发性污染事故应急监测及现场督查工作中挥发酚项目快速测试的空白。

关键词 环境水样;挥发酚;快速测定;MobiChem™

中图分类号 S181.3 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2014)36-13010-02

Rapid Determination of Volatile Phenol in Environmental Water with MobiChemTM

GUO Rong¹, XU Liang¹, WAN Wen-bo² et al (1. Jiangsu Environmental Monitoring Center, Nanjing, Jiangsu 210036; 2. Jiangsu Research Academy of Environmental Sciences, Jiangsu Provincial Key Laboratory of Environmental Engineering, Nanjing, Jiangsu 210036)

Abstract [Objective] The research aimed to study the fast and accurate method for the determination of volatile phenol in environmental water. [Method] MobiChem™ was used in the rapid determination of volatile phenol in environmental water. [Result] The results showed that the method turned out to be high sensitive with correlation coefficient of standard curve as 0.9995 in short time, portable and convenient meantime. [Conclusion] This study proved that this method is adequate for emergency monitoring and field analysis.

Key words Environmental water; Volatile phenol; Rapid determination; MobiChem^T

含酚废水是导致水环境污染的重要来源之一,人体摄入一定量时,可能引发急性中毒,长期饮用被酚污染的水,可引起头昏、出疹、瘙痒、贫血及各种神经系统症状^[1]。挥发酚通常是指沸点低于230℃的酚类,属高毒物质。一般规定饮用水挥发酚浓度为0.001 mg/L,水源的水中最大容许浓度可以是0.002 mg/L,地面水最高容许浓度为0.01 mg/L^[2]。由挥发酚超标引起的水环境问题近年来时有发生,尤其是其中涉及饮用水安全的事件,往往会引发饮用水抢购等社会恐慌问题,严重影响人民群众的健康与社会安定。因此快速且准确地测定水中的挥发酚,及时评估其环境影响与人体健康影响具有重要的意义。

目前国内外测定挥发酚的方法主要有荧光法、气相色谱 法、气质联用分析法、液相色谱法、分光光度法和流动注射法 等。但这些方法存在操作繁琐、试剂用量多、分析速度慢等 缺点,不适于大批量水样的快速检测[3]。我国实验室测定挥 发酚,普遍采用国标 GB/T 8538 - 2008 以及 HJ 503 - 2009 中 4-氨基安替比林分光光度法[4],取样后必须在24 h 内检测 完毕,该方法同样存在操作繁琐,耗时长,试剂用量大,且仪 器、试剂携带不便等不足,无法满足突发性污染事故应急监 测及现场督查工作的需要[5]。因而挥发酚的快速测定近年 来成为环境领域的研究热点。钟明霞采用连续流动分析仪 测定水中挥发酚,结果表明能满足大批量的环境样品的快速 分析[6]。刘俊采用小体积蒸馏对4-氨基安替比林分光光度 法进行了改进探索,将水中挥发酚的现场快速测定与国标法 相比速度提高了1倍以上[5]。权瑞运用比色分析的朗伯-比尔定律和真空工艺设计,研制成水中挥发酚快速测试管 法,将 3 ~ 5 h 的测定时间缩短为 10 min^[7]。

基金项目 江苏省环境监测科研基金项目(1203)。

作者简介 郭蓉(1985-),女,湖南怀化人,硕士研究生,研究方向:水 环境应急监测与水质评价。

收稿日期 2014-11-11

1 材料与方法

- 1.1 工作原理 MobiChem[™]便携式化学分析仪的工作原理主要是基于"区带流体"(Zone Fluidics)理论,将试剂和样品等通过多通道选择阀按顺序输送到各处理单元,进行样品前处理、显色反应和分析检测。在测定挥发酚的过程中,先使用双向泵将水样和试剂输送到前处理单元进行处理,再利用双向泵顺序抽取显色反应试剂及预处理后的水样到储存管,进行显色反应,最终双向泵将生成的显色染料输送到流通池进行检测。
- **1.2 仪器设备** 使用美国 Microfluidica 公司生产的 MobiChem[™]便携式化学分析仪进行试验。
- 1.3 试剂 载液:无酚水。酚标样:使用挥发酚标准样品 (102310)配制 500 μ g/L 酚标样。试剂 1: H_3 PO₄ 溶液按 1: 2 稀释 85% 浓磷酸。试剂 2: 1 mol/L NaOH。试剂 3: 0. 025 mol/L NaOH。试剂 4: 4-AAP 溶液。称取 0. 1 g 4-AAP,溶于 10 ml 去离子水中。试剂 5: 称取 0. 62 g H_3 BO₃ 和 0. 75 g KCl,加入 10 ml 1 mol/L NaOH,用去离子水稀释定容至 50 ml,每次使用前调节 pH 为 11. 00 ± 0. 01。试剂 6: 称取 0. 08 g K_3 [Fe(CN)₆] 溶于 10 ml 缓冲溶液贮备液中。试剂 7: 25 ml 去离子水中加入 5~6 滴高浓度表面活性剂。

2 结果与分析

- **2.1** 标准曲线 使用环境保护部标准样品研究所 500 mg/L 挥发酚标准样品 (102310),配制挥发酚标准溶液,并连续测定。试验结果表明,溶液在 $0 \sim 500 \, \mu \text{g/L}$ 的浓度范围内呈良好的线性关系,如图 $1 \, \text{所示}$,线性测试结果为 $R = 0.999 \, 5$,所得标准曲线方程为 $y = 0.003 \, 4 + 0.000 \, 2x$,详见表 1。
- **2.2** 准确度和精密度试验 连续测定 7 次,根据测量结果 算出相对标准偏差(RSD),在 200 μ g/L下 RSD = 2.998%,在 400 μ g/L下 RSD = 2.991%,详见表 2。
- **2.3 环境水样测试** 2014年5月,布设12个监测点位并采集水样,使用MobiChem[™]便携式化学分析仪进行挥发酚测

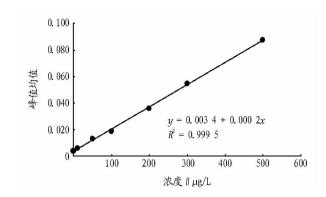


图1 挥发酚标准曲线 表1 挥发酚标准曲线

标准曲线	浓度//μg/L	峰值均值	相关系数
1	0	0.003 7	0.999 5
2	10	0.005 7	
3	50	0.012 6	
4	100	0.018 6	
5	200	0.035 9	
6	300	0.054 6	
7	500	0.087 7	

表 2 精密度和准确度测定结果(n=7)

浓度	测定平均值	标准偏差	相对标准
μg/L	μg/L	μg/L	偏差//%
200	190.3	5.70	3.00
400	382.6	11.45	2.99

定。测定结果显示,挥发酚浓度范围在18.60~141.0 μg/L, 图 3 表明并未出现奇异值、极值等异常值,详细结果见表 3。

表 3 环境水样测定结果

水样	浓度//µg/L	水样	浓度//μg/L
S1	18.60	S6	22.17
S2	14.53	S7	141.00
S3	19.88	S8	9.18
S4	93.82	S9	79.66
S5	122.40	S10	45.96

从空间分布来看均十分一致,而两者与低云量的关系,在图

空间和时间上的分辨率还不是十分令人满意。另外,低云在

青藏高原地区的数据为无效值,使绘制图像出现缺失,对分

析整个低云有一定影响。因此,今后可以结合其他的云量资

料,如地面资料等来进一步分析中国地区云的多个特征参量

(5)由于文中资料是从卫星上获取,其反演出的结果在

(上接第12997页)

的变化趋势。

像上看并没有特别明显的相关性。

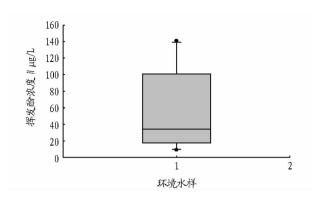


图 3 环境水样挥发酚浓度分布

3 结论

与传统实验室挥发酚测定方法相比,MobiChem™便携式化学分析仪在测定精密度和准确度满足相关要求的前提下,标准曲线呈现出良好的线性相关性。此外,在环境水样测定中,可用于 ppb 浓度级监测,并大大缩短了分析所需时间(1个样品测定时间15 min),且携带方便,可用于突发性污染事故应急监测及现场督查工作,有效地填补了突发性污染事故应急监测及现场督查工作中挥发酚项目快速测试的空白。此外,此法试剂用量少,废液排放少,明显降低了人体接触毒性及二次污染,符合有毒有害污染物测定低消耗的发展要求。

参考文献

- [1] 国家环境保护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].4版.北京:中国环境科学出版社,2002;458.
- [2] 郑素琴. SKALAR San + +型连续流动分析仪测定水中挥发酚的方法 研究[J]. 水利科技与经济,2011,17(7):26-29.
- [3] 刘红霞,李琼.环境介质中挥发酚的监测技术现状与展望[J]. 环境科学与管理,2012,37(6):132-137.
- [4] 王明璐, 尹继宇. 4 氨基安替比林萃取光度法测定水中挥发酚的不确定度评定[J]. 环境科技,2009,22(S1):34 35.
- [5] 刘俊. 水中挥发酚的现场快速测定[J]. 资源环境与工程,2013,27(3): 325-327.
- [6] 钟明霞. 连续流动分析仪法快速测定水中挥发酚的研究[J]. 环境科学导刊,2007,26(S1):89-91.
- [7] 权瑞. 水中挥发酚的快速测定研究[J]. 河南科学,2008,26(5):546 548.

参考文献

- [1] 牛晓瑞,王淑瑜. 华北地区低云量的变化特征及其影响因子分析[J]. 高原气象,2012,31(5):1340-1347.
- [2] ROSSOW W B. SCHIFFER R A. Advances in Understanding Clouds from ISCCP[J]. Bulletin of the American Meteorological Society, 1999,80(11): 2261 – 2287.
- [3] 白龙, 雷惠, 张翾. 用 MATLAB 读取 HDF 格式数据的使用方法[J]. 仪器仪表学报, 2010, 31(8):434-438.
- [4] 陈林, 牛生杰, 仲凌志. MATLAB 对基于 HDF 格式的 MODIS 1B 数据的 提取与方法与实现[J]. 气象科学, 2006, 26(6):676-681.