

**HZ-HJ-SZ-0080**

水质——甲基肼的测定——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一甲基肼的对二甲氨基苯甲醛分光光度法。

本方法适用于地面水，航天工业废水中一甲基肼的测定。

一甲基肼的测定范围为 0.02~0.80mg/L。水样中一甲基肼含量大于 0.80mg/L 时，可稀释后测定。肼干扰一甲基肼的测定。偏二甲肼含量高于一甲基肼时，可用校正曲线校正。

**2 原理**

在酸性条件下，水中微量一甲基肼与对二甲氨基苯甲醛反应生成黄色缩合物，在测定范围内颜色的深度与一甲基肼的含量成正比，用分光光度计在 470nm 处测定。

**3 试剂**

除另有说明外，均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂和蒸馏水等纯度的水。

3.1 硫酸： $\rho=1.84\text{g/mL}$ 。

3.2 乙醇：95%以上。

3.3 一甲基肼( $\text{CH}_3\text{NHNH}_2$ )：纯度 98%以上。

3.4 硫酸溶液： $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=1.00\text{mol/L}$ 。

3.5 硫酸溶液： $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.05\text{mol/L}$ 。

3.6 对二甲氨基苯甲醛溶液：称取对二甲氨基苯甲醛 $[(\text{CH}_3)_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{CHO}]$  5.0g，加入硫酸溶液(3.4)20mL，混匀后加入乙醇(3.2)100mL，使其溶解。

3.7 氨基磺酸铵或氨基磺酸溶液：1g/100mL。

称取氨基磺酸铵( $\text{NH}_4\text{SO}_3\text{NH}_2$ )或氨基磺酸( $\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$ ) 1.0g，溶于 100mL 水中。

3.8 一甲基肼贮备液：10mg/mL。

吸取硫酸溶液(3.4) 5~10mL 于 25mL 容量瓶中，称准至 0.0001g。

用注射器吸取一甲基肼(3.3)0.3mL，注入上述容量瓶中，轻轻摇动瓶子，再次称重至 0.0001g，用硫酸溶液(3.4)稀释至标线。

3.9 一甲基肼溶液：200 $\mu\text{g/mL}$ 。

吸取溶液(3.8)2.0mL，移入 100mL 容量瓶中，用硫酸溶液(3.5)稀释至标线，在 2~5℃下保存。

3.10 一甲基肼标准溶液：2 $\mu\text{g/mL}$ 。

吸取一甲基肼溶液(3.9)5mL，移入 500mL 容量瓶中，用硫酸溶液(3.5)稀释至标线，混匀。

**4 仪器**

4.1 分光光度计：配 2cm 比色皿。

4.2 玻璃仪器。

4.2.1 比色管：25mL。

4.2.2 容量瓶：500mL，100mL，25mL。

**5 操作步骤**

5.1 校准曲线的绘制：

5.1.1 不存在亚硝酸盐时标准曲线的绘制：

5.1.1.1 取一组 25mL 的容量瓶，分别注入 0，0.04，0.08，0.20，0.40，0.80，2.00，4.00mL 一甲基肼标准溶液(3.10)，加入乙醇(3.2)4.5 mL，加入显色剂(3.6)5.0mL，用硫酸溶液(3.5)稀释至标线，摇匀。

5.1.1.2 放置 40min 后，在分光光度计 470nm 处，以试剂空白液为参比液，使用 2cm 光程比色皿测定吸光度。

5.1.1.3 根据测得的吸光度与相应的一甲基肼含量，绘制校准曲线，求出回归方程  $Y=bX+a$ 。  
5.1.2 存在亚硝酸盐时标准曲线的绘制：按 5.1.1.1 取一甲基肼标准溶液后，加入 0.2mL 氨基磺酸铵溶液(3.7)，其余步骤与 5.1.1 相同。

## 5.2 测定

### 5.2.1 采样和样品处理

5.2.1.1 采样：用玻璃瓶采样。

5.2.1.2 样品处理：量取 500mL 样品，用硫酸(3.1)，将水样调制 pH 值 1.0 左右。

5.2.2 水样中无亚硝酸盐和其他肼类时的测定方法。

5.2.2.1 吸取水样 15mL 于 25mL 比色管中，加入乙醇(3.2)4.5mL，对二甲氨基苯甲醛溶液(3.6)5.0mL，摇匀后用硫酸溶液(3.5)稀释至标线。放置 40min。

5.2.2.2 于 470nm 波长，用 2cm 光程的比色皿，以蒸馏水为参比液，测定溶液的吸光度，扣除空白吸光度，从校准曲线上查得或按回归方程算得相应的一甲基肼含量( $\mu$ g)。

5.2.3 水中存在亚硝酸盐时的测定方法

吸取水样 15mL 于 25mL 比色管中，加入氨基磺酸铵(3.7)0.2mL，其余步骤按 5.2.2 进行。在 25 mL 定容体积中，若  $\text{NO}_2$  总量超过 20 $\mu$ g，应同时测加标回收率 2 个，测得值除以回收率为一甲基肼含量。平行样之间的相对偏差不超过 10%。

5.2.4 水中存在偏二甲肼时的测定方法。

5.2.4.1 水样中偏二甲肼含量高于一甲基肼时，应先按偏二甲肼测定方法测出偏二甲肼的含量。

5.2.4.2 按 5.1.1 或 5.1.2 制作偏二甲肼校正曲线，并在曲线上查得偏二甲肼含量相应的吸光度  $A_1$ 。

5.2.4.3 按 5.2.2 或 5.2.3 操作，记取吸光度  $A_2$ 。

5.2.4.4  $A_3=A_2-A_1$ ，用  $A_3$  值在校准曲线上查得或用回归方程计算出水样中一甲基肼含量。

## 6 结果计算

一甲基肼含量( $c$ , mg/L)按下式计算：

$$c = \frac{W}{V}$$

式中：W—校准曲线上查得或按回归方程算出的水样中一甲基肼含量， $\mu$ g；

V—水样体积，mL。

## 7 精密度

一甲基肼浓度低于 0.1mg/L 时，相对标准偏差不大于 15%；0.10~0.80 mg/L 时，相对标准偏差不大于 3.6%。

## 8 注意事项

8.1 本方法灵敏度随温度升高而降低，水样的一甲基肼含量测定应与校准曲线制作同时进行。

8.2 本方法温度适应范围 15~30℃。

## 9 参考文献

GB/T 14375-1993。