

流动注射法测定水中挥发酚的干扰及去除办法

挥发酚是水质监测中重要的有毒物质，酚的主要污染源为煤气洗涤、焦化厂、造纸、木材防腐和化工行业的工业废水。人体摄入一定的量会出现中毒症状，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，双酚 A 还可干扰人体的内分泌系统，造成内分泌紊乱。所以检测水中挥发酚的含量是十分重要的。

一、挥发酚中的正干扰物质及去除方法：

对于挥发酚的测定能产生正干扰的物质主要是硫化物和亚硝酸盐。其中硫化物采用酸化曝气的方法，具体操作为：取 10ml 样品于样品管中，加入 0.1 ml 浓磷酸，放入超声清洗仪超声 5 min 后，用移液管加入 3-5 滴浓度为 1 g/L 的硫酸铜溶液，放入超声清洗仪超声 5 min 后，上机检测即可。

如果样本中存在亚硝酸盐，则需要将样本进行分样处理，具体操作为：将样本置于不同的分液漏斗中，并在其中加入 1+4 硫酸溶液进行处理，使样本呈现出酸性状态，这一状态需要分别加入 50 ml、30 ml、30 ml 的乙醚进行萃取，将乙醚与二氯甲烷盛于同一个分液漏斗中，之后分别滴入 4 ml、3 ml、3 ml 的 10% 氢氧化钠溶液进行反萃取，最后将溶液置于烧杯中并对其进行加热，将溶液中的残留进行萃取，实现对水质干扰的去除。

二、挥发酚中的负干扰物质及去除方法：

影响挥发酚测定的负干扰为氧化剂，为防止水中的酚被氧化，应在水样中加入氢氧化钠使样本的 pH 值 > 12，并在 4 °C 的环境下保存。如果水样中有氧化剂，则应立即在样本中加入过量的硫酸亚铁铵溶液。配制方法如下：在 500 ml 的容量瓶中，溶解 0.55 g 硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 于包含 0.5 mL 浓硫酸的 250 mL 去离子水，用去离子水定容，摇匀。

三、实际案例分析：

2016 年 5 月在新疆哈密市第十三师疾病预防控制中心测定水样，用 FIA 6000+ 流动注射分析仪检测未经过处理的样品，测定结果很高。由于样品来源均为地下水，所以初步判断干扰物质为硫化物，经过去除硫化物的方法，检测结果均为未检出。

表 1 挥发酚测定数据对比表

序号	处理前		处理后	
	回算浓度	峰面积	回算浓度	峰面积
201605041	0.098mg/L	1.2860	0.000mg/L	0.0320
201605042	0.102mg/L	1.3220	0.000mg/L	0.0312
201605043	0.110mg/L	1.3870	0.000mg/L	0.0289
201605044	0.106mg/L	1.3460	0.000mg/L	0.0297

为了验证该方法是否会对挥发酚造成负干扰（即导致挥发酚提前挥发），对标准样品进行如下处理：1. 对标

液进行超声；2.加入浓磷酸进行超声；3.标液加浓磷酸和硫酸铜溶液进行超声。最终结果显示该方法对挥发酚检测无明显干扰。