



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-20□□

水质 丁基黄原酸的测定 紫外分光光度法

Water quality-Determination of butyl xanthate-UV spectrophotometric method

(征求意见稿)

20□□-□□-□□发布

20□□-□□-□□实施

环 境 保 护 部 发 布

目 次

| | |
|-------------------|----|
| 前 言..... | II |
| 1 适用范围..... | 1 |
| 2 规范性引用文件..... | 1 |
| 3 方法原理..... | 1 |
| 4 干扰及消除..... | 1 |
| 5 试剂和材料..... | 1 |
| 6 仪器和设备..... | 1 |
| 7 样品..... | 2 |
| 8 分析步骤..... | 2 |
| 9 结果计算..... | 3 |
| 10 精密度和准确度..... | 3 |
| 11 质量保证和质量控制..... | 3 |
| 12 废弃物的处理..... | 4 |
| 13 注意事项..... | 4 |

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》、《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人民健康，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水和废水中丁基黄原酸的紫外分光光度法。

本标准首次发布。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：上海市环境监测中心。

本标准验证单位：南京市环境监测站、苏州市环境监测站、宁波市环境监测站、上海市浦东新区环境监测站、上海市普陀区环境监测站、上海市纺织节能环保中心。

本标准环境保护部 20□□年□□月□□日批准。

本标准自 20□□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 丁基黄原酸的测定 紫外分光光度法

1 适用范围

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水和废水中丁基黄原酸的紫外分光光度法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和废水中丁基黄原酸的测定。

本方法的检出限为 0.005mg/L，测定下限为 0.020 mg/L。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

GB 8170 数值修约规则

HJ/T91 地表水和污水监测技术规范

3 方法原理

丁基黄原酸在 301nm 紫外波长段有最大吸收峰，在 pH<2 时丁基黄原酸完全被分解，同时该吸收峰消失。用紫外分光光度法于波长 301nm 处分别测定加酸前后的吸光度，由两次吸光度差值计算丁基黄原酸的浓度。

4 干扰和消除

水样中悬浮性的不溶性物质会带来正干扰，待测水样经0.45μm的滤膜过滤可去除干扰，硝酸盐在301nm处有吸收峰产生正干扰，但在整个测定过程中可抵消，不影响测定。铜、锰、铁、锌等金属离子不干扰测定。

5 试剂和材料

本标准所用试剂除非另有说明，均使用符合国家标准和分析纯试剂，实验用水为去离子水或蒸馏水。

5.1 盐酸， $\rho(\text{HCL})=1.19\text{g/ml}$ 。

5.2 盐酸溶液，1+1。

5.3 盐酸溶液， $C(\text{HCL})=0.01\text{mol/L}$

取 0.4ml 盐酸 (5.1)，用去离子水稀释至 500ml。

5.4 氢氧化钠溶液， $C(\text{NaOH})=0.01\text{mol/L}$

称取 0.2g 氢氧化钠溶于少量水中，稀释至 500ml。

5.5 饱和碳酸氢钠溶液

5.6 丁基黄原酸标准储备溶液， $C(\text{C}_4\text{H}_9\text{OCSSH})=100\mu\text{g/ml}$

准确称取0.0278g丁基黄原酸钾 ($\text{C}_4\text{H}_9\text{OCSSK}$, 含量为90%) 溶于少量水中，移入250 ml棕色容量瓶，定容至刻度。在4℃冰箱内可保存一周。

5.7 丁基黄原酸标准使用溶液， $C(\text{C}_4\text{H}_9\text{OCSSH})=4.00\mu\text{g/ml}$

吸取 10.00 ml 丁基黄原酸标准储备溶液 (5.6) 置于 250 ml 棕色容量瓶内, 用去离子水定容至刻度。临用时配制。

5.8 清洗溶液

在 1000mL 容器中加入 400mL 去离子水、100mL 乙醇、50mL 浓盐酸 (5.1), 混匀, 于试剂瓶中贮存。

6 仪器和设备

除非另有说明, 分析时均使用符合国家标准 A 级玻璃量器。

6.1 棕色容量瓶, 250ml。

6.2 具塞比色管, 25ml。

6.3 石英比色皿, 30mm。

6.4 紫外可见分光光度计。

6.5 滤膜, 0.45 μ m。

6.6 一般实验室常用仪器。

7 样品

7.1 样品的采集与保存

参照 HJ/T 91 的规定采集样品。样品采集后, 立即用盐酸溶液 (5.3) 或氢氧化钠溶液 (5.4) 将水样 pH 调至中性, 样品采集在棕色玻璃瓶中, 并在 4 $^{\circ}$ C 下保存。样品须在 24 小时内分析完毕。

7.2 试样的制备

采集的待测样品混浊或含有不溶性物质, 需采用 0.45 μ m 的滤膜过滤, 去除不溶性物质的干扰。

8 分析步骤

8.1 校准曲线的绘制

8.1.1 在一组 8 个 25.0ml 的具塞比色管中, 依次加入 0, 0.10, 0.50, 1.00, 3.00, 5.00, 10.0, 15.0ml 丁基黄原酸标准使用溶液 (5.7), 用纯水定容至刻度, 摇匀。用 30mm 石英比色皿, 以纯水为参比溶液, 在 301nm 处测定其吸光度 (A_1)。

8.1.2 另取一组相同标准系列管 (8.1.1) 进行丁基黄原酸酸化分解处理, 即加 1+1 盐酸 (5.2) 2 滴将 pH 调至 <2, 静置 5min 以上, 再用饱和碳酸氢钠溶液 (5.5) 8 滴调节 pH 至 6~7, 具塞后轻轻摇匀并放气, 放置 10 分钟。如具塞比色管内仍有气泡, 再次轻摇并放气, 待气泡完全赶尽, 以进行酸化分解处理后的空白液为参比溶液, 在 301nm 处测定其吸光度 (A_2)。以吸光度 ($A_1 - A_2$) 为纵坐标, 对应的丁基黄原酸含量 (μ g) 为横坐标, 绘制校准曲线。

8.2 测定

8.2.1 取 1 份预处理后适量试样于 25.0 ml 的具塞比色管中, 稀释至刻度, 用 30mm 石英比色皿,

以纯水为参比，在波长 301nm 处测定其吸光度（ A_1 ）。

8.2.2 另取 1 份与（8.2.1）相同体积的试样，进行丁基黄原酸酸化分解处理，步骤同（8.1.2），其吸光度为（ A_2 ）。

8.3 空白试验

用去离子水代替试样做空白试验，空白试样经丁基黄原酸酸化分解处理后作为第二次测定时的参比溶液。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

吸光度（ A_1-A_2 ）代入校准曲线计算待测水样中丁基黄原酸的含量。

$$C(\text{mg/L}) = \frac{m}{v}$$

式中：C —— 丁基黄原酸的浓度，mg/L；

m —— 样品中丁基黄原酸的含量， μg ；

V —— 预处理后所取试样的体积，ml。

9.2 结果表示

当测定结果小于 0.1mg/L 时，保留小数点后三位，测定结果大于等于 0.1mg/L 时，保留三位有效数值。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

六家实验室分别对含有丁基黄原酸浓度 0.048mg/L，0.800 mg/L 和 1.92 mg/L 的统一样品进行了测定：实验室内相对标准偏差分别为：4.0~9.1%，0.2~3.6%，0.1~5.0%；实验室间相对标准偏差分别为：4.6%，1.9%，3.6%；重复性限为：0.008 mg/L，0.05 mg/L，0.11 mg/L；再现性限为：0.01 mg/L，0.06 mg/L，0.21 mg/L。

10.2 准确度

六家实验室对含地表水、生活污水、工业废水外排水这三种不同类型的丁基黄原酸实际样品进行了加标分析测定，加标回收率分别为：87.2~103%，90.5~99%，88.8~96%；加标回收率最终值：93±12.6%，94±6.8%，93±6.2%。

11 质量保证和质量控制

11.1 空白试验

每批样品至少做两个全程空白，一个作为第二次比色时的参比液，每分析 10~20 个样品后用另一个空白作参比校准仪器零点。

11.2 校准曲线

由于实验环境温度、试剂纯度和贮存时间等因素的不稳定性，每批样品测定前要做好校准曲线的绘制。其相关系数要保证 0.999 以上，回归方程的截距要经过统计学检验，与 0 相比

无显著性差异才可使用，其斜率的相对差值小于 10%为宜。

11.3 加标回收

每批样品至少测定 10%~20%的加标回收样品，加标回收率范围在 80%~110%之间。

11.4 平行样

每批样品至少测定 10%~20%的平行样，两次平行测定结果相对偏差小于 10%。

12 废弃物的处理

废弃的丁基黄原酸标准溶液集中，妥善处理。

13 注意事项

13.1 丁基黄原酸易吸潮分解，标准物质应置于暗处密闭冷藏，标准物质使用液现用现配。

13.2 本方法使用的所有玻璃器皿应使用清洗溶液（5.8）和去离子水清洗。
