

# 硝基苯类污染物还原分析的系统误差

夏冬前, 俞蓉, 张永华

(泰兴市环境监测站, 江苏 泰兴 225400)

**摘要:** 硝基苯类项目分析过程中, 经过锌粉还原、过滤等重要环节, 能吸附分析组分, 引起分析结果偏低, 通过理论计算和分析标样对比, 找出硝基苯类还原偶氮比色法主要的系统误差。

**关键词:** 硝基苯类; 分析; 系统误差

中图分类号: X832 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2004)06-0031-02

## System Error in Reduction Analysis of Nitrobenzene Class Pollutants

XIA Dong-qian, YU Rong, ZHANG Yong hua

(Taixing Environmental Monitoring Station, Taixing, Jiangsu 225400, China)

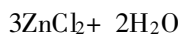
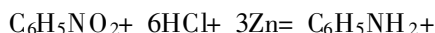
**Abstract:** During the analysis process of nitrobenzene class Pollutants, after reduction and filtration, the analysis component was absorbed, so the determination data was lower. With comparison and analysis, the system error was found out.

**Key words:** Nitrobenzene class; Analysis; System error

在水中硝基苯类分光光度法的测定中, 是用锌粉还原和慢速滤纸过滤, 实际上是将硝基苯类还原成苯胺类进行比色分析<sup>[1, 2]</sup>。由于锌粉还原后产生的多孔锌渣和过滤的滤纸都有一定的吸附力, 尤其是分子表面张力产生的吸附, 用水洗是解吸不尽的, 现以苯胺作参照, 通过实验, 找出其还原分析中存在的系统误差。

### 1 原理

在相同的条件下, 同质量的苯胺, 显色效果相同, 吸光值相同<sup>[3]</sup>。



理论上, 在同体积的溶液中, 123 g 硝基苯经还原后应与 93 g 苯胺的显色效果相同, 比色时的吸光值亦相同。

### 2 实验<sup>[3, 4]</sup>

#### 2.1 理论吸光值与实测值的对比

应用与测定硝基苯同时制作的苯胺标准曲线

$$y = 0.0189x + 0.002$$

设: 硝基苯的还原率为 100%, 理论计算

10  $\mu\text{g}/25\text{ mL}$  硝基苯的吸光值为:

$$\begin{aligned} A &= 10 \times 93 \times 0.0189 / 123 + 0.002 \\ &= 0.145 \end{aligned}$$

分取 8 份 10.0 mg/L 硝基苯标准溶液 5.00 mL 于三角烧瓶中, 加入 13 mL 水, 加入国标法<sup>[1]</sup>中其他试剂, 还原反应后, 再加入 30 mL 水, 各取上清液 10.0 mL, 进行比色, 测得 10  $\mu\text{g}/25\text{ mL}$  硝基苯试液的吸光值见表 1。

表 1 硝基苯理论吸光值与实测吸光值的对比

实测吸光值	理论吸光值	锌渣吸附误差值	相对误差 / %
0.133	0.145	-0.012	8.3
0.131	0.145	-0.014	9.7
0.133	0.145	-0.012	8.3
0.131	0.145	-0.014	9.7
0.132	0.145	-0.013	9.0
0.130	0.145	-0.015	10.3
0.129	0.145	-0.016	11.0
0.133	0.145	-0.012	8.3

收稿日期: 2004-04-01; 修订日期: 2004-10-18

作者简介: 夏冬前(1964-), 男, 江苏泰兴人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。

由表 1 可见, 多孔锌渣的吸附作用使测定值偏低, 吸光值误差值为  $0.0135 \pm 0.0015$ , 相对误差为  $9.3\% \pm 1.7\%$ 。

## 2.2 滤纸的吸附作用

配制苯胺标准使用液, 按国标方法分别吸取两组标准系列, 并加水至 20.0 mL, 其中一组用滤纸过滤, 将两组一起按国标方法<sup>[2]</sup>显色, 结果见表 2。

表 2 滤纸的吸附误差

苯胺含量 $m/\mu\text{g}$	未过滤 吸光值	滤纸过滤 后吸光值	滤纸吸附 误差值	相对误差 / %
0.0	0.023	0.023	0.0	0.0
0.25	0.066	0.055	0.011	16.7
0.50	0.105	0.081	0.024	22.9
1.00	0.216	0.162	0.054	25.0
2.00	0.399	0.300	0.099	24.8
3.00	0.595	0.448	0.147	24.7
4.00	0.770	0.551	0.219	31.3

从表 2 可以认为, 滤纸吸附使测定值偏低, 相对误差为  $24.2\% \pm 7.1\%$ 。且不同浓度的苯胺, 过滤滤纸吸附的误差亦不同, 浓度低的吸附误差较小, 浓度高的吸附误差较大。

将表 2 中苯胺含量与对应的吸光值作线性回归, 回归方程为:

未过滤:  $y_{\text{未}} = 0.0189x_{\text{未}} - 0.001$ ,  $r = 0.9998$

过滤:  $y = 0.0136x + 0.002$ ,  $r = 0.9987$

滤纸吸附的回归方程斜率误差为 28%。

经计算锌渣和过滤吸附的总误差为 34.8%。

## 3 讨论

为进一步证实硝基苯在还原和过滤过程中产生的误差, 取中国环境监测总站标准样品 3 个, 分别由 3 位分析人员进行测定, 结果见表 3。

表 3 硝基苯标准样品分析验证结果<sup>①</sup>

分析者	甲				乙				丙			
测定值 $\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	1.420	1.389	1.474	1.346	1.325	1.432	1.368	1.474	1.432	1.496	1.303	1.453
给定值 $\rho/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	1.97 ± 0.19				2.02 ± 0.18				1.97 ± 0.19			
误差 %	18.3	19.8	15.5	22.0	25.5	20.2	23.4	18.1	17.7	14.4	24.2	16.6

①验证试验条件: 所有使用试剂配制, 硝基苯校准曲线绘制和比色均由一人进行, 还原过程等工作由 3 人各自操作。

从表 3 可见, 3 个标准样品的测定结果明显偏低, 不在给定值的范围内, 误差在 14.4% ~ 25.5% 之间, 平均误差约为 19.6%。虽可以通过同时制作硝基苯校准曲线以消除此部分系统误差, 但因不同浓度的硝基苯还原误差差异较大, 不能全面去除, 且分析一个样品, 也需制作校准曲线, 工作量较大。

国标法<sup>[1]</sup>规定硝基苯标准使用液为 100 mg/L, 它与实际分析的样品浓度存在差异, 亦与中国环境监测总站的标准样品浓度相差较大, 导致其还原后的吸附差异没有一致性。

## 4 建议

(1) 根据实际样品中硝基苯浓度的大小, 以不同浓度的硝基苯标准溶液还原制作校准曲线, 并用标准样品作进一步验证, 准确求出各种浓度范围的吸附误差以及找出与使用 100 mg/L 硝基苯标准

溶液绘制校准曲线之间的差异关系, 供测定时校正。

(2) 使用浓度相近的标准样品, 对单一样品进行对比分析, 按系统误差进行校准。

(3) 在不使用标准样品对比的情况下, 进行大量的实验室间对比分析试验, 求出正态分布下的还原吸附平均误差, 供环境监测部门统一使用, 使测定结果间具有可比性。

## [参考文献]

- [1] GB/T 15501-1995, 硝基苯类的测定[S].
- [2] GB/T 11889-1989, 苯胺类的测定[S].
- [3] 国家环境保护总局《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 4 版, 北京: 中国环境科学出版社, 2002. 465-467.
- [4] 薛华. 分析化学[M]. 北京: 清华大学出版社, 1989. 270-271.

本栏目责任编辑 李延嗣