

## 直接荧光光度法测定水中痕量酚

武 玲

(河北省邯郸市自来水公司 邯郸 056001)

**摘 要** 建立一种新的荧光光度法分析水中痕量酚。水中的酚经紫外光照射后,激发强荧光( $\lambda_{ex}=273\text{nm}$ ,  $\lambda_{em}=302\text{nm}$ )能直接进行荧光光度测定。检出限  $0.03\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ,相对标准偏差 0.29%,回收率 97.5%~102.5%。方法简单、快速、精密度和准确度高、无毒、安全。

**关键词** 直接 荧光光度法 痕量酚

酚是一种常见的环境污染物,一般用 4-氨基安替比林比色法测定<sup>1,2</sup>,但方法的摩尔吸光系数  $\varepsilon$  仅为  $1.4\times 10^4$ ,且氧化性与还原性物质干扰,也不能直接测定有色、浑浊样品。

本试验根据酚的苯环化学结构,在紫外光照射下可激发荧光的原理,采用直接荧光光度法测定水中痕量酚。试验证明,酚在 pH 6~9,  $\lambda_{ex}=273\text{nm}$ / $\lambda_{em}=302\text{nm}$  有强荧光,可以直接测定水中痕量酚,酚在  $0\sim 20\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  呈线性关系,其他共存离子及小于  $0.3\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  的阴离子合成洗涤剂(LAS)不干扰测定。用本法测定酚简便、快速,准确可靠。

### 1 试验部分

#### 1.1 主要试剂与仪器

酚标准溶液:将新蒸馏的苯酚用无酚水配制成  $1.0\text{mg}\cdot\text{mL}^{-1}$  储备液,使用液现用现配,密封冰箱保存。

阴离子合成洗涤剂储备液:  $10.0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$

试剂均为分析纯,水为无酚水。

RF-540 荧光光度计(上海分析仪器厂)

pHS-3C 酸度计(上海雷磁仪器厂)

#### 1.2 试验方法

将含酚水样置于 50mL 比色管中,调 pH 6~9,取 2mL 于比色皿中,于 273nm 激发,测定 302nm 的荧光强度。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 荧光光谱的测定

取  $1.0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  酚标准溶液将荧光杯洗涤三次,加入酚标准溶液 2mL 拭净外壁,插入样品架,在  $\lambda_{ex} 0\text{nm}$ ,  $\lambda_{em} 200\text{nm}$  测其发射光谱,记录光谱图,酚最大发射波长为  $\lambda_{em} 302\text{nm}$ 。同上操作,取无酚水,记录其发射光谱图。

将  $\lambda_{em}$  设在 302nm,  $\lambda_{ex} 200\text{nm}$ ,分别用  $1.0\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  的酚工作液及无酚水测其激发光谱,记录其光谱

图,酚的最大激发波长为  $\lambda_{ex} 273\text{nm}$ (见图 1)。

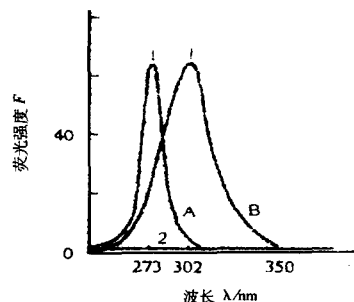


图 1 荧光光谱图

(A) 激发光谱 (B) 荧光光谱

1. 酚 2. 无酚

#### 2.2 溶液 pH 对酚荧光强度的影响

在 pH S-3C 型酸度计上分别用 HCl、NaOH 调节无酚水的 pH 值为 1.0, 2.0, 3.0, ..., 12.0( $\pm 0.05$ ) 备用。

取 50mL 容量瓶 12 只,各加  $0.2\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  酚工作液 2.0mL,分别加入不同 pH 值的无酚水至满刻度,混匀,即为不同 pH 值的  $8.0\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  酚工作液。用此不同 pH 值的酚工作液和无酚水测其激发和发射光谱,并记录光度值,结果表明,在 pH 6~9 范围内荧光强度稳定且最强。

#### 2.3 阴离子合成洗涤剂(LAS)的干扰试验

水样中的阴离子合成洗涤剂,在测定条件下也能产生荧光,试验了其干扰情况。取 50mL 容量瓶 8 只,各加入  $0.2\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  酚工作液 1.0mL,再分别加入  $10\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  的阴离子合成洗涤剂储备液 0.00, 0.10, 0.20, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 3.00mL,加无酚水至满刻度,在  $\lambda_{ex} 273\text{nm}$ ,  $\lambda_{em} 302\text{nm}$  测光度值,从结果看,阴离子合成洗涤剂浓度小于  $0.30\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  对  $4.0\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  酚的测定无影响。

#### 2.4 水样加标试验

用  $4.0\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  酚工作液定标。

以水样洗涤荧光杯 3 次,加入水样 2mL,插入样品架测其光度值,水样加标后同上操作,通过对 9

(下转第 38 页)

## 3 结论

本方法适用于汽油中铁含量的测定,汽油中甲基叔丁基醚、甲基叔戊基醚或乙醇的存在对铁含量的测定没有影响。该方法操作简便,分析速度快,结果准确,是测定汽油中铁含量的可靠方法。

## 参考文献

- 1 杨翠定,顾佩英,吴文辉.石油化工分析方法(RIPP试验方法),北京:科学出版社,1990
- 2 GB 8020-87,石油和石油产品试验方法国家标准汇编(下),北京:中国标准出版社,1998

### Study on the determination of iron in gasoline by atomic absorption spectroscopy

Wang Xia He Jing Yan Jingjie

(Research Institute of Petroleum Processing Beijing 100083)

**Abstract** After gasoline sample is treated with iodine-toluene solution and TCMA.Cl-MIBK solution, its iron concentration is determined by AAS in 248.3nm. Existence of MTBE, TAME and alcohol in gasoline will not interfere in the determination of iron.

**Key words** AAS Gasoline Iron concentration

(上接第 35 页)

组样品及加标后的测定回收率 97.5%~102.5%。

## 2.5 工作曲线与方法的检出限、精密度

分别取  $0.2\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  酚工作液 0, 0.25, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 5.00mL 于 50mL 量管中,用无酚水稀释至满刻度。取 3mL 于荧光杯中,用于酚水作空白,在  $\lambda_{\text{ex}} 273\text{nm}/\lambda_{\text{em}} 302\text{nm}$  测光度值,以酚的  $\lambda_{\text{em}}$  光度值 F 对酚的含量 C 作图得标准曲线。从标准曲线可得,酚的含量在  $0\sim 20\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  范围内 F~C 呈线性关系,回归方程:

$$C=0.13416 F-0.04123, \text{相关系数 } r = 0.9999$$

对 11 份空白溶液进行测定,以空白测定值标准偏差的三倍计算,方法的检出限为  $0.03\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

对 9 份含酚  $8.0\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$  的溶液进行平行测定, RSD 为 0.29%。

## 2.6 共存离子的干扰试验

测定酚  $8.0\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ , 测定误差小于  $\pm 5\%$  时,  $250\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$  的  $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{Cl}^-$ 、 $\text{NO}_3^-$ 、 $\text{Na}^+$ 、 $\text{K}^+$ 、 $\text{Fe}^{3+}$  不干扰测定(均非最高限量)。

## 参考文献

- 1 GB 5750-85, 15.1 4-氨基安替比林分光光度法测定挥发酚类
- 2 魏复胜,寇洪茹,洪水皆等.水和废水监测分析方法,第 3 版,北京:中国环境科学出版社,1989
- 3 王筱敏,徐伯兴,严凤霞.分析化学.1986, 14(5): 398

### Direct spectrofluorimetric determination of trace amounts of phenol in water

Wu Ling

(Handan Water Supply Corporation, Handan 056001)

**Abstract** A new spectrofluorimetric determination of trace phenol in water was proposed in this paper. Phenol emit fluorescence under the irradiation of ultraviolet light. The excitation and emission wavelenths of phenol are 273nm and 302nm respectively. On this basis phenol can be detected directly by spectrofluorimetry. The detection limit is  $0.03\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ , the relative standard deviation is 0.29%(n=11) and the recovery is 97.5%~102.5%. The method is simple, rapid, precise and accurate.

**Key words** Direct Spectrofluorimetry Trace phenol

## 公司介绍

北京市华仪理中科技有限公司隶属国家钢铁材料测试中心、钢铁研究总院分析测试研究所,是国家标准样品定点研制与销售单位之一。

自 1952 年第一套标准物质生产以来,国家钢铁材料测试中心已经研制生产了 400 多种标准物质,包括金属、合金、矿石、铁合金等,标准物质现已经进入国际市场,出口到美国,日本,德国,英国,瑞典,西班牙等国家。

北京市华仪理中科技有限公司充分发挥国家钢铁材料测试中心和钢铁研究总院的科技优势,坚持以质量过硬、服务至上和良好的信誉为宗旨,真诚希望得到国内外朋友的大力支持与合作。