

浅谈化工废水挥发酚检测

周志杨 张少武 吴超越

浙江九安检测科技有限公司 浙江 杭州 310053

摘要: 化工废水中的挥发酚是重要的污染物,对人体和环境危害极大。本文介绍了挥发酚的危害,阐述了常用的检测方法,包括氨基安替比林分光光度法等,分析了检测过程中的干扰因素及处理方法,并探讨了检测技术的发展趋势,旨在为化工废水挥发酚检测提供参考。

关键词: 化工废水;挥发酚;检测方法;干扰因素

引言

随着我国经济的快速发展,化工行业取得了显著的进步,但同时也带来了严重的环境问题,其中化工废水污染尤为突出。化工废水中含有大量的有害物质,挥发酚便是其中之一。挥发酚具有强烈的毒性,对水生生物和人体健康构成严重威胁。因此,准确检测化工废水中的挥发酚含量,对于评估水体污染程度、制定有效的治理措施以及保护生态环境具有重要意义。

1 挥发酚的危害

酚类物质是一类具有独特化学结构与性质的有机化合物,在工业生产中应用广泛,但种类繁多的酚类物质中,沸点在 230℃以下的被定义为挥发酚,其对环境 and 生物的危害不容小觑,是水环境优先监测的污染物。挥发酚对人体危害极大。作为原生质毒,它属于高毒物质,人体摄入一定量便会出现急性中毒症状,如恶心、呕吐、腹痛、腹泻等,严重时可导致昏迷甚至危及生命。长期饮用被酚污染的水,危害更为深远。它会逐渐在人体内积累,损害神经系统,引发头痛、头晕、失眠、记忆力减退等症状,还可能影响血液系统,导致贫血、白细胞减少等。皮肤长期接触含酚物质,会引起接触性皮炎,出现红肿、瘙痒、脱皮等现象,甚至可能诱发皮肤癌。对于水生生物,挥发酚是潜在的致命威胁。当水体中挥发酚浓度达到一定水平,鱼类会因酚类物质的刺激产生异味,如煤油味、苦味,影响其食用价值。浓度进一步升高,会直接损害鱼类的鳃组织,影响呼吸功能,导致鱼类缺氧窒息死亡。其他水生生物如浮游生物、底栖动物等也会受到不同程度的影响,生物多样性降低,水体生态平衡被打破。此外,挥发酚还会抑制水中微生物的生长繁殖。微生物在水体自净过程中起着关键作用,它们能分解有机物,净化水质。而挥发酚的存在会破坏微生物的细胞结构和功能,降低其活性,使水体的自净能力大幅下降,导致水质恶化,水体富营养化等问

题加剧,进一步影响整个水生态系统的健康与稳定^[1]。

2 化工废水挥发酚检测方法

2.1 氨基安替比林分光光度法

氨基安替比林分光光度法作为我国化工废水挥发酚检测领域的主流方法,历经多年实践验证,具有显著的应用优势。该方法基于精确的化学反应机制,在碱性环境(通常需将溶液pH调节至 10.0 ± 0.2 ,常采用磷酸盐缓冲溶液实现精准控制)中,酚类化合物在铁氰化钾的氧化作用以及催化剂(如硫酸铜)的协同促进下,与氨基安替比林发生缩合反应,生成具有特征性的橙红色安替比林染料。该染料在460nm波长处呈现出独特的吸收峰,其吸光度与溶液中挥发酚的浓度严格遵循朗伯-比尔定律,即呈正比关系。具体操作流程严谨细致,各环节紧密相连:(1)样品预处理。化工废水成分错综复杂,包含大量干扰物质,这些物质若不进行妥善处理,会严重影响检测结果的准确性。因此,预处理环节至关重要。蒸馏法是常用的分离手段,操作时将废水样品置于蒸馏烧瓶内,加入适量磷酸溶液和硫酸铜溶液,磷酸用于调节酸度并辅助蒸馏过程,硫酸铜作为催化剂加速酚类化合物的蒸馏。精确控制溶液pH值在4.0左右,随后进行加热蒸馏。加热过程中,需密切关注加热功率,防止因功率过大导致暴沸,影响蒸馏效果;同时,严格把控馏出液体积,一般收集250mL左右馏出液,确保挥发酚能够充分蒸馏出来,减少残留。(2)显色反应。将蒸馏得到的馏出液转移至比色管,用蒸馏水稀释至特定体积(如50mL),加入缓冲溶液再次调节pH值至 10.0 ± 0.2 ,为显色反应创造稳定的碱性环境。依次加入一定量的氨基安替比林溶液和铁氰化钾溶液,轻轻摇匀后,在室温下静置10min,让显色反应充分进行,形成稳定的橙红色染料。(2)吸光度测量。使用分光光度计,以蒸馏水作为空白参比,在460nm波长下测量显色溶液的吸光度。测量过程中,要确保仪器预热充分、校准准确,减少仪器误

差。(3) 结果计算。依据预先精心绘制的标准曲线,该曲线通过配制一系列已知浓度的挥发酚标准溶液,按照上述步骤进行显色反应和吸光度测量得到。将测得的样品吸光度值代入标准曲线方程,即可精确计算出样品中挥发酚的含量。

2.2 其他检测方法

除了经典的氨基安替比林分光光度法,随着科学技术的不断进步,多种先进的检测方法也逐渐应用于化工废水挥发酚的检测领域,为不同场景下的检测需求提供了更多选择。(1) 气相色谱法(GC)。气相色谱法以其高灵敏度和卓越的选择性,在挥发性有机化合物的检测中占据重要地位。该方法利用不同物质在气相和固定相之间分配系数的差异,实现样品的分离。在化工废水挥发酚检测中,常与质谱(MS)联用,形成气相色谱-质谱联用技术(GC-MS)。质谱作为检测器,能够对分离后的化合物进行准确的定性定量分析,大大提高了检测的准确性和灵敏度。然而,该方法设备昂贵,操作和维护成本较高,对操作人员的专业素质要求也较为严格。

(2) 高效液相色谱法(HPLC)。高效液相色谱法通过样品的提取、浓缩和分离等预处理步骤,将样品中的挥发酚与杂质分离,然后利用紫外检测器进行检测。该方法具有准确度高的优点,能够精确测定挥发酚的含量。但操作过程相对复杂,涉及样品的提取、净化、浓缩等多个环节,且每个环节都需要严格控制条件,导致检测时间较长,不适合对大量样品进行快速筛查。(3) 紫外-可见光谱法。紫外-可见光谱法基于物质对紫外-可见光的吸收特性进行定量分析。该方法快速简便,操作简单,无需复杂的样品预处理过程。通过测量特定波长下的吸光度,结合标准曲线即可计算出挥发酚的含量。然而,其选择性相对较差,容易受到样品中其他共存物质的干扰,导致检测结果的准确性受到影响。(4) 红外光谱法(FTIR)。红外光谱法利用分子对红外光的吸收特性,通过分析红外光谱图中的特征吸收峰,实现对物质结构和成分的鉴定。该方法可直接分析水样中的酚类化合物,无需对样品进行复杂的预处理^[2]。但红外光谱图解析难度较大,需要专业的知识和经验。同时,该方法通常需要较复杂的样品处理技术和较高的仪器成本,限制了其在一些实验室的广泛应用。在实际应用中,需要根据化工废水的特点、检测要求以及实验室条件等因素,选择合适的检测方法,以确保检测结果的准确性和可靠性。

3 检测过程中的干扰因素及处理方法

3.1 氧化性物质

在化工废水复杂的水质环境中,氧化性物质如游离

氯等是常见的干扰因素。游离氯具有强氧化性,会与挥发酚发生氧化还原反应,使得挥发酚被消耗,从而导致后续检测中挥发酚含量测定结果偏低。这种偏差会严重影响对化工废水挥发酚实际含量的准确判断,进而可能影响对废水处理效果和环境污染程度的评估。为了消除氧化性物质的干扰,在检测前需对水样进行预处理。可向水样中加入适量的硫酸亚铁等还原剂,硫酸亚铁具有较强的还原性,能将游离氯等氧化性物质还原为无干扰的低价态物质,从而避免其与挥发酚发生反应,确保检测结果的准确性。在加入还原剂时,要严格控制加入量,过少可能无法完全消除氧化性物质的干扰,过多则可能引入新的干扰因素。

3.2 还原性物质

水样中的还原性物质,如甲醛、亚硫酸盐等,同样会对挥发酚的检测造成干扰。这些物质会与检测试剂发生反应,改变试剂的化学性质,影响显色效果。显色反应是氨基安替比林分光光度法检测挥发酚的关键步骤,显色效果不佳会导致测定的吸光度值不准确,从而使测定结果出现偏差。对于含有还原性物质的水样,可采用萃取的方法进行处理。具体操作如下:量取一定体积的水样,用乙醚多次萃取。乙醚是一种良好的有机溶剂,能将水样中的酚类物质从水相转移到有机相中,而还原性物质则大多留在水相中,从而实现酚类物质与还原性物质的分离。然后将含有酚类物质的乙醚层用氢氧化钠溶液进行反萃取,使酚类物质从乙醚中转入氢氧化钠溶液中。多次重复萃取和反萃取过程,可进一步提高酚类物质的纯度,除去残余的乙醚后,再进行后续的检测。这种方法操作相对复杂,但能有效去除还原性物质的干扰,提高检测结果的准确性。

3.3 硫化物

硫化物是化工废水中另一种常见的干扰物质。在酸性条件下,硫化物会生成硫化氢气体,并与挥发酚一起随水蒸气被蒸馏出来。进入吸收液后,在碱性条件下,硫化氢会与铁氰化钾发生反应,生成与挥发酚反应产物相似的物质,从而对实验造成干扰,导致测定结果不准确。为了检测水样中是否存在硫化物,可采用乙酸铅试纸。乙酸铅试纸与硫化物接触后会发生颜色变化,根据试纸的颜色变化可以判断水样中硫化物的存在情况。若检测到水样中存在硫化物,可在水样中加入磷酸酸化,然后在通风橱中搅拌。酸化可以使硫化物转化为硫化氢气体,通风橱的通风条件有利于硫化氢气体逸出,从而除去硫化物的干扰。在操作过程中,要注意安全,避免吸入硫化氢气体,因为硫化氢是一种有毒气体,对人体

健康有危害。

3.4 油类物质

水样中的石油类和动植物油等油类物质会对挥发酚的检测产生不利影响。油类物质会附着在蒸馏装置的内壁上,影响蒸馏效果,导致挥发酚不能完全蒸馏出来。同时,油类物质还可能与检测试剂发生反应,干扰显色反应,使测定结果出现偏差。为了消除油类物质的干扰,可采用四氯化碳溶液对油类物质进行萃取处理。四氯化碳是一种不溶于水的有机溶剂,能将水样中的油类物质从水相中萃取出来。萃取后,将含有油类物质的四氯化碳溶液在通风橱中水浴加温,使四氯化碳挥发除去,然后再进行挥发酚的检测。这种方法可以有效去除水样中的油类物质,提高检测结果的准确性。但在操作过程中,要注意通风橱的使用,避免四氯化碳蒸气对人体造成危害。

3.5 苯胺类物质

苯胺类化合物是化工废水中常见的有机污染物之一,它会对挥发酚的检测造成干扰。苯胺类化合物可与4-氨基安替比林发生显色反应,生成与挥发酚反应产物相似的物质,从而干扰酚的测定。为了消除苯胺类物质的干扰,可在酸性($\text{pH}<0.5$)条件下进行预蒸馏。在酸性条件下,苯胺类化合物的挥发速度与挥发酚不同,通过预蒸馏可以将苯胺类化合物与挥发酚分离。由于挥发速度随馏出液体积而变化,为了保证分离效果,馏出液体积必须与试样体积相等。在预蒸馏过程中,要严格控制蒸馏条件,如加热温度、蒸馏时间等,确保苯胺类化合物能够完全被分离出去,从而消除其对挥发酚检测的干扰。

4 检测技术发展趋势

未来,随着科技的不断进步和研究的不断深入,化工废水挥发酚检测技术有望在以下几个方面取得新的突破。一方面,检测仪器的自动化和智能化水平将进一步提高。未来的检测仪器将更加注重用户体验,操作更加简便快捷,甚至可能实现无人值守的自动化检测。同时,仪器将具备更强大的数据处理和分析能力,能够自动识别检测数据中的异常情况,并提供相应的解决方案和建议。此外,随着物联网、大数据、人工智能等技术的不断发展,检测仪器将与其他设备和系统实现更紧密

的互联互通,形成一个智能化的检测网络,为化工行业的智能化管理提供有力支持。另一方面,新型检测方法和技术的完善和应用。研究人员将致力于解决现有新型检测技术存在的问题,如生物传感器法的抗干扰能力、纳米材料检测技术的稳定性等,提高检测技术的可靠性和实用性^[3]。同时,将不断探索新的检测原理和方法,开发出更多具有创新性的检测技术,以满足化工废水挥发酚检测日益多样化的需求。此外,随着环保意识的不断提高和环保法规的不断完善,化工废水挥发酚检测技术将更加注重绿色环保和可持续发展。未来的检测技术将更加注重减少化学试剂的使用,降低能源消耗,减少对环境的影响。同时,将加强对检测过程中产生的废弃物的处理和回收利用,实现检测过程的绿色化和循环化。总之,化工废水挥发酚检测技术正处于快速发展的阶段,未来充满了无限的可能。随着科技的不断进步和研究的不断深入,我们有理由相信,化工废水挥发酚检测技术将为化工行业的环境保护和可持续发展做出更大的贡献。

结束语

化工废水挥发酚检测是环境保护工作中的重要环节。氨基安替比林分光光度法是目前常用的检测方法,但在检测过程中会受到多种干扰因素的影响。为了获得准确的检测结果,需要采取相应的处理方法消除干扰。同时,随着检测技术的不断发展,新的检测方法和仪器不断涌现,为化工废水挥发酚检测提供了更多的选择和可能。在实际工作中,应根据具体情况选择合适的检测方法和技术,不断提高检测的准确性和可靠性,为化工废水污染的治理和环境保护提供有力的技术支持。

参考文献

- [1]梁仕金. 分光光度法测定水中挥发酚含量的研究[J]. 建材与装饰,2011(6):150-152.
- [2]滕耀华. 浅析水中挥发酚的环境监测方法[J]. 技术与市场,2012,(4):97,99
- [3]万维光,陈蓓. 采用“水解+A/O”工艺处理化工废水[A]. 中国环境科学学会2006年学术年会优秀论文集(中卷)[C]. 2006.