

还原-偶氮光度法测定废水硝基苯的改进

戴建红, 丁建刚

(泰兴市环境监测站, 江苏 泰兴 225400)

中图分类号: O657.32

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2004)06-0034-02

在用还原偶氮光度法^[1]测定一硝基和二硝基化合物中积累的一点经验, 供参考。

1 校准曲线的绘制

文献[1]中绘制校准曲线是向各浓度点加还原标准溶液的过滤液, 补水至 10 mL, 现改成补空白试验的过滤液至 10 mL。这时其 pH < 0.5, 然后加热水至 24 mL, 并向溶液中准确加 100 g/L 氢氧化钠溶液 0.5 mL, 混匀, 再向各比色管中加 3~5 滴氢氧化钠溶液, 调 pH 值至 1.5 左右, 补水至 25.0 mL, 最后加重氮化和偶合试剂。改进后的方法可保证在向比色管中加氢氧化钠前的溶液酸度基本一致, 还省略了加硫酸氢钾^[2]。

原校准曲线的最高浓度点硝基苯绝对量为 20.0 μg, 相应吸光值约为 0.26, 而苯胺曲线最高浓度点的绝对量为 40.0 μg, 折算成硝基苯是 52.9 μg, 相应吸光值在 0.72 左右, 若将硝基苯还原标准使用液浓度增加一倍 (即 4.0 μg/mL) 来绘制校准曲线, 硝基苯绝对量为 40.0 μg 时, 相应吸光值约为 0.49, 从而扩大了测量范围。

2 温度对重氮化、偶合反应的影响

文献[1]提示显色温度宜在 22~30, 室内水温一年中最低时只有零上几摄氏度, 最高时三十几摄氏度。由于水温相差很大, 加上分析的操作环节较多, 室温条件下绘制的校准曲线, 有时斜率变化较大, 相关系数亦不好, 为掌握好温度对重氮化和偶合反应的操作, 进行了温度对重氮化和偶合反应的试验。即吸取 5.0 mL 还原的标准溶液过滤液 (4.0 μg/mL) 共 9 份, 加空白试验过滤液至 10 mL, 第(1)组加 60 左右水至 24 mL, 加碱调 pH, 补水, 加重氮化试剂, 这时溶液温度为 34, 按照时间分别加氨基磺酸胺和盐酸萘乙二胺, 这时溶液温度为 24 左右; 第(2)组的区别在加亚硝酸钠重氮化 3 min 后, 把热溶液降到室内水温 (实验时为 13); 第(3)组是在加氨基磺酸胺 3 min 后, 把热溶液降至室内水温。此外, 另取 3 份各吸取还原的标准溶液过滤液 5.0 mL, 加室温蒸馏水至 24 mL。4 种情况下吸光值见表 1。

表 1 温度对同一标准溶液重氮化和偶合反应的影响

	加 60 的蒸馏水不降温				加亚硝酸钠后降温				加氨基磺酸胺后降温				加室温蒸馏水			
	1	2	3	平均	1	2	3	平均	1	2	3	平均	1	2	3	平均
A	0.271	0.281	0.275	0.276	0.282	0.278	0.279	0.280	0.275	0.278	0.279	0.277	0.211	0.202	0.250	0.206
A - A ₀	0.255	0.265	0.259	0.260	0.266	0.262	0.263	0.264	0.259	0.262	0.263	0.261	0.195	0.186	0.189	0.190

由表 1 看出, 前 3 种的吸光均值分别为 0.260、0.264、0.261, 可以说基本相等, 而第 4 种的均值只有 0.190, 说明温度相对较高时, 苯胺重氮化反应完全, 否则不完全。而偶合反应的温度对最后呈色量基本无影响。因一年中室内水温相差较大, 在绘制校准曲线或样品分析中, 补加的蒸馏水要改成冬季加温度较高的蒸馏水, 初春、深秋水温

在十到十几摄氏度时, 加 60 的蒸馏水, 其他季节可加室温蒸馏水, 这样就可保证全年分析中的重氮化反应都在二十几摄氏度以上, 它比把比色管先放

收稿日期: 2003-11-04; 修订日期: 2004-09-21

作者简介: 戴建红 (1969-), 女, 江苏泰兴人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。

到热水浴中升温后再进行重氮化反应方便省时。

3 其他

3.1 对原分析方法中的部分操作的改进建议

原分析方法中的部分操作改进建议见表 2。

表 2 原分析方法部分操作的改进建议

原分析方法	改进建议
(1) 取适量水样(使硝基苯加苯胺的总吸光值不超过 0.5)。显色时,分取经还原后滤液 10.0 mL	(1) 取一定量水样(或取适量,加水至 20 mL)。显色时,分取适量经还原后滤液,加空白试验滤液至 10.0 mL。以减少重复实验次数
(2) 还原反应在 50 mL 锥形瓶中进行,过滤后定容	(2) 还原反应在 50 mL 比色管中进行,定容后过滤,以减少操作时间
(3) 还原操作时加浓盐酸 2 mL	(3) 还原操作时加 6 mol/L 盐酸 4 mL。以保证盐酸浓度和避免实验室环境污染
(4) 吸取 1.0 mL 硝基苯标准使用液进行还原	(4) 吸取 5.00 mL 稀释至 100 mL,分取 20.0 mL 进行还原。以减少吸取量误差
	(5) 计算公式的补充 $\text{硝基苯 (mg/L)} = \frac{m}{V_1} \times \frac{50}{V_2}$
	式中: V_1 ——分取供还原的水样体积, mL; V_2 ——分取供显色的滤液体积, mL; m ——由校准曲线查得的硝基苯量

3.2 废水分析

废水分析时,应先用酸或碱调至中性,再加 6 mol/L 盐酸。如水样加锌粉后反应剧烈,短时间即完成反应,必要时,可添加锌粉和盐酸。

全年的重氮化反应都在 20 以上,这样可提高校准曲线的相关性和减少斜率波动;对少数废水组成复杂、干扰物质多、水温较高、酸消耗量相对偏多时,操作中要特别注意,包括减少碱加入量。

4 小结

因硝基苯分析操作程序和使用的玻璃器皿较多,反应时,对 pH 和温度要求较高。如果把标准曲线扩大一倍,改进公式中的 V_2 可以 < 10 mL 或 > 10 mL,这样分析的浓度范围会宽得多;将还原反应在 50 mL 比色管中进行,滤液直接滤到 25 mL 比色管中,这样可减少操作步骤,缩短操作时间;若

[参考文献]

- [1] 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:中国环境出版社,2002,467-470.
- [2] 国家环境保护总局《空气和废气监测分析方法》编委会. 空气和废气监测分析方法[M]. 第 4 版,北京:中国环境科学出版社,2003,604-607.

· 书讯 ·

《环境保护行政许可实施指南与应用案例》

张国祥,毛显强编著,化学工业出版社,2004 年 8 月出版,28.00 元

该书根据在环境保护领域落实《中华人民共和国行政许可法》的要求,结合我国环境保护行政管理的实践,在对环境保护行政许可进行理论分析的基础上,对基本和常见的环境保护行政许可过程进行了深入浅出的解释,并结合国内典型的环境保护行政许可案例、我国港台地区及国外环境保护行政许可的管理经验进行了应用分析。

该书为环境保护的相关管理人员提供了理论工具和丰富的国内外案例,为从事经济建设的管理人员进行环境保护审批提供了指南,也为身受污染危害的普通群众保护自身权益提供了帮助。

《环境中有毒有害物质与分析检测》

毛跟年等编著,化学工业出版社,2004 年 1 月出版,66.00 元

该书介绍了环境中有毒有害物质的种类和来源、体内过程、对生物体的危害、毒物学试验方法等,并对样品采集、预处理和检测方法进行了概述;详细阐述了有毒有害气体、易挥发性物质、化学元素、农药及兽药与激素残留、致癌有机化合物、细菌、真菌毒素、病毒、寄生虫、动植物毒素等对人体健康的危害及其检测方法;力求从理化性质、病原特性、污染来源、毒性作用、对人体的危害和检测方法等方面对各种有毒有害物质进行详细介绍。

全书内容涉及许多交叉学科,可供环境保护与监测、卫生防疫、生物医学、食品卫生、化学化工、进出口检验等相关人员参考。

以上图书全国各大书店均有售,如需获取更多图书信息请登录 www.cip.com.cn 查询,邮购加收 10% 邮资。

地址:(100029)北京市朝阳区惠新里 3 号;收款人:化学工业出版社发行部;邮购电话:010-64982530 64918013