

测定水中阴离子表面活性剂两种方法的比较

Comparison of methods for anionic surfactants in water

孙梦远 顾晓明 李 洪 (江苏省苏州环境监测中心, 江苏 苏州 215004)

Sun Mengyuan Gu Xiaoming Li Hong

(Jiangsu Suzhou environmental monitoring center, Jiangsu Suzhou 215004)

摘 要: 水中的阴离子表面活性剂难以降解, 在水体中容易聚集, 而恶化水质。为了建立一种更加简单、快速、准确的测定水中阴离子表面活性剂的方法, 对亚甲蓝分光光度法和连续流动分光光度法两种方法进行比较。阴离子染料亚甲蓝易与水样中阴离子合成表面活性剂发生作用形成蓝色盐类 (MBAS), 用氯仿萃取后分别用两种方法测定比较结果。结果显示: 两种检验方法测定结果并无显著差异, 连续流动分光光度法灵敏度较高且可以自动、便捷、大量测得数据。

关键词: 水; 阴离子表面活性剂; 方法; 比较

Abstract: Anionic surfactants in water are difficult to degrade and aggregate easily in water, which deteriorates the water quality. In order to establish a more simple, rapid and accurate method for the determination of anionic surfactants in water, methylene blue spectrophotometry and continuous flow spectrophotometry were compared. Anionic dye methylene blue easily reacts with anionic synthetic activator in water to form blue salts (MBAS). The results were determined by two methods after chloroform extraction. The results show that there is no significant difference between the two methods. Continuous flow spectrophotometry has high sensitivity and can automatically, conveniently and quantitatively measure data.

Keywords: water; anionic surfactants; methods; comparison

0 引言

阴离子表面活性剂指直链烷基苯磺酸钠和烷基磺酸钠类物质, 它为污染水质的主要污染源。我国《生活饮用水卫生标准》(2006 年) 规定, 饮用水中阴离子表面活性剂不得超过 0.3mg/L。

目前, 测定水中阴离子表面活性剂的主要方法有: 分光光度法、连续流动法、两相滴定法、高效液相色谱法和光谱法, 其中分光光度法和连续流动法最为常用。^[1] 阴离子表面活性剂 (LAS) 测定的标准方法是亚甲基蓝分光光度法。其原理是阴离子表面活性剂与亚甲基蓝形成蓝色离子缔合物, 该有色物质用氯仿萃取后, 于波长 625nm 下测定吸光度。但该法操作繁琐, 选择性差, 而且需使用大量有毒溶剂氯仿。而连续流动分光光度法是亚甲蓝分光光度法的自动化版本, 同样是利用阴离子表面活性剂与亚甲蓝形成的蓝色离子缔合物的显色反应。使用连续流动仪进行自动操作。本文将对亚甲蓝分光光度法和连续流动分光光度法两种方法进行比较, 分别从校准曲线、检出限、精密度、准确度、加标回收率等质控方面比较, 并分析方法优缺点。

1 水中阴离子表面活性剂的测定方法

1.1 亚甲蓝分光光度法

标准曲线: 根据水质阴离子表面活性剂的测定亚甲蓝分光光度法 (GB 7494-87) 选取 0.00、0.10、0.30、0.50、0.70、0.90mg/L 6 个浓度点, 得到校准曲线, $Y=0.00674x-0.003$, 相关系数 $r=0.9997$ 。

结果表明: 在 0~0.90mg/L 的浓度范围内有很好的线性关系。本次实验结果得标准曲线方程效果较好, 方法重现

性良好。

1.2 连续流动分光光度法

标准曲线: 选取 0.00、0.05、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50mg/L 6 个浓度点, 得到校准曲线, $Y=9.914 \times 10^{-6}x-0.0037$, 相关系数 $r=0.9996$ 。

结果表明: 在 0~0.50mg/L 的浓度范围内有很好的线性关系。本次实验结果得标准曲线方程效果较好, 方法重现性良好。

2 结果分析

2.1 检出限

在本实验室条件下, 通过重复测定 7 个空白试验值, 求出空白平行测定标准平均偏差: 根据美国环境保护协会的规定, 检出限 (MDL) = 3.143δ , 其中: δ 为 7 个空白平行测定标准偏差, MDL 为分析方法的检出限。亚甲蓝分光光度法 7 个空白试验值的 $\delta=0.009\text{mg/L}$, 此法的检出限为: 0.03mg/L; 连续流动法 7 个空白试验值的 $\delta=0.006\text{mg/L}$, 此法的检出限为: 0.02mg/L, 两种方法均有较好的灵敏度, 亚甲蓝分光光度法检出限稍高于连续流动分光光度法。

2.2 精密度测定

用两种方法分别对出厂废水样品做精密度实验, 每次 6 个平行样, 因中间发现超过标曲上限, 故稀释 10 倍。测得阴离子表面活性剂浓度, 并计算测试结果的标准偏差和相对标准偏差, 结果见表 1。由表 1 得知, 2 种方法测定出厂水的相对标准偏差分别为 2.6%、3.3% 和 2.0%、2.5%, 这两个方法都有比较好的重复性, 测量精密度都很高。连续流动分光光度法稍高于亚甲蓝分光光度法。

表1 精密度测定

样品	亚甲蓝分光光度法测定值 (mg/L)	相对标准偏差 (%)	连续流动分光光度法测定值 (mg/L)	相对标准偏差 (%)
出厂水 1	1.88, 1.95, 1.98, 1.91, 2.02, 1.89	2.6	1.95, 1.93, 1.91, 1.89, 1.87, 1.85	2.0
出厂水 2	3.22, 3.18, 3.30, 3.19, 3.18, 3.29	3.3	3.11, 3.20, 3.16, 3.32, 3.27, 3.25	2.5

2.3 准确度测定

取标准值为 (2.20 ± 0.12) mg/L 的标准样品进行测定, 并把结果和标准值比较。实验时依旧需要稀释 10 倍以符合标准曲线范围。测得准确度, 相关比较结果见表 2。由表 2 得知, 两种方法的测定结果均在标准不确定度范围内, 两种方法准确度都比较可靠。

表2 标准样品的测定结果

方法	标样值 (mg/L)	测定值 (mg/L)	均值 (mg/L)	标准误差 (%)
亚甲蓝分光光度法	2.20 ± 0.12	2.30, 2.27, 2.23, 2.29, 2.19, 2.28	2.26	2.7
连续流动分光光度法	2.20 ± 0.12	2.21, 2.25, 2.21, 2.26, 2.23, 2.25	2.24	1.8

2.4 加标回收率测定

表3 加标回收试验

方法	样品	本底值 (mg/L)	加标量 (mg/L)	测得量 (mg/L)	回收率 (%)
亚甲蓝分光光度法	出厂水 1	1.95	1.00	3.03	108
		1.93	2.00	3.90	98.5

(上接第 130 页) 的耗电量会超过上亿千瓦时, 占到了总生产电量的 30% 左右, 因此, 需进行必要的节能改造处理。通过使用变频调速系统可以充分实现对水泵设备的节能改造, 将水泵原有的工作功率进行下调, 进而可以保证设备工作过程中的电流大小和工作频率得到有效控制。水泵改造工作完成之后设备的无功功率消耗量得到进一步控制, 并且会节省大量的电力资源, 充分实现对煤化工整个生产工作流程的节能改造处理。不但如此, 通过变频调速技术的有效应用, 水泵电机定子电流也有所下降, 水泵的整体转速得到了有效控制, 因此水泵的运行工作状态得到了明显提升, 会进一步延长水泵设备的使用周期, 有效控制水泵设备的后续维修工作费用。

综上所述, 随着我国国家化工能源发展战略的不断转变和升级, 煤化工产业在我国国家能源供给工作当中的占比量越来越大, 同时煤化工产业的整体发展趋势正在不断

连续流动分光光度法	出厂水 1	1.91	1.00	2.97	106
		1.98	2.00	3.92	97.0

用两种方法分别对出厂水样品进行加标回收实验, 实验时依旧需要稀释 10 倍以符合标准曲线范围。试验结果见表 3。由表 3 得知, 亚甲蓝分光光度法的加标回收率 98.5%~108%, 连续流动分光光度法的回收率为 97.0%~106%, 均在规范范围。

3 结语

①实验结果显示, 两种水中阴离子表面活性剂的测定方法的校正曲线、检出限、精密度、准确度、加标回收率等都能符合实验要求。两种方法都有普适性, 数据结果有可比性;

②连续流动分光光度法自动进样、操作便捷、检测灵敏度高的特点, 可以避免前处理过程。氯仿能抑制中枢神经系统, 造成肝肾功能损害。此方法可以减少实验人员接触有毒试剂氯仿的时间, 并且可以连续处理大量样品, 节省了人力;

③实验操作过程中发现亚甲蓝分光光度法中亚甲蓝溶液移入氯仿时, 要注意乳化现象, 通过异丙醇来消除乳化作用。连续流动分光光度法测定时由于管径较小, 氯仿杂质具有粘性导致在管路中会有一定程度的滞留, 使基线不够稳定, 影响测量结果。应注意每次用纯度较高的氯仿以及及时清洗管路。

参考文献:

- [1] 国家环境保护局. 水和废水监测分析方法 (第四版增补版) [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 2002.
 - [2] GB 5749-2006. 生活饮用水卫生标准 [S]. 北京: 国家标准化管理委员会, 2006.
 - [3] 环境保护局科技标准司. 中国环境保护标准汇编 [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 2000:289-292.
 - [4] 李玉芳, 任道凤, 曹雯. 氯仿对接触工人皮肤影响的现场调查 [J]. 职业卫生与应急救援, 1997,15(4):183-184.
- 朝着机械化和智能化的方向上前进, 进而对于工控技术的要求标准也在不断提升。因此, 要求煤化工生产工作单位需要有效控制谐波污染等问题, 并且对相关系统进行进一步研发和应用, 并且将变频器调速技术进行进一步优化和改进, 充分发挥出该项技术的作用和优势, 推动煤化工产业不断朝着更高目标和方向上发展。

参考文献:

- [1] 李祥志. 试谈变频调速节能控制在水泵电机系统中的应用 [J]. 科技创新导报, 2020,17(15):86-87.
- [2] 杨永利, 张长润, 王雷. 煤化工一体化节能技改的工程实践 [J]. 煤化工, 2014(01):32-34.
- [3] 罗文杰. 变频调速技术在深井水泵节能改造中的应用 [J]. 新疆有色金属, 2017,40(04):88-89.
- [4] 郭浩, 王哲. 变频调速节能技术在石油化工工业的应用 [J]. 化工设计通讯, 2019,45(03):56.