

HJ

国家环境保护总局标准

HJ/T 50—1999

水质 三氯乙醛的测定

吡唑啉酮分光光度法

Water quality—Determination of trichloro-aldehyde—
3-methyl-1-phenyl-5-pyrazolone spectrophotometric method

1999-08-18 发布

2000-01-01 实施

国家环境保护总局 发布

国家环境保护总局标准

水质 三氯乙醛的测定 吡唑啉酮分光光度法

HJ/T 50—1999

Water quality—Determination of trichloro-aldehyde—
3-methyl-1-phenyl-5-pyrazolone spectrophotometric method

1 主题内容和适用范围

1.1 主要内容

本标准规定了用 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮分光光度法测定水中三氯乙醛的方法。

本标准适用于农田灌溉水质、地下水和城市污水中三氯乙醛的测定。

1.2 测定范围

试样体积为 10 ml，定容至 25 ml 比色管中，用 30 mm 比色皿，检测下限为 0.08 mg/L，检测上限为 2 mg/L。

1.3 干扰及消除

在测定条件下，150 μg 以下的 Mn^{2+} ，100 μg 以下的 Cu^{2+} 和 Hg^{2+} 的干扰，可加入 2% 氟化钠溶液 1 ml 去除；2500 μg 以下的 Ca^{2+} 的干扰可采用显色后离心分离再测定的方法去除。

2 原理

在弱碱性条件下，1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮和三氯乙醛反应，生成棕红色化合物，在 480 nm 处测定，其吸光度与三氯乙醛的含量成正比。

3 试剂

本标准所用试剂，除非另有说明，均使用符合国家标准或专业标准的分析纯及以上纯度试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 磷酸盐缓冲溶液

称取 22.69 g (准确至 0.01 g) 磷酸氢二钠 ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) 与 0.46 g (准确至 0.01 g) 磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 溶于水后移入 1 000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 pH 为 8.0。

3.2 吡唑啉酮显色剂，0.5% (m/V)

称取 0.50 g (准确至 0.01 g) 吡唑啉酮溶于 15 ml 二甲基甲酰胺中，加水稀释至 100 ml。因吡唑啉酮中可能残留有苯，使溶液显黄色，放置过久会因氧化而加深，可加 10 ml 四氯化碳萃取除去，使空白值降低。试剂保存在冰箱中，可稳定 15 天。

3.3 氢氧化铝悬浮液

溶解 125 g 硫酸铝钾 [$\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$] 于 1 000 ml 水中，加热至 60 $^{\circ}\text{C}$ 。在不断搅拌下，徐徐加入 55 ml 浓氨水，放置 1 h。倒去上清液，将沉淀物移入 1 000 ml 量筒中，加水至刻度，重复数次，至 pH 为 6~7。把上清液全部倒出，只留稠的沉淀物，最后加水 100 ml。保存于试剂瓶中，用时摇匀。

3.4 三氯乙醛标准储备溶液

称取水合三氯乙醛 ($C_2H_3Cl_3O_2$) 0.11 g 左右 (精确至 0.0002 g), 溶于水后, 移入 100 ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 备用。

储备液浓度按下式计算:

$$\text{储备液浓度 (mg/L)} = \frac{m \times 0.8912 \times 10^3 \times 10^3}{100}$$

式中: m ——称取水合三氯乙醛的重量, g。

0.8912——水合三氯乙醛换算为三氯乙醛的系数。

注: 水合三氯乙醛不进行干燥处理, 直接从密封良好的试剂瓶中称取即可, 由于水合三氯乙醛易挥发, 称量应迅速。

3.5 三氯乙醛标准使用液

取数毫升储备液配制、取用量按下式计算:

$$\text{储备液取用量 (ml)} = \frac{10v}{c}$$

式中: v ——欲配制液体积, ml;

c ——储备液的浓度, mg/L。

临用前配制。

注: 若用回归方程计算, 可取储备液 1.00 ml 加入到 100 ml 容量瓶中, 用水稀至刻度, 计算出三氯乙醛浓度。

4 仪器

实验室常用仪器及分光光度计。

5 采样和样品保存

样品应用玻璃瓶采集, 在中性条件下冷藏保存 (2~5 °C), 采样后尽快分析, 最迟不超过 72 h。

6 步骤

6.1 样品预处理

6.1.1 样品中不含悬浮物、低色度的水样可直接测定。

6.1.2 水样混浊并有一定色度, 可用氢氧化铝吸附分离处理。

取 50.0 ml 调至近中性的水样于 50 ml 比色管中, 加 1 ml 氢氧化铝悬浮液, 摇匀, 用中速定量滤纸干过滤, 弃去 10~15 ml 初滤液, 用干燥洁净比色管接取滤液备用。

6.2 测定

准确移取 10 ml 以下体积水样 (含三氯乙醛少于 55 μg), 置于 25 ml 比色管中, 加入 5 ml 磷酸盐缓冲液 (3.1), 摇匀, 加入显色剂 (3.2) 5 ml, 加水至标线, 摇匀, 取下比色管塞子, 在沸水浴中加热 15 min。用冷水冷却至室温, 在 480 nm 处, 用 30 mm 比色皿, 以水作参比, 测定吸光度。显色液若有沉淀, 离心分离后, 用吸管吸取上清液测定吸光度。用扣除空白试验后的吸光度从校准曲线 (6.4) 上查得或由回归直线方程计算出三氯乙醛含量。

6.3 空白试验

以 10 ml 去离子水代替试样, 按步骤 (6.2) 进行操作。

6.4 校准曲线绘制

在一系列 25 ml 比色管中, 分别加入 0、0.20、0.50、1.00、2.00、4.00 和 5.00 ml 三氯乙醛标准使用液 (3.6), 按 6.2 步骤进行测定。

从测得的吸光度减去空白试验的吸光度后, 绘制校准曲线或计算回归直线方程。

7 结果的表示

三氯乙醛的含量 C (mg/L) 按下式计算:

$$C = \frac{m}{v}$$

式中：C——样品中三氯乙醛含量，mg/L；

m ——由校准曲线上查得的或用回归直线方程计算出的试样中三氯乙醛的量， μg ；

v ——试样体积，ml。

8 精密度与准确度

5个实验室测定含三氯乙醛为1.08 mg/L统一水样。

8.1 重复性

实验室内相对标准偏差为2.8%。

8.2 再现性

实验室间相对标准偏差为4.6%。

8.3 准确度

加标回收率范围在92.3%~103.7%之间。

附加说明：

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准由农业部环境保护科研监测所和保定市环保监测站负责起草。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。