

# 还原-偶氮光度法测定废水中硝基苯类的改进

童桂凤, 阚 霄, 黄 东

(扬州市环境监测中心站 江苏 扬州 225001)

中图分类号: O 657.31

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2001)04-0037-01

用现行还原-偶氮光度法测定水和废水中硝基苯类, 分析步骤比较繁琐, 尤其是前后两次对 pH 值的反复调节, 既耗费时间, 浪费试剂, 又影响校准曲线的斜率, 给操作带来诸多不便, 降低测定的准确度。固体硫酸氢钾加入量很不容易掌握, 困扰着分析工作者。今对此法的某些步骤作一些改进。

## 1 试验

### 1.1 主要仪器与试剂

721 分光光度计; 25 mL 具塞比色管; 100 g/L 氢氧化钠溶液; 150 g/L 硫酸氢钾溶液; 0.100 mg/L 硝基苯标准使用液; 其他试剂与原方法相同<sup>[1]</sup>。

### 1.2 校准曲线绘制

吸取 1.00 mL 硝基苯标准使用液于 50 mL 锥形瓶中, 加水至 20 mL, 加入浓盐酸 2.0 mL, 100 g/L 硫酸铜溶液 2 滴, 锌粉 0.5 g, 摇匀。放置 15 min, 过滤, 滤液收集于 50 mL 容量瓶中, 用水洗涤滤纸 3 次, 稀释到标线, 混匀。分别吸取一系列滤液置于 25 mL 比色管中, 加水至 10 mL。滴加 100 g/L 氢氧化钠溶液, 至溶液刚刚出现白色絮状沉淀, 加水至 23 mL 左右, 摇匀。加 150 g/L 硫酸氢钾 0.65 mL ~ 0.70 mL, 加水至标线, 摇匀。加 50 g/L 亚硝酸钠溶液 1 滴, 摇匀。放置 3 min, 加 25 g/L 氨基磺酸铵溶液 0.5 mL, 充分摇匀, 放置 3 min, 待气泡除尽, 加入 20 g/L 萘乙二胺溶液 1.0 mL, 摇匀。放置 30 min, 用 10 mm 比色皿, 于 545 nm 处, 以水为参比, 测量吸光值。减去零浓度空白吸光值, 绘制校准曲线。

样品测定步骤与原方法相同<sup>[1]</sup>。

## 2 结果分析

### 2.1 校准曲线的对比

使用同一批硝基苯标准溶液, 分别用原方法和改进方法绘制校准曲线, 所得曲线分别为:

原方法:  $y = 0.0124x - 0.003$   $r = 0.9995$

改进法:  $y = 0.0127x - 0.001$   $r = 0.9996$

统计检验表明, 两种方法所绘校准曲线无显著性差异, 不存在系统误差。

### 2.2 精密度

用改进法对某农药废水中的硝基苯进行测定(在不同时间做 7 次重复测定), 相对标准差为 4.3%, 精密度较好。

### 2.3 加标回收率

对 5 个农药废水样进行加标回收试验, 回收率在 90.3% ~ 108.6% 之间。

### 2.4 两种方法的对比试验

用原法和改进法对 9 组农药废水中硝基苯类进行测试, 测定值经过配对  $t$  检验, 表明两种方法的测定结果无显著性差异。

改进法中, 把固体硫酸氢钾配成溶液且定量化加入, 省略了 pH 的反复调节, 缩短了工作时间, 减少了比色管中溶液的损失, 提高了方法的精密度和准确度。

## [参考文献]

- [1] 国家环保局《水和废水监测分析方法》编委编. 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, 1989. 424 ~ 425.

收稿日期: 2001-04-02

第一作者简介: 童桂凤(1971-), 女, 江苏姜堰人, 助理工程师, 学士, 已发表论文 1 篇。

本栏目责任编辑 李延嗣