

国产 *NEDA* 试剂测定苯胺及 *pH* 调节

袁 飞, 邢瑞乐

(海门市环境监测站, 江苏 海门 226100)

中图分类号: O657.32

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2004)02-0034-01

目前一般均采用萘乙二胺偶氮光度法测定水中的苯胺。该法对所用 *N*-(1-萘基)乙二胺盐酸盐(*NEDA*)试剂的质量要求甚高, 使用国产 *NEDA* 空白值高; 在有些方法^[1,2]中, 采用固体硫酸氢钾或无水碳酸钠调节试液的 *pH* 值, 较难掌握。针对上述问题, 进行了一些试验, 取得了较好的效果, 并大大地节约了测定成本。

使用国产试剂配制的 20 g/L *NEDA* 溶液显色剂空白值偏高, 其空白吸光值均在 0.010 左右, 高于进口试剂配制溶液的空白吸光值约 0.003~

0.007。进口 *NEDA* 试剂价格昂贵, 5 g 包装目前价位在 400 多元, 而国产试剂 25 g 包装仅为 25 元, 实际工作中大部分实验室均使用进口试剂。

针对国产 *NEDA* 试剂空白值偏高现象, 经过多次试验, 采用在苯胺试样分析过程中同时绘制校准曲线和缩短 20 g/L *NEDA* 溶液使用时间, 即对新配制的 *NEDA* 溶液控制在半个月使用等方法, 经用国家标准样品考察, 取得了满意的结果, 见表 1。

表 1 国产 *NEDA* 试剂测定苯胺的校准曲线和标准样品测定结果

分析时间	空白吸光值	校准曲线	γ	试样调节 <i>pH</i> 值	标样保证 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$	测定值 $\rho/(mg \cdot L^{-1})$
2002-03	0.009	$y = 0.006 + 0.0177x$	0.9999	1.8	1.52 ± 0.09	1.53
2002-08	0.010	$y = 0.007 + 0.0183x$	0.9997	1.8	1.93 ± 0.13	1.95
2002-11	0.011	$y = 0.006 + 0.0185x$	0.9996	1.8	1.00 ± 0.07	1.03

注: 进口试剂的 20 g/L *NEDA* 溶液空白吸光值为 0.001~0.003, 校准曲线截距为 0.001~0.003, 斜率为 0.0188~0.0193。

在萘乙二胺偶氮光度法中, 苯胺与亚硝酸盐重氮化, 再与 *NEDA* 偶合, 反应的最佳 *pH* 范围是 1.5~2.0。文献[1]则以加固体硫酸氢钾 50 mg 左右来调节 *pH* 值, 在此过程中, 需多次用玻棒沾取试液滴触及 *pH* 试纸反复调节观察, 难以掌握, 易造成各试样 *pH* 值不一致, 影响分析精密度, 并且多次沾取试液更易造成试样损失和沾污。

为此, 参考《水和废水监测分析方法(第 4 版)》, 经多次试验, 在一系列苯胺标准溶液(水样)中加水至 10 mL 混匀后, 用滴管滴加 200 g/L 硫酸氢钾溶液 6 滴(约 0.3 mL), 用精密 *pH* 计测定, 其 *pH* 值为 1.80, 正好控制在该 *pH* 值条件范围内, 所绘制的校准曲线稳定, 线性关系良好。对于碱性废水样品, 宜采取双份试样, 先对其中一份滴加硫酸氢钾溶液, 找出达到 *pH* 值要求的滴加溶液

数, 然后再对另一份样品进行 *pH* 调节测定。

总之, 使用国产 *NEDA* 试剂测定苯胺, 尽管空白值偏高, 截距较大, 但只要在分析样品时严格操作, 控制好 *pH* 值, 所配国产 *NEDA* 溶液在半个月使用, 并同步绘制校准曲线, 完全可以取得满意的测定结果。

[参考文献]

- [1] GB 11889-89, 水质 苯胺类的测定 *N*-(1-萘基)乙二胺偶氮分光光度法[S].
- [2] 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, 1999. 423.

收稿日期: 2003-12-06; 修订日期: 2004-03-09

作者简介: 袁 飞(1963-), 男, 江苏海门人, 工程师, 大学本科, 从事环境监测工作。