

分析与监测

## 流动注射分析仪检测水中挥发酚时假阳性的去除

李文, 刘昆善, 鲁松, 杜欣

(西安市自来水有限公司 水质管理部, 陕西 西安 710082)

**摘要:** 挥发酚是《生活饮用水卫生标准》(GB 5749—2006)规定的必测项目,准确测定对水质检测意义重大。利用流动注射分析仪检测生活饮用水中的挥发酚,受水中总硬度(以  $\text{CaCO}_3$  计)的影响,检测结果出现假阳性,导致检测结果偏高,超标,严重干扰对水质的正确判断。西安市内供水硬度范围在 60~300 mg/L,对于硬度在此范围内的水样,通过增大缓冲溶液铁氰化钾的浓度,即可显著消除总硬度对挥发酚检测的影响。铁氰化钾浓度控制在 5.0 g/L,挥发酚浓度在 0.00~100  $\mu\text{g/L}$  之间,相关系数可达到 0.999 9。通过测定国家标准样品和加标回收试验,对方法进行验证,检出限、加标回收结果满足要求,检测结果真实可靠。

**关键词:** 流动注射; 挥发酚; 假阳性; 铁氰化钾

**中图分类号:** TU991 **文献标识码:** C **文章编号:** 1000-4602(2018)14-0113-02

## Removal of False Positives by Flow Injection Analysis of Volatile Phenols in Water

LI Wen, LIU Kun-shan, LU Song, DU Xin

(Water Quality Management Department of Xi'an Water Supply Co. Ltd., Xi'an 710082, China)

**Abstract:** Volatile phenol is a required test item stipulated in *Standards for Drinking Water Quality* (GB 5749-2006). Accurate determination of volatile phenol is of great significance to water quality testing. In the process of detection of volatile phenol in drinking water by flow injection analyzer, the false positive result was detected due to the influence of total hardness (by  $\text{CaCO}_3$ ) in water, which would result in high detection result and excessive interference. As a result, it seriously interfered with the correct judgement of water quality. The hardness range of Xi'an water supply was 60-300 mg/L, the influence of total hardness on volatile phenol detection could be eliminated by increasing the concentration of potassium ferricyanide in buffer solution. The concentration of potassium ferricyanide was controlled as 5.0 g/L, and the concentration of volatile phenol was between 0.00-100  $\mu\text{g/L}$ . So the correlation coefficient could reach 0.999 9. The method was verified by measuring the national standard and adding standard recovery test. The detection limit and the recovery result could meet the requirements, and the results were true and credible.

**Key words:** flow injection; volatile phenol; false positive; potassium ferricyanide

挥发酚是《生活饮用水卫生标准》(GB 5749—2006)中的必测项目,其准确测定对水质检测意义重大。利用流动注射分析仪检测生活饮用水中的挥

发酚时,受水中总硬度的影响,检测结果出现假阳性,导致检测结果偏高,超标,严重干扰对水质的正确判断<sup>[1]</sup>。因此,研究假阳性的去除方法很有必

要。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器及试剂

LACHATQC8500 型流动注射分析仪。

挥发酚国家标准 GBW(E)080241,浓度为1 000 mg/L,不确定度为2%。铁氰化钾(优级纯)。

### 1.2 水样

实验所用水样为某水厂的地下原水,硬度(以  $\text{CaCO}_3$  计)为 266.2 mg/L,水温为 19 ℃,pH 值为 8.1,浊度为 0.31 NTU。某水厂地表原水,硬度(以  $\text{CaCO}_3$  计)为 75.3 mg/L,水温为 16 ℃,pH 值为 8.0,浊度为 0.46 NTU。用 NaOH 固定挥发酚。

### 1.3 样品测定

#### 1.3.1 挥发酚的检测

采用流动注射分析仪挥发酚分析模块检测水样中挥发酚含量。调整缓冲溶液铁氰化钾含量分别为 2.0、3.0、4.0、5.0、6.0 g/L,用标准溶液配制挥发酚含量为 5.00  $\mu\text{g/L}$  的溶液,作为内控,测定水样中挥发酚的含量。

#### 1.3.2 检出限的测定

用标准溶液配制挥发酚含量为 5.00  $\mu\text{g/L}$  的溶液,连续测定 7 次,计算检出限。

#### 1.3.3 加标回收率

在水样中加入标准溶液,计算回收率。

## 2 结果与讨论

### 2.1 缓冲溶液铁氰化钾浓度的选择

配制不同浓度铁氰化钾缓冲溶液进行检测,结果见表 1。由表 1 可见,当缓冲溶液铁氰化钾的浓度达到 4.0 g/L 以上时,挥发酚检测假阳性即被消除,浓度越大,效果越好。但是浓度过大,会引起基线向高漂移,不利于检测。所以对于硬度(以  $\text{CaCO}_3$  计)在 60~300 mg/L 的西安市水样,调整铁氰化钾浓度为 5.0 g/L 左右,可以得到满意的结果。

表 1 铁氰化钾浓度与检测结果

Tab.1 Concentration of potassium ferricyanide and test results

| 铁氰化钾/(g·L <sup>-1</sup> ) | 地表水酚测量值/( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ) | 地下水酚测量值/( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ) | 内控/( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ) | 起始基线高度 V | 2 h 后基线高度 V |
|---------------------------|---|---|--|----------|-------------|
| 2.0                       | 3.71  | 6.98  | 5.07                                   | 0.246    | 0.245       |
| 3.0                       | 1.42  | 3.44  | 4.97                                   | 0.251    | 0.253       |
| 4.0                       | <0.001                                      | 1.54  | 4.90                                   | 0.262    | 0.265       |
| 5.0                       | <0.001                                      | <0.001                                      | 5.21                                   | 0.276    | 0.285       |
| 6.0                       | <0.001                                      | <0.001                                      | 5.17                                   | 0.284    | 0.312       |

## 2.2 方法的精密度和准确度

### 2.2.1 线性方程

配制挥发酚系列标准(0.00、0.002、0.005、0.010、0.050、0.100 mg/L),检测后拟合线性方程为  $y = 199x - 1.88$ ,相关系数  $r = 0.9999$ 。

### 2.2.2 检出限

配制挥发酚浓度为 5.00  $\mu\text{g/L}$ ,连续测定 7 次,测定值为 5.27、5.31、4.99、5.02、4.89、4.91、5.11  $\mu\text{g/L}$ ,平均值为 5.07  $\mu\text{g/L}$ ,标准偏差为 0.2  $\mu\text{g/L}$ , $t$  值为 3.14,检出限为 1  $\mu\text{g/L}$ 。可见标准偏差及检出限均符合要求。

### 2.2.3 加标回收

在 1 000 mL 水样中加入 10 mg/L 标准使用液 5 mL,对应浓度为 50.0  $\mu\text{g/L}$ ,测定 3 次,结果分别为 46.7、46.0、45.9  $\mu\text{g/L}$ ,平均值为 46.2  $\mu\text{g/L}$ ,加标回收率为 92.4%,符合要求。

## 3 结论

流动注射法检测水中挥发酚,将缓冲溶液铁氰化钾浓度增大到 5.0 g/L,可有效消除检测结果的假阳性,不产生其他干扰,精密度、准确度均能达到试验要求,检测结果真实可信,能够满足检测要求。

## 参考文献:

- [1] 于佑旭. 影响挥发酚测定因素的探讨[J]. 四川环境, 2007, 26(3): 50-51, 58.  
Yu Youxu. Discussion on factors affecting determination of volatile phenol[J]. Sichuan Environment, 2007, 26(3): 50-51, 58(in Chinese).



作者简介:李文(1980—),男,河南偃师人,本科,工程师,从事水处理与监测工作。

E-mail: 79238164@qq.com

收稿日期:2017-11-13