

活性炭及氯仿提纯 4-氨基安替比林可行性探讨

张晨笛

(中国石油玉门油田钻采工程研究院环境监测中心)

摘 要 探讨 HJ 503—2009《水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法》附录 B 中代替弗罗里硅土提纯显色剂 4-氨基安替比林的方法,分别采用活性炭及氯仿对其进行提纯,并通过空白吸光度值对比、标准曲线绘制和标准物质进行验证。实验结果表明,经活性炭或氯仿提纯后,4-氨基安替比林的重复性、平行性和再现性较好,质控样品值符合范围值,活性炭及氯仿均可代替价格昂贵的弗罗里硅土对 4-氨基安替比林进行提纯,且氯仿的效果比活性炭更明显。

关键词 4-氨基安替比林; 提纯; 弗罗里硅土; 活性炭; 氯仿

DOI:10.3969/j.issn.1005-3158.2018.06.013

文章编号: 1005-3158(2018)06-0048-03

0 引 言

酚类是一种原生质高毒物质,当人体摄入一定量时会出现急性中毒症状。若长期饮用被酚污染的水,可引起头痛、出疹、瘙痒、贫血及各种神经系统症状。现今酚类的监测分析方法种类较多,本实验室采用 4-氨基安替比林分光光度法。由于固体 4-氨基安替比林易受潮、结块、氧化,国标 HJ 503—2009《水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法》^[1]附录 B 中提出采用弗罗里硅土对显色剂 4-氨基安替比林进行提纯。因弗罗里硅土价格昂贵、前处理复杂、烘烤温度高、实验室不易获取,本文探讨采用价格便宜、实验室容易获取的活性炭及氯仿替代弗罗里硅土对 4-氨基安替比林进行提纯,并验证其可行性与准确性,以满足《水和废水监测分析方法》《环境水质监测质量保证手册》^[2-3]相关要求。

1 仪器与试剂

实验使用美国哈希公司 DR 5000 分光光度计、20 mm 石英比色皿及实验室常用仪器。

实验所用试剂均为符合国家标准的分析纯化学试剂,溶液配制方法均满足 HJ 503—2009《水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法》要求。

实验用水均为 HJ 503—2009《水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法》中要求的无酚水。配制方法:于 2.5 L 纯水中加入 0.5 g 经 200 ℃活化 30 min 的活性炭粉末,充分振摇后放置过夜,用双层中速滤纸过滤。

2 4-氨基安替比林提纯

实验分为 A、B、C 3 组,A 组采用没有提纯的 4-氨基安替比林溶液,B 组采用经活性炭提纯的 4-氨基安替比林溶液,C 组采用经氯仿提纯的 4-氨基安替比林溶液^[4-6]。实验中使用的其他试剂均相同,实验方法遵循 HJ 503—2009《水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法》。

2.1 未提纯的 4-氨基安替比林

称取 2 g 固体 4-氨基安替比林溶于水中,溶解后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,不提纯,直接倒入试剂瓶中,冰箱冷藏可保存 7 d。

2.2 活性炭提纯 4-氨基安替比林

活性炭是由木材、煤和果壳等物质在高温和缺氧条件下活化制成,具有非常多微孔结构和巨大比表面积的物理吸附材料。由于活性炭具有不参与介质反应、吸附能力强、无毒的特点,用于提纯 4-氨基安替比林在理论上具有可行性。

称取 2 g 固体 4-氨基安替比林溶于水中,溶解后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。将配制好的溶液倒入已装有 12.5 g 经 200 ℃活化 30 min 的活性炭烧杯中进行提纯,过滤后收集滤液于试剂瓶中,冰箱冷藏可保存 7 d。

2.3 氯仿提纯 4-氨基安替比林

氯仿又称三氯甲烷,是很好的萃取剂,用于提纯 4-氨基安替比林也具有理论可行性。但由于氯仿毒性较大,使用时需在通风橱里操作完成。

称取 2 g 固体 4-氨基安替比林溶于水,溶解后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。将配制好的溶液倒入分液漏斗中,加入 5 mL 氯仿进行提纯。剧烈振摇,倒置放气,静置分层,弃去氯仿。将经氯仿提纯后的 4-氨基安替比林溶液收集于试剂瓶中,冰箱冷藏可保存 7 d。

3 实验部分

酚类化合物于 pH 值为 10.0 ± 0.2 的介质中,在铁氰化钾存在的条件下,与 4-氨基安替比林反应生成橙红色的安替比林染料。基于此原理,利用分光光度计于 510 nm 波长处测定吸光度,通过换算获得酚类浓度值。此方法对精密度要求很高,空白实验吸光度值需要严格控制。在监测分析中精密度与准确度的主要控制手段是对显色剂 4-氨基安替比林的提纯。

采用活性炭及氯仿提纯 4-氨基安替比林,通过空白实验对比、标准曲线和标准物质验证实验的准确性与精密性。

3.1 空白实验对比

根据上述方法对 4-氨基安替比林进行提纯,将空白吸光度值进行对比,结果见表 1。

表 1 空白吸光度值对比

序号	未提纯	经活性炭提纯	经氯仿提纯
1	0.023	0.018	0.006
2	0.021	0.016	0.007
3	0.020	0.018	0.008
4	0.023	0.017	0.007

由表 1 可知,4-氨基安替比林在提纯前后都有较好的重复性、平行性及再现性,可采用活性炭及氯仿对 4-氨基安替比林进行提纯,以确保不改变其精密度。提纯后的空白吸光度值较未提纯的空白吸光度值均有下降,减少了 4-氨基安替比林中的杂质干扰。因此,活性炭及氯仿都具有提纯 4-氨基安替比林的作用。

3.2 标准曲线绘制

分别进行 A、B、C 3 组实验。于一组 6 支 50 mL 比色管中分别加入 0.00, 0.50, 1.00, 3.00, 5.00, 7.00 mL 酚标准中间液,加水至标线,加入 0.5 mL 缓冲溶液,混匀,此时溶液的 pH 值为 10.0 ± 0.2 。加 1.0 mL 4-氨基安替比林溶液,混匀,再加 1.0 mL 铁氰化钾溶液,充分混匀后密塞,放置 10 min,于 510 nm 波长,用光程 20 mm 的比色皿,以水为参比,于 30 min 内测定溶液的吸光度值,结果见表 2~表 4。

表 2 A 组采用未提纯的 4-氨基安替比林溶液

加入标准溶液体积/mL	酚含量/ μg	吸光度值 A	减去空白后的吸光度值 ΔA	线性函数
0.00	0.0	0.023	0.000	
0.50	5.0	0.050	0.027	
1.00	10.0	0.079	0.056	$Y=5.5X+0.0006$
3.00	30.0	0.187	0.164	$R^2=0.9999$
5.00	50.0	0.299	0.276	
7.00	70.0	0.405	0.382	

表 3 B 组采用经活性炭提纯的 4-氨基安替比林溶液

加入标准溶液体积/mL	酚含量/ μg	吸光度值 A	减去空白后的吸光度值 ΔA	线性函数
0.00	0.0	0.018	0.000	
0.50	5.0	0.046	0.028	
1.00	10.0	0.075	0.057	$Y=5.6X+0.0011$
3.00	30.0	0.187	0.169	$R^2=1.0000$
5.00	50.0	0.297	0.279	
7.00	70.0	0.408	0.390	

表 4 C 组采用经氯仿提纯的 4-氨基安替比林溶液

加入标准溶液体积/mL	酚含量/ μg	吸光度值 A	减去空白后的吸光度值 ΔA	线性函数
0.00	0.0	0.007	0.000	
0.50	5.0	0.033	0.026	
1.00	10.0	0.061	0.054	$Y=5.4X+0.0004$
3.00	30.0	0.170	0.163	$R^2=0.9999$
5.00	50.0	0.278	0.271	
7.00	70.0	0.382	0.375	

通过绘制 A、B、C 3 组标准曲线可知,3 组实验相关系数 $R \geq 0.999$,均满足 HJ 503—2009《水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法》《水和废水监测分析方法》《环境水质监测质量保证手册》质量要求。

3.3 标准物质验证

实验采用挥发酚标准样品 200348,依照标准样品规定的方法稀释后,按以上实验步骤操作进行质量

控制验证。质控样品标准值为 61.1 μg/L, 不确定度为 ±4.3 μg/L。

标准物质稀释后的试样中挥发酚的质量浓度(以苯酚计)按公式(1)计算。

$$\rho = \frac{A_s - A_b - a}{b \times V} \quad (1)$$

式中: ρ 为试样中挥发酚的质量浓度, mg/L; A_s 为试样的吸光度值; A_b 为空白实验的吸光度值; a 为校准曲线的截距值; b 为校准曲线的斜率; V 为试样的体积, mL。

根据上述 3 组标准曲线对质控样品进行数据处理, 计算结果见表 5。

表 5 质控数据对比

样品	空白吸光度值 A	吸光度值 A	减去空白后的吸光度值 ΔA			样品值/(μg·L ⁻¹)	
A 组	0.023	0.043	0.042	0.020	0.019	70.5	66.9
B 组	0.012	0.029	0.030	0.017	0.018	56.8	60.4
C 组	0.008	0.025	0.025	0.017	0.017	61.5	61.5

由表 5 可知, 未提纯的 4-氨基安替比林空白吸光度值大于经过活性炭或氯仿提纯后的 4-氨基安替比林的空白吸光度值; 未经过提纯的试剂测得的质控样品值不在样品范围内, 而经过活性炭或氯仿提纯处理后测得的质控样品值符合范围值。因此, 经过活性炭或氯仿提纯处理后的 4-氨基安替比林试剂可提高实验的准确性。

4 结 论

实验结果表明, 在符合 HJ 503—2009《水质 挥发

酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法》要求的前提下, 除运用国标中提到的弗罗里硅土提纯显色剂 4-氨基安替比林外, 还可使用价格低廉、实验室容易获取的活性炭及氯仿对其进行提纯。但由于活性炭在提纯、脱色过程中减小空白吸光度值的效果没有氯仿明显, 因此, 氯仿能更好的代替弗罗里硅土提纯显色剂 4-氨基安替比林。

参 考 文 献

[1] 环境保护部. 水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法: HJ 503—2009 [S]. 北京: 中国环境科学出版社, 2009.

[2] 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]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002: 460-462.

[3] 中国环境监测总站, 《环境水质监测质量保证手册》编委会. 环境水质监测质量保证手册 [M]. 2 版. 北京: 化学工业出版社, 1994: 225-228.

[4] 朱艳敏. 活性炭对 4-氨基安替比林提纯作用的评定——针对水质监测中对挥发酚的监测分析 [J]. 长春师范大学学报, 2007, 26(8): 45-47.

[5] 赵恒生. 三氯甲烷提纯四氨基安替比林在挥发酚测试中的探索验证 [J]. 绿色科学, 2017(12): 101-102.

[6] 李雅妍. 4-氨基安替比林直接光度法测定工业用水水质低含量挥发酚的改进 [J]. 中国高科技, 2017, 1(10): 12-14.

(收稿日期 2018-08-06)

(编辑 郎延红)