

中华人民共和国国家标准

水质 黑索今的测定
分光光度法

GB/T 13900—92

Water quality—Determination of
RDX—Spectrophotometry

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了测定水质中黑索今的分光光度法。

1.2 适用范围

1.2.1 本标准适用于弹药装药工业废水中黑索今含量的测定。

1.2.2 对 50 mL 试料,比色皿光程 10 mm,黑索今的最低检出浓度为 0.05 mg/L,测定范围为 0.1~10.0 mg/L。

1.2.3 在被测溶液中如有环四甲撑四硝胺(奥托今),对黑索今测定有干扰。

2 原理

黑索今在硫酸溶液中加热分解生成甲醛,甲醛与乙酰丙酮及氨作用,生成黄色的 3,5-二乙酰基-1,4-二氢卢剔啶,在 412 nm 处进行分光光度测定。

3 试剂

除另有说明,分析中所用试剂均应符合国家标准分析纯试剂。所用水均使用蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 浓硫酸: $\rho=1.84$ g/mL。

3.2 乙酰丙酮溶液。

3.2.1 称取 25 g 乙酸铵溶于 80 mL 水中,加冰乙酸($\rho=1.05$ g/mL)3 mL,以水稀释至 100 mL。此溶液为 pH6 缓冲溶液。

3.2.2 吸取 0.2 mL 乙酰丙酮试剂加入上述(3.2.1)pH6 缓冲溶液中,摇匀。低温下保存,有效期为一个月。

3.3 硝酸溶液:50%(V/V)。

量取 10 mL 硝酸($\rho=1.39$ g/mL)与 10 mL 水混合。

3.4 硫酸亚铁铵[$\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2 \cdot \text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]。

3.5 硫酸亚铁铵溶液:10 g/L。

称取 1.3 g 六合水硫酸亚铁铵(3.4)溶于 100 mL 水中。

3.6 黑索今标准溶液。

准确称取精制黑索今(经丙酮重结晶二次)0.040 0 g 于 1 000 mL 烧杯中,以约 10 mL 丙酮溶解后,缓缓加入预先加热的水约 800 mL,置沸水浴中加热。使其溶解后,继续加热至无丙酮气味。取出冷却至

国家环境保护局 1992-12-02 批准

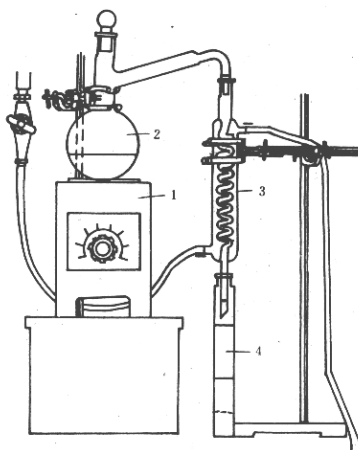
1993-09-01 实施

室温,移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,以水稀释至刻线,摇匀。此溶液为贮备液,浓度为 40 mg/L。低温 (2~5℃) 保存,保存期 5 d。

用稀释法配制 20.0 mg/L 或 2.00 mg/L 黑索今标准使用液,临时时现配。

4 仪器

- 4.1 实验室常用仪器。
- 4.2 分光光度计。
- 4.3 全玻璃蒸馏器,250 mL。
- 4.4 具塞比色管,50 mL。
- 4.5 可调电炉,600 W 或 800 W。
- 4.6 蒸馏装置,如图所示。



黑索今蒸馏装置图

1—可调电炉;2—蒸馏瓶;3—冷凝器;4—接收管

5 采样和样品

5.1 采样

样品应采集于棕色玻璃瓶中,低温 (2~5℃) 保存,有效期 5 d。

5.2 样品

样品中含 Cr^{6+} 、甲醛时,按下述情况进行预处理。

5.2.1 样品中含有 Cr^{6+} ,可加入适量硫酸亚铁铵溶液 (3.5)。 Cr^{6+} 浓度小于 10 mg/L 时,加入量为 1 mL。

5.2.2 样品中含有甲醛时,量取 200 mL 试样于 500 mL 烧杯中,以硝酸溶液 (3.3) 调 pH 值为 4。然后在电炉上煮沸并不断搅拌,当水样蒸发至原体积一半时,停止加热。待溶液冷却至室温后,以水定容为原体积 200 mL,待测定。

6 分析步骤

6.1 校准曲线的绘制

6.1.1 高浓度校准曲线

吸取 20.0 mg/L 浓度的黑素今标准使用液 0, 2.50, 5.00, 10.00, 15.00, 20.00, 25.00 mL, 分别移入 250 mL 全玻璃蒸馏瓶中。然后加水至 45.00 mL, 加入浓硫酸(3.1)10.00 mL, 摇匀。加数粒玻璃珠, 防爆沸。

吸取乙酰丙酮溶液(3.2.2)10.00 mL, 移入 50 mL 具塞比色管中, 用以接受馏出液。

按蒸馏装置(4, 6)连接各部分, 并检查使其密合。冷凝器的出口插入接受管(50 mL 具塞比色管)中。

打开冷凝水, 加热蒸馏, 蒸馏速度为 2~3 mL/min。当馏出液和乙酰丙酮溶液总体积至 50 mL 时, 取下接受管, 停止蒸馏。

将馏出液与乙酰丙酮溶液摇匀, 于沸水浴中加热 5 min。取下冷却后, 用 10 mm 比色皿, 于 412 nm 波长处, 以试剂水溶液作参比测量吸光度。以吸光度为纵坐标, 对应的黑素今含量(mg)为横坐标绘制校准曲线。

6.1.2 低浓度校准曲线

吸取 2.00 mg/L 浓度的黑素今标准使用液 0, 2.50, 5.00, 10.00, 15.00, 20.00, 25.00 mL 分别置于 250 mL 全玻璃蒸馏瓶中。加水分别至 45.00 mL, 除比色皿用 30 mm 外, 其余步骤同高浓度校准曲线。

6.2 样品测定

6.2.1 非生化法处理废水样的测定

取试样 45.00 mL 置于 250 mL 全玻璃蒸馏瓶中(如果试样中黑素今浓度高于 10 mg/L 时, 可取适量试样, 加水至 45.00 mL)。以下按 6.1.1 步骤操作。

6.2.2 生化法处理废水样的测定

用量筒取试样 200 mL 于 500 mL 烧杯中, 然后加入六合水硫酸亚铁按(3.4)1 g, 用玻璃棒搅拌均匀。放置 10 min 后用中速定量滤纸过滤, 滤液承接于 500 mL 三角瓶内。待测定。

取二个 250 mL 蒸馏瓶并编号为 A、B, 然后分别加入上述滤液 45.00 mL(如试样浓度大于 10 mg/L 时, 可取适量滤液, 加水至 45.00 mL)。向 A、B 蒸馏瓶中加入硝酸(3.3)1~2 滴, 使其 pH 值为 4。A 蒸馏瓶不加浓硫酸; B 蒸馏瓶加入浓硫酸(3.1)10.00 mL, 摇匀。其余步骤按 6.1.1 操作。

7 结果的表示

7.1 非生化法处理废水样

黑素今含量按式(1)计算:

$$c_1 = \frac{m}{V_1} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c_1 ——黑素今含量, mg/L;

m ——校准曲线查得黑素今含量, mg;

V_1 ——试样的体积, mL。

7.2 生化法处理废水样

黑素今含量按式(2)计算:

$$c_2 = \frac{m_2 - m_1}{V_2} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: c_2 ——黑索今含量, mg/L;

m_1 ——A 蒸馏瓶试样在校准曲线查得黑索今含量, mg;

m_2 ——B 蒸馏瓶试样在校准曲线查得黑索今含量, mg;

V_2 ——试样的体积, mL。

8 精密度和准确度

5 个实验室测定黑索今浓度为 2.00 mg/L 的试样。

8.1 重复性

实验室内相对标准偏差为 3.1%。

8.2 再现性

实验室间相对标准偏差为 2.3%。

8.3 准确度

加标回收率为 94%~105%。

附加说明:

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。

本标准由国家环境保护局负责解释。

本标准由太原市江阳化工厂负责起草。

本标准主要起草人李雅卿、王德宏。