

中华人民共和国国家标准

水质 三乙胺的测定 溴酚蓝分光光度法

GB/T 14377—93

Water quality—Determination of triethylamine
—Bromophenol blue spectrophotometric method

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中三乙胺的溴酚蓝分光光度法。

1.2 适用范围

1.2.1 本方法适用于地面水、航天工业废水中三乙胺的测定。

1.2.2 三乙胺的测定范围:0.5~3.5 mg/L。水样中三乙胺含量大于 3.5 mg/L 时,可稀释后按本方法测定。

2 方法原理

在碱性介质中,三乙胺被三氯甲烷定量萃取后,与酸性有机染料溴酚蓝反应生成黄色化合物。在测定范围内,颜色的深度与三乙胺含量成正比。用分光光度计在 410 nm 处测定。

3 试剂

除另有说明,所用试剂均为符合国家标准或专业标准试剂、去离子水或等纯度的水。

3.1 三氯甲烷(CHCl_3)。

3.2 碳酸钠(Na_2CO_3)。

3.3 硝酸(HNO_3)溶液:10%(V/V)。

3.4 三乙胺:大于 99%。

3.5 碳酸钠溶液: $c(\text{Na}_2\text{CO}_3)=0.5 \text{ mol/L}$ 。

称取碳酸钠 53.0 g,溶于 500 mL 水中,转入到 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

3.6 溴酚蓝显色剂:0.1 g/100 mL。

称取溴酚蓝 0.10 g 溶于 100 mL 三氯甲烷中,摇匀。用定量中速滤纸除去不溶物,贮于棕色瓶中。此溶液在室温下至少可稳定一个月。

3.7 三乙胺标准贮备液:1 500 mg/L。

在 100 mL 容量瓶中,加入水 50 mL,用注射器以减量法称取 0.15 g(0.2 mL,准确称至 0.000 1 g)三乙胺(3.4),仔细注入容量瓶中,轻轻摇动瓶子,使三乙胺充分溶解。用水稀释至标线并混匀。计算三乙胺标准贮备液的浓度,于冰箱中冷藏。至少可稳定一个月。注意:称量过程中必须用橡胶块密封针尖,防止三乙胺泄漏。

3.8 三乙胺标准中间液:100 $\mu\text{g/mL}$ 。

取三乙胺标准贮备液适量,用水稀释而成。

国家环境保护局 1993-05-22 批准

1993-12-01 实施

3.9 三乙胺标准工作液:5 μg/mL。

吸取三乙胺标准中间液(3.8)5.00 mL,用水稀释定容至100 mL。摇匀。

4 仪器

4.1 分光光度计:配1 cm 光程的比色皿。

4.2 玻璃仪器:所用玻璃器皿,在使用前应先用10%(V/V)硝酸溶液浸泡。然后用水冲洗干净。

4.2.1 容量瓶:100 mL。

4.2.2 烧杯:50 mL。

4.2.3 具塞比色管:10 mL。

4.2.4 无分度吸管:5 mL。

4.2.5 分度吸管:5 mL,10 mL。

4.2.6 注射器:1 mL。

4.2.7 分液漏斗:60 mL。

4.2.8 酸式滴定管:25 mL。

5 分析步骤

5.1 标准曲线绘制

取60 mL 分液漏斗8个。2个作试剂空白,各加入水10.0 mL。其余6个依次加入三乙胺标准工作液(3.9)1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,7.00 mL,用水稀释到10.0 mL。再向试剂空白及标准的分液漏斗中,加入碳酸钠溶液(3.5)1.0 mL,摇匀后用滴定管准确加入三氯甲烷(3.1)10.0 mL。振摇1 min(大约140~160次,注意放气)。静置分层后,用干净脱脂棉擦去漏斗颈部可能带有的微量水分。弃去最初滤液,然后将萃取液放入干净的烧杯中。用无分度吸管准确吸取5.00 mL于10 mL 具塞比色管中,加入溴酚蓝指示剂(3.6)0.5 mL,摇匀。在室温放置15 min,以三氯甲烷为参比液,用1 cm 比色皿,在波长410 nm处测定各管吸光度。减去空白液的平均吸光度,在坐标纸上绘制三乙胺含量(μg)-吸光度曲线,求出回归方程 $Y = bX + a$ 。

5.2 测定

5.2.1 采样

用玻璃瓶采样,24 h 内测定。否则,用硫酸将样品调至pH值小于2保存。

5.2.2 分析步骤

含有悬浮物的水样用0.45 μm 的滤膜过滤后,再从中吸取水样。

吸取调至中性的水样(含三乙胺量在30 μg 以内,体积不大于10 mL),置于60 mL 分液漏斗中,加水至10.0 mL。按制作标准曲线的相同步骤进行比色,测定吸光度,扣除空白液平均吸光度,从标准曲线上查得或按回归方程算得相应的三乙胺含量。

6 结果的表述

按下式计算水中三乙胺浓度:

$$C = \frac{n \times W}{V}$$

式中: C —— 水中三乙胺浓度,mg/L;

n —— 稀释倍数;

W —— 标准曲线中查得或按回归方程算出的样品中三乙胺含量,μg;

V ——分析时所取水样的体积, mL。

7 精密度

三乙胺浓度低于 3.5 mg/L 时, 相对标准偏差为 5%。

附加说明:

本标准由国家环境保护局科技标准司、原航空航天工业部建设司联合提出。

本标准由原航空航天工业部第七设计研究院负责起草。

本标准主要起草人周颖、徐志通、王兰翠。

本标准由国家环保局负责解释。