

## HZ-HJ-SZ-0092

### 水质—胍的测定—对二甲氨基苯甲醛分光光度法

#### 1 范围

本方法规定了测定水中胍的对二甲氨基苯甲醛分光光度法。

本方法适用于地面水和工业废水中胍的测定。

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

氨基脲、硫脲、脲素分别高达 20、50、200mg/L 以上时干扰测定；一甲基胍为胍含量的 3 倍以上， $\text{NO}_2^-$  大于 1mg/L 时产生干扰。

#### 2 原理

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

#### 3 试剂

除非另有说明，本方法所有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 4g 对二甲氨基苯甲醛溶于 200 mL 95%乙醇和 20mL 盐酸 (3.1) 中。

3.5 叠氮化钠溶液: 155g/L。称取不含胍的叠氮化钠( $\text{NaN}_3$ , 剧毒)15.5g 溶于水中，稀释至 100 mL。如叠氮化钠中含胍，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 2h，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 胍标准贮备溶液: 100mg/L。称取 0.3280g 盐酸胍( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot 2\text{HCl}$ )或 0.4060g 硫酸胍( $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ )，用 HCl 溶液 (3.2) 溶解，定量移入 1000mL 容量瓶中，并用 HCl (3.2) 稀释至标线备用。

3.7 胍标准溶液: 1.00 $\mu\text{g/mL}$ 。吸取胍标准贮备液 (3.6) 10.0mL，移入 1000mL 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 1.5cm 比色皿。

4.2 具塞比色管: 25mL。

#### 5 试样制备

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 24h。

#### 6 操作步骤

##### 6.1 校准曲线的制备

取 8 支 25mL 具塞比色管，分别加入胍标准溶液 (3.7)，0，0.5，1.00，2.00，4.00，6.00，8.00，10.00mL，加入蒸馏水至 10mL，加入 10mL 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 20min，用 10cm 光程的比色皿于 458nm 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 10mL 待测水样于 25mL 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 10mL 对二甲氨基苯甲醛溶液，加蒸馏水稀释至 25mL 标线，混匀，20min 后用 10cm 光程的比色皿于 458nm 波长处测定吸光度，从校准曲线查出胂含量。

## 6.3 空白试验

取 10mL 蒸馏水代替水样，按水样相同的步骤进行空白测定。

## 7 结果计算

试样中胂含量  $C(\text{mg/L})$ 按下式计算：

$$C = m/V$$

式中： $m$ —从校准曲线上查得试样胂含量， $\mu\text{g}$ ；

$V$ —分析试样体积， $\text{mL}$ 。

## 8 精密度和准确度

8 个实验室对 0.100，0.500，0.800mg/L 的标准溶液，按(6.2)操作步骤测定，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%。

## 9 参考文献

GB/T 15507-1995。

## 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 2mL HCl (3.2) 于水样管中，再加 1% 的碘化钾 0.4mL 混匀，放置 10min 后，再按操作步骤(6.2)进行。如水样中含  $\text{NO}_2^-$  含量高于 1mg/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 2mL 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 1.3mL 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胂和偏二甲基胂时，水样的酸度调到 1N 后，再按操作步骤(6.2)进行。

### A3 计算

如测定结果以水合胂计，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  $\text{N}_2\text{H}_4$ 。