

农田灌溉水中挥发酚的流动分析-分光光度分析法的建立

郝国辉, 沈娟

(江苏省农产品质量检验检测中心, 江苏 南京 210036)

摘要: 主要通过使用流动分析仪对农田灌溉水中的挥发酚进行测定, 有效地提高了检测的精密度与准确度。相比传统分光光度计检测法, 此法更方便和快捷, 大大降低了样品的使用量, 节省了人力物力, 较好地满足了批量样品测定的要求, 值得大力推广和应用。

关键词: 农田灌溉水; 挥发酚; 测定; 流动分析仪

中图分类号: X830.2

文献标志码: A

文章编号: 1005-4944(2013)05-0091-03

A New Method for Detecting Volatile Phenol in Irrigation Water

HAO Guo-hui, SHEN Juan

(Jiangsu Agro-product Quality Test Center, Nanjing 210036, China)

Abstract: Compared to traditional methods, the method using SFA to detect volatile phenols in irrigation water can improve accuracy and precision, as well as greatly reduce the sample consumption, sparing manpower and material resources. In addition, it is more convenient and faster, and is able to meet the requirements of measuring large amount of samples concurrently. Therefore, the method is worth popularizing and applying.

Keywords: irrigation water; volatile phenol; determination; skalar flow analyzer(SFA)

农田灌溉水中的酚类物质在高浓度时可影响作物的正常生长和产量, 甚至造成作物的死亡, 同时农田灌溉水中的酚还可能造成作物体内酚量的增加, 且作物体内的酚量与灌溉水中酚浓度具有正相关性。

对于农田灌溉水中酚的含量检测, 主要采用传统的四氨基安替比林分光光度法^[1]及溴化容量法。以上两种方法样品消耗量大, 前处理过程复杂而烦琐, 分析时间长, 数据的重现性和准确度差。采用流动分析仪对农田灌溉水中的挥发酚进行检测具备很多优点: 该方法使用样品量少, 操作过程简单, 分析速度快捷; 同时通过在线蒸馏后的比色测定能够弥补手动蒸馏的不足, 从而提高了数据的精密度与准确性。

1 材料与方法

1.1 主要仪器和试剂

仪器: 带 505 nm 滤光片以及在线蒸馏装置的 San++ 流动分析仪; 实验室常规分析仪器。

试剂: 挥发酚标准溶液($1\ 000\ \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$), 4-氨基安替比林, 磷酸, 铁氰化钾, 氢氧化钠, 磷酸二氢铵, 磷酸氢二铵, 超纯水(无酚)等。所用试剂均为优级纯。

1.2 测定方法

1.2.1 仪器参数

进样时间: 60 s; 清洗时间: 120 s; 空气注入: 1 s; 蒸馏温度: $135\ ^\circ\text{C}$ 。

仪器工作流程图如图 1 所示。

1.2.2 操作步骤

按照该仪器方法中要求配制试剂, 按照流程图连接管路。将样品置于自动进样器样品盘上, 开机稳定 0.5 h, 等蒸馏温度达到平衡状态, 将试剂管插入各个试剂瓶中。待基线稳定后, 依次对标准溶液、样品开始进样进行测定。检测结束后, 使用超纯水对所有管路进行清洗 30 min 以上, 最后依次关闭各个仪器单元。

该方法可进行样品直接进样, 如样品浑浊有悬浮物需过滤后进行测定。有些样品中氧化剂、油类、硫化物、有机或者无机还原性物质和苯胺类会干扰挥发酚的测定, 可在样品中加入磷酸直至 $\text{pH}<4$ 和 $1\ \text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 硫酸铜以消除干扰。

收稿日期: 2013-05-10

作者简介: 郝国辉(1979—), 女, 山东博兴人, 农艺师, 从事农业环境监测、评价及分析工作。E-mail: 31860763@qq.com

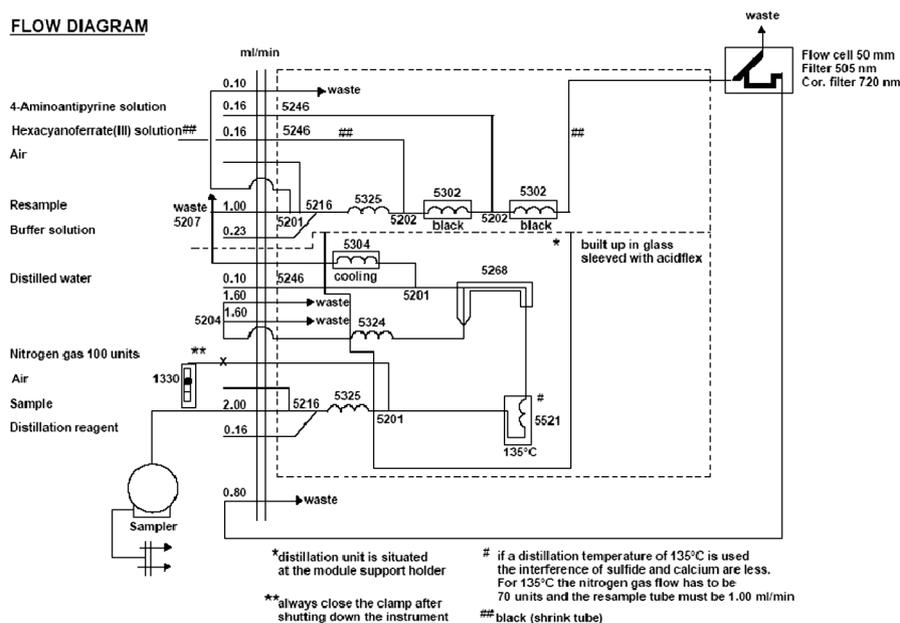


图1 流动分析仪测定挥发酚流程图

2 结果与讨论

2.1 标准曲线及检出限

实验条件下,配置 0、50、100、200、400、600、800、1 000 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 标准浓度曲线并测定其吸光度。结果表明在此范围内进行测定的吸光度与挥发酚浓度呈线性关系,线性方程为: $A=254.28086\rho-2162.59014$,相关系数 0.9997。同时对空白溶液进行 20 次连续进样,计算其检出限为 $3\ \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

挥发酚标准谱图如图 2 所示。

相比较 HJ 503—2009 中直接分光光度计的检出限 $10\ \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 来说,该方法的检出限更低。

2.2 准确度与精密度

上述实验条件下对水质挥发酚 200341 标准物质进行连续测定 21 次,结果见表 1。

按要求对水质挥发酚标准样品进行处理后,直接进样所得结果均扣除样品空白。21 次数据平均值为 109.2,该数据在标准值的允许误差范围内。

实验条件下对农田灌溉水 W008 号进行挥发酚的测定,测定 6 次结果见表 2。由表 2 可见,6 次标准

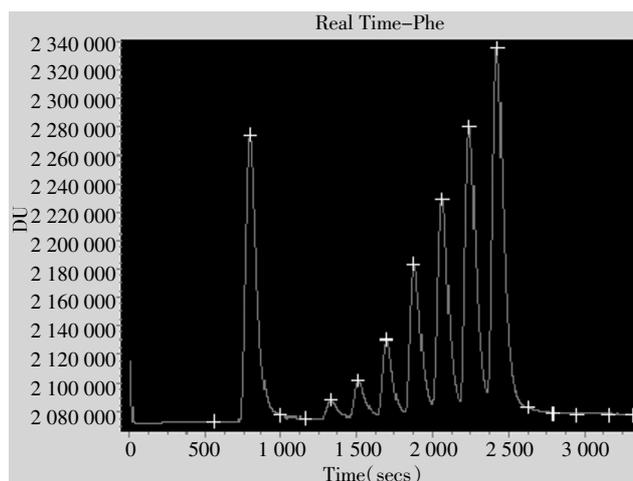


图2 挥发酚标准曲线谱图

偏差与相对标准偏差为 10%,该数据符合实验室质量控制指标中对精密度的要求^[2]。

上述实验条件下对 W008 号水进行添加回收实验,添加量为 $100\ \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$,对样品进行 10 次测量,所得结果见表 3。从表 3 中可看出,该添加回收实验的回收率为 98.6%,符合实验室质量控制指标^[2]。

表 1 水质挥发酚测定结果

样品编号	测量浓度/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	平均值/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	标准偏差/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	相对标准偏差/%	标准值/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$
200341	103.4,106.2,106.4,108.7,106.5,107.8,109.7,112.5, 111.9,112.0,111.5,111.6,111.7,108.4,109.0,108.0, 108.1,103.9,107.4,107.9,109.0	109.2	3.6	3.28	107±11

表2 农田灌溉水 W008 测定结果

样品编号	测量浓度/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	平均值/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	标准偏差/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	相对标准偏差/%
W008	11.95, 13.30, 10.30, 10.42, 12.60, 12.02	11.76	1.19	10.14

表3 添加回收测定结果

样品编号	加标浓度/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	测量浓度/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	平均值/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	回收率/%	标准偏差/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	相对标准偏差/%
W008(添加回收)	100	103,96.2,98.7,99.5,101,95.9,96.9,101,96.3,97.3	98.6	98.6	2.49	2.53

本实验分别对农田灌溉水、质量控制样品、目标样品添加回收进行了检测,检测结果均达到目标要求。综上所述本方法测量的准确度、精密度均符合要求,而且比传统方法有更高的稳定性和重现性。

2.3 影响因素及注意事项

2.3.1 试剂影响因素

实验过程中有几次不成功的经验,最终究其原因在于试剂。主要是受铁氰化钾、四氨基安替比林纯度的影响,对该2种试剂进行纯度提升后发现,问题得到解决。故建议该方法尽量使用优级纯以上试剂。

2.3.2 气泡影响因素

管路中气泡是否均匀,决定了实验数据的准确度。气泡泵管、进样泵管的压紧等都会影响气泡的均匀度,以及整个流路的密封性等不确定因素,都是造成影响的关键因素,发现气泡不均匀需要一一排查。

3 结论

结果证明:通过本方法对农田灌溉水中挥发酚的测定,所得数据准确可靠。且较传统方法来说,使用该方法对农田灌溉水中挥发酚进行测定具有以下优点:

(1)取样量少,检测方便快捷。传统方法使用 250

mL 样品进行预处理,本方法只需 4 mL 左右样品即可;能够进行自动进样以及在线蒸馏比色等功能,较传统方法蒸馏减少了人为控制因素。该方法大大节省了样品、试剂以及人力的消耗,能够更好地适用于大批量样品挥发酚的快速检测。

(2)检出限低,稳定性重现性好。该方法所得出的检出限明显低于直接分光光度法的检出限,更能满足对检测数据精度日益提高的实际需求。且从分析数据得到的标准偏差与相对标准偏差来看,该方法具有更好的获取数据的稳定性和重现性。

基于以上实验结果与分析,该方法较传统方法具有更为显著的优点,建议进一步推广与使用。

参考文献:

- [1] HJ 503—2009 水质挥发酚 4-氨基安替比林分光光度法[S].
- [2] NY 396—2000 农用水源环境监测技术规范[S].
- [3] 刘新慧,陈锦燕,周欢,等.流动注射法与分光光度法对环境水体中挥发酚测定的比较研究[J].现代仪器,2012,18(2):59-61.
- [4] 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):26-27,29.
- [5] 冯杰.水中挥发酚的测定实验分析[J].商品与质量:学术观察,2012(3):311.