

还原-偶氮光度法测定硝基苯的影响因素

陆爱琴, 吴进城

(南京军区环境监测站, 江苏 南京 210012)

中图分类号: O 657.32

文献标识码: C

文章编号: 1 006- 2009(2000)- 06- 0037- 01

在还原-偶氮光度法测定废水硝基苯的操作中, 由于诸多因素的影响常会出现空白值高、精密度和准确度差等问题。现将工作中的一些经验和处理方法作一介绍, 供参考。

(1) 试剂: 盐酸萘乙二胺的质量会影响到空白值, 它对温度和光敏感。变质后, 空白值增高, 正常试剂配制溶液的空白值为 0.005 A 左右, 而变质试剂溶液的空白值高达 0.016 A。因此, 该试剂一定要密封、避光, 置冰箱保存。所配溶液颜色加深或出现沉淀时, 需重新配制。

(2) 还原程度: 标准系列还原不充分, 曲线的斜率会偏低, 结果产生正误差。而样品还原不充分, 则可出现负误差。因此, 在还原时, 需保证盐酸浓度, 稍加搅拌, 使还原充分。过滤洗涤时, 应少量用水, 多次洗涤滤纸和烧杯, 以保证洗涤干净。

(3) pH 值调节: 实验中, 需两次调节 pH 值, 有

时需往复调节, 较难掌握。测定中发现, 在第 1 次调 pH 到 4~ 5 时, 向比色管中滴加 100 g/L 氢氧化钠溶液至恰好出现絮状沉淀, 此时的 pH 值便在要求范围内。第 2 次调 pH 到 1.5~ 2.0 时, 向比色管中加硫酸氢钾至絮状沉淀刚好溶解, 即可以达到要求。

(4) 温度控制: 此法最适宜的显色温度在 22 °C ~ 30 °C。温度过低, 可采用恒温水浴或将校准曲线和水样同时进行操作。

在实验过程中, 对以上事项进行注意, 作出的校准曲线截距、斜率、相关系数均能一次达到要求, 密码考核结果均在 $X \pm 2S$ 范围内。

收稿日期: 1999- 09- 13; 修订日期: 2000- 07- 28

第一作者简介: 陆爱琴(1975-), 女, 江苏泰兴人, 助理工程师, 学士。

表 1 电厂烟气中实测结果与计算结果比较*

电厂	煤粉炉 $q/(t \cdot h^{-1})$	除尘方式	锅炉负荷 /%	煤含硫量* /%	低位发热值 $Q/(kJ \cdot kg^{-1})$	计算值 $C_1/(mg \cdot Nm^{-3})$	实测值 $C_2/(mg \cdot Nm^{-3})$	C_1/C_2	
一	1 [#]	1 000	静电	49	0.36	25 330	689	530	1.3
二	1 [#]	220	静电	91	0.72	22 960	1 488	1 139	1.3
	4 [#]	220	水膜	80	0.70	22 960	1 230	984	1.2
	5 [#]	400	静电	71	0.64	22 100	1 363	1 385	1.0
三	1 [#]	7.5	水膜	69	0.57	22 537	1 015	510	2.0
	5 [#]	670	静电	84	0.78	22 554	1 634	1 780	0.9
四	1 [#]	2 000	静电	78	0.56	23 116	1 114	1 184	0.9
五	1 [#]	180	水膜	106	0.44	22 790	778	885	0.9
	3 [#]	220	水膜	73	0.64	23 777	1 094	1 058	1.0
六	9 [#]	400	静电	100	0.39	23 270	800	1 022	0.8
	10 [#]	420	静电	95	0.36	24 580	705	699	1.0
七	9 [#]	300	静电	75	0.53	21 805	1 140	1 254	0.9
八	1 [#]	1 025	静电	79	0.49	24 880	951	1 080	0.9
	2 [#]	1 025	静电	88	0.49	24 880	951	1 150	0.8
九	1 [#]	130	水膜	88	0.43	20 930	811	686	1.2
	5 [#]	410	水膜	97	0.52	20 930	981	815	1.2
	6 [#]	410	水膜	83	0.37	20 930	698	762	0.9
	7 [#]	1 000	静电	110	0.45	20 930	1 000	2 130	0.5

* α 均为 1.20; ** 煤挥发分均大于 15%。