

中华人民共和国国家标准

水质 肼的测定
对二甲氨基苯甲醛分光光度法

GB/T 15507—1995

Water quality—Determination of hydrazine—p-Dimethylaminobenzaldehyde spectrophotometric method

1 主题内容和适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了测定水中肼的对二甲氨基苯甲醛分光光度法。

1.2 适用范围

1.2.1 本标准适用于地面水和工业废水中肼的测定。

1.2.2 试料体积 1~10 mL, 比色皿光程为 1.5 cm 时, 本方法检测限以肼计为 0.002 mg/L, 测定上限为 1.00 mg/L。更高浓度的样品, 稀释后再进行测定。

1.2.3 干扰: 氨基脲、硫脲、脲素分别高达 20、50、200 mg/L 以上时干扰测定; 一甲基肼为肼含量的 3 倍以上, NO_2^- 大于 1 mg/L 时产生干扰。

2 原理

在酸性溶液条件下, 肼与对二甲氨基苯甲醛作用, 生成对二甲氨基苯连氮黄色化合物, 于波长 458 nm 处进行分光光度测定。

3 试剂

除非另有说明, 本标准所用试剂均为符合国家标准或专业标准的分析纯试剂, 试验中均应使用蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 盐酸(HCl): $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ 。

3.2 盐酸溶液: $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

3.3 乙醇 95%。

3.4 对二甲氨基苯甲醛溶液: 称取 4 g 对二甲氨基苯甲醛溶于 200 mL 95% 乙醇和 20 mL HCl[3.1] 酸中。

3.5 叠氮化钠溶液: 155 g/L。称取不含肼的叠氮化钠(NaN_3 , 注意剧毒) 15.5 g 溶于水中, 稀释至 100 mL。如叠氮化钠中含肼, 可按下述步骤精制:

将叠氮化钠溶于适量水中, 滤去不溶物, 滤液置烧杯中, 将烧杯放在电热板上加热, 不断搅拌, 使叠氮化钠结晶析出, 待大部分叠氮化钠析出后, 用滤纸过滤, 经无水乙醇脱水后, 将此叠氮化钠放入烘箱中于 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥 2 h, 放在干燥器内冷却, 然后放入试剂瓶中备用。

注意: 叠氮化钠剧毒, 精制操作应在通风柜内进行。

3.6 肼标准贮备溶液: 100 mg/L。称取 0.328 0 盐酸肼($\text{N}_2\text{H}_4 \cdot 2\text{HCl}$) 或 0.406 0 g 硫酸肼($\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$), 用 HCl 溶液[3.2] 溶解, 定量移入 1 000 mL 容量瓶中, 并用 HCl[3.2] 稀释至标线备

国家环境保护局 1995-03-15 批准

1995-08-01 实施

用。

3.7 胍标准溶液:1.00 $\mu\text{g/mL}$ 。吸取胍标准贮备液[3.6]10.0 mL,移入1 000 mL容量瓶中,用HCl溶液[3.2]稀释至标线。

4 仪器

一般实验室常规仪器和设备。

4.1 分光光度计:带光程1.5 cm比色皿。

4.2 具塞比色管:25 mL。

5 采样与保存

5.1 采样与贮存样品均使用玻璃瓶。

5.2 水样现场固定:用盐酸固定,pH值调至小于2,可保存24 h。

6 步骤

6.1 校准曲线的制备

取8支25 mL具塞比色管,分别加入胍标准溶液[3.7],0,0.5,1.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 mL,加入蒸馏水至10 mL,加入10 mL对二甲氨基苯甲醛溶液,加蒸馏水稀释至25 mL标线,混匀,放置20 min,用10 cm光程的比色皿于458 nm波长处测定吸光度。以胍含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

6.2 样品测定

用无分度吸管吸取10 mL待测水样于25 mL具塞比色管中,检查水样pH值,如水样不呈中性需用稀盐酸或氢氧化钠溶液,将水样调至7左右,加入10 mL对二甲氨基苯甲醛溶液,加蒸馏水稀释至25 mL标线,混匀,20 min后用10 cm光程的比色皿于458 nm波长处测定吸光度,从校准曲线查出胍含量。

6.3 空白试验

取10 mL蒸馏水代替水样,按水样相同的步骤进行空白测定。

7 结果的表示

试样中胍含量 C (mg/L)按下式计算:

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

式中: m ——从校准曲线上查得试样胍含量, μg ;

V ——分析试样体积,mL。

8 精密度和准确度

8个实验室对0.100,0.500,0.800 mg/L的标准溶液,按[6.2]分析步骤测定,结果如下:

8.1 重复性

三个浓度的实验室内相对标准偏差分别为3.7%、0.9%、0.6%。

8.2 再现性

三个浓度的实验室间相对标准偏差分别为4.4%、1.3%、0.9%。

8.3 准确度

加标回收范围为96%~104%。

附录 A
(补充件)

A1 水样处理

水样一般不需预处理,如水样中含有微小的固体颗粒,可先将水样用快速滤纸过滤,弃去开始滤出的数毫升水样后,滤液待用,或离心去除杂质。

A2 排除干扰

水样中一般不含铬化合物,如个别水样有铬共存时,可将水样先加 2 mL HCl[3.2]于水样管中,再加 1% 的碘化钾 0.4 mL 混匀,放置 10 min 后,再按操作步骤[6.2]进行。如:水样中含 NO_2^- 含量高于 1 mg/L 时可向水样中加入酚酞指示剂 1 滴,用 20% 氢氧化钠溶液调至水样成红色,再加入 2 mL 叠氮化钠溶液[3.5]于通风柜中加 HCl[3.2]至红色消失,然后加入 1.3 mL HCl[3.1]充分振荡使反应进行完全,再按操作步骤[6.2]进行。如:水样中存在一甲基胍和偏二甲基胍时,水样的酸度调到 1 N 后,再按操作步骤[6.2]进行。

A3 计算

如测定结果以水合肼计,将结果乘以 1.56 即可。因 1.56 份 $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 中含有 1 份 N_2H_4 。

附加说明:

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。

本标准由辽宁省丹东市环保研究所、航天航空工业部第七设计院、兵器工业部西安庆华电器制造厂等起草。

本标准主要起草人刘静秋、孙宏、郑一君、刘广聚、徐志通、杨清平、吕慧、姜维功、李建安、蒋春山、王兰翠、李冰清、刘杰。

本标准委托中国环境监测总站解释。