

# 干扰曲线扣除法测定废水中苯胺类和硝基苯类

陆妙琴<sup>1</sup>, 王泾阳<sup>2</sup>

(1. 常熟市环境监测站, 江苏 常熟 215500; 2. 常熟市环境科学研究所, 江苏 常熟 215500)

**摘要:** 使用比色法测定苯胺和硝基苯时, 苯胺会严重影响硝基苯的测定。采用干扰曲线扣除法可以定量描述苯胺对硝基苯的影响, 得到水样中硝基苯的真实含量。用这种方法测定苯胺, 标准差为 0.29  $\mu\text{g}$ , 相对标准差为 1.9%, 回收率为 97%; 测定硝基苯, 标准差为 0.57  $\mu\text{g}$ , 相对标准差为 5.6%, 回收率为 95%。

**关键词:** 干扰曲线扣除法; 苯胺; 硝基苯; 废水

**中图分类号:** O657.32 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2002)06-0026-02

## To Determine Aniline and Nitrobenzene in Wastewater With Interference Curve Removal Method

LU Miao-qin<sup>1</sup>, WANG Jing-yang<sup>2</sup>

(1. Changshu Environmental Monitoring Station, Changshu, Jiangsu 215500, China;

2. Changshu Environmental Science Institute, Changshu, Jiangsu 215500, China)

**Abstract:** When determining aniline and nitrobenzene using colorimetry, the existence of aniline may disturb the determination of nitrobenzene. Using interference curve removal method can quantitative illustrated the disturbance of aniline to get the real content of nitrobenzene. Using this method to determine aniline, the standard deviation was 0.29  $\mu\text{g}$ , the relative standard deviation was 1.9%, recovery rate was 97%. To determine nitrobenzene, the standard deviation was 0.57  $\mu\text{g}$ , the relative standard deviation was 5.6%, recovery rate was 95%.

**Key words:** Interference curve removal method; Aniline; Nitrobenzene; Wastewater

比色法测定废水中苯胺类和硝基苯类, 先测定苯胺的浓度, 再将废水中的硝基苯经新生态氢还原后测定苯胺的浓度, 最后用直接相减的方法即浓度减去浓度可得硝基苯的浓度<sup>[1]</sup>。这种计算方法有很大的缺陷<sup>[2]</sup>, 废水中苯胺在经还原和不经还原的两种情况下, 所测得吸光值不同, 浓度也不同。实验表明, 苯胺标准曲线和干扰曲线(即苯胺经还原后测定的标准曲线)间具有非常显著性差异, 这种差异不是来自抽样误差, 而是来自方法本身。因此, 苯胺对硝基苯的影响就不能用简单地相减来表达。用干扰曲线扣除法可定量地描述这一影响程度, 方法简便直观。

用此法测定苯胺和硝基苯, 需制作 3 条标准曲线: 直接测定苯胺的标准曲线, 苯胺经还原后的干扰曲线, 硝基苯经还原后的标准曲线。测定样品时, 可先测出样品中苯胺的吸光值  $A_1$ , 在曲线上查

得其浓度  $C$ , 以此浓度在曲线上查得相应的吸光值  $A_2$ , 再将样品还原后测得吸光值  $A_3$ , 以  $A_3 - A_2$  的值在曲线上查得硝基苯的浓度。

### 1 原理

由于苯胺和硝基苯的还原产物相同, 使硝基苯的测定浓度中含有苯胺的浓度, 故必须减去这部分增量。干扰曲线扣除法可以定量地描述苯胺在还原后测定所产生的量值。它可在苯胺和硝基苯的混合物经还原后测定的吸光值减去, 其差值即为硝基苯还原后测定的真实吸光值, 用此值在硝基苯还原后的标准曲线上找出其真正含量。

收稿日期: 2002-06-25; 修订日期: 2002-09-24

作者简介: 陆妙琴(1966—), 女, 江苏常熟人, 助理工程师, 中专, 从事环境监测分析工作。

## 2 实验

### 2.1 主要仪器和试剂

见参考文献[1]。

### 2.2 实验步骤

#### 2.2.1 苯胺标准曲线

准确吸取 10.0 mg/L 苯胺标准溶液 0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL 和 4.0 mL 于 25 mL 比色管中,加水至 10 mL,摇匀,用硫酸氢钾或无水碳酸钠调节 pH 至 1.5 ~ 2.0,加 50 g/L 亚硝酸钠溶液 1 滴,摇匀,放置 3 min。加入 25 g/L 氨基磺酸铵溶液 0.5 mL 充分振荡,放置 3 min,待气泡除尽,加入 20 g/L NEDA 溶液 1 mL,用水稀释至刻度,摇匀,放置 30 min,于 545 nm 波长处,用 1 cm 比色皿,以水为参比,测定吸光值。

回归方程:  $y_1 = 0.005 + 0.0172x_1$ ,  $r = 0.9994$ 。

#### 2.2.2 硝基苯标准曲线

准确吸取 100.0 mg/L 硝基苯标准使用液 1.0 mL 于 50 mL 锥形瓶中,加水至 20 mL,加浓盐酸 2 mL,锌粉 0.5 g,100 g/L 硫酸铜溶液 2 滴,摇匀,放置 15 min,过滤,滤液收集于 100 mL 容量瓶中,用水洗涤滤纸 3 次,稀释至标线,混匀。吸取 0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL 和 4.0 mL 分别置于 25 mL 比色管中,以下步骤同苯胺标准曲线制作。

回归方程:  $y_2 = 0.003 + 0.0118x_2$ ,  $r = 0.9997$ 。

#### 2.2.3 干扰曲线

准确吸取 100.0 mg/L 苯胺标准溶液 1.0 mL 于 50 mL 锥形瓶中,加水至 20 mL,加入浓盐酸 2 mL,锌粉 0.5 g,100 mg/L 硫酸铜溶液 2 滴,摇匀,放置 15 min,过滤,滤液收集于 100 mL 容量瓶中,用水洗涤滤纸 3 次,稀释至标线,混匀。吸取 0.0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL 和 4.0 mL 分别置于 25 mL 比色管中,以下步骤同苯胺标准曲线制作。

回归方程:  $y_3 = 0.003 + 0.009x_3$ ,  $r = 0.9994$ 。

#### 2.2.4 样品测定

苯胺:吸取一定量的样品,于 25 mL 比色管中,加水至 10 mL,以下步骤同苯胺标准曲线制作。

硝基苯:取适量水样于 50 mL 锥形瓶中,以下步骤同硝基苯标准曲线制作。

### 2.3 计算

将测得的苯胺吸光值  $A_1$ ,在苯胺标准曲线上

找出相应的浓度,并找出此浓度的苯胺在干扰曲线上所对应的吸光值  $A_2$ 。由硝基苯测定所测得的吸光值  $A_3$ ,扣除干扰曲线上查得所对应的吸光值  $A_2$  即  $A_3 - A_2$ ,再在硝基苯标准曲线上找出相应的硝基苯浓度。

## 3 结果与讨论

### 3.1 苯胺标准曲线和干扰曲线的关系

对苯胺标准曲线和干扰曲线中的截距  $a_1$ 、 $a_3$  和回归系数  $b_1$ 、 $b_3$  作统计检验,结果表明,两根标准曲线的截距间无显著性差异,而回归系数  $b_1$  与  $b_3$  之间具有高度显著性差异。

### 3.2 精密度

用配制的苯胺和硝基苯的混合水样作方法精密度试验,结果见表 1。

表 1 苯胺和硝基苯混合水样精密度试验 ( $n = 8$ )

成分	$\bar{x}$ m/μg	相对标准差 / %
苯胺	15.06	1.9
硝基苯	10.22	5.6

### 3.3 加标回收率

用采集的工业废水作加标回收试验 ( $n = 8$ ),苯胺水样本底值为 4.3 μg、加标量为 10.0 μg 时,加标回收率为 95% ~ 99%;硝基苯本底值为 6.1 μg、加标量为 10.0 μg 时,加标回收率在 92% ~ 97% 之间。

## 4 结论

(1) 用此法测定苯胺类与硝基苯类简便直观,精密度和加标回收率均能满足检测要求。

(2) 统计检验表明,测定苯胺的标准曲线和干扰曲线,两者截距间无显著性差异,而回归系数间有高度显著性差异,这种差异不是来自抽样误差,而是来自方法本身。因此,苯胺对硝基苯的增量不能用直接减法,而应使用干扰曲线来扣除这种影响。在做样品时,应作 3 条标准曲线,利用这 3 条曲线的关系计算各自的含量。

### [参考文献]

- [1] 国家环保局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 第 3 版,北京:中国环境科学出版社,1988. 425 - 426.
- [2] 王泾阳,耿其德. 干扰曲线扣除法测定间硝基苯胺和间二硝基苯[J]. 环境监测管理与技术,1991,3(2):34 - 36.