

## HZ-HJ-SZ-0154

### 水质—三氯乙醛的测定—吡唑啉酮分光光度法

#### 1 范围

本方法规定了用 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮分光光度法测定水中三氯乙醛的方法。

本方法适用于农田灌溉水质、地下水和城市污水中三氯乙醛的测定。

试样体积为 10mL，定容至 25mL 比色管中，用 30mm 比色皿，检测下限为 0.08mg/L，检测上限为 2mg/L。

在测定条件下，150 $\mu$ g 以下的  $Mn^{2+}$ ，100 $\mu$ g 以下的  $Cu^{2+}$  和  $Hg^{2+}$  的干扰，可加入 2% 氟化钠溶液 1mL 去除；2500 $\mu$ g 以下的  $Ca^{2+}$  的干扰可采用显色后离心分离再测定的方法去除。

#### 2 原理

在弱碱性条件下，1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮和三氯乙醛反应，生成棕红色化合物，在 480nm 处测定，其吸光度与三氯乙醛的含量成正比。

#### 3 试剂

本方法所用试剂，除非另有说明，均使用符合国家标准或专业标准的分析纯及以上纯度试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

##### 3.1 磷酸盐缓冲溶液

称取 22.69g(准确至 0.01g)磷酸氢二钠( $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ )与 0.46g(准确至 0.01g)磷酸二氢钾( $KH_2PO_4$ )溶于水后移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液 pH 为 8.0。

##### 3.2 吡唑啉酮显色剂，0.5% (m/V)

称取 0.50 g(准确至 0.01g)吡唑啉酮溶于 15mL 二甲基甲酰胺中，加水稀释至 100mL。因吡唑啉酮中可能残留有苯，使溶液显黄色，放置过久会因氧化而加深，可加 10mL 四氯化碳萃取除去，使空白值降低。试剂保存在冰箱中，可稳定 15 天。

##### 3.3 氢氧化铝悬浮液

溶解 125g 硫酸铝钾 [ $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ ] 于 1000mL 水中，加热至 60℃。在不断搅拌下，徐徐加入 55mL 浓氨水，放置 1h。倒去上清液，将沉淀物移入 1000mL 量筒中，加水至刻度，重复数次，至 pH 为 6~7。把上清液全部倒出，只留稠的沉淀物，最后加水 100mL。保存于试剂瓶中，用时摇匀。

##### 3.4 三氯乙醛标准储备溶液

称取水合三氯乙醛( $C_2H_3Cl_3O_2$ )0.11g 左右(精确至 0.0002g)，溶于水后，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，备用。

储备液浓度按下式计算：

$$\text{储备液浓度(mg/L)} = m \times 0.8912 \times 10^3 / 100$$

式中：m——称取水合三氯乙醛的重量，g。

0.8912——水合三氯乙醛换算为三氯乙醛的系数。

注：水合三氯乙醛不进行干燥处理，直接从密封良好的试剂瓶中称取即可，由于水合三氯乙醛易挥发，称量应迅速。

##### 3.5 三氯乙醛标准使用液

取数毫升储备液配制、取用量按下式计算：

$$\text{储备液取用量(mL)} = 10v/c$$

式中：v——欲配制液体积，mL；

c——储备液的浓度，mg/L。

临用前配制。

注：若用回归方程计算，可取储备液 1.00mL 加入到 100mL 容量瓶中，用水稀至刻度，计算出三氯乙

醛浓度。

#### 4 仪器

实验室常用仪器及分光光度计。

#### 5 试样制备

样品应用玻璃瓶采集,在中性条件下冷藏保存(2~5℃),采样后尽快分析,最迟不超过 72h。

样品中不含悬浮物、低色度的水样可直接测定。

水样混浊并有一定色度,可用氢氧化铝吸附分离处理。

取 50.0mL 调至近中性的水样于 50mL 比色管中,加 1mL 氢氧化铝悬浮液,摇匀,用中速定量滤纸干过滤,弃去 10~15mL 初滤液,用干燥洁净比色管接取滤液备用。

#### 6 操作步骤

##### 6.1 测定

准确移取 10mL 以下体积水样(含三氯乙醛少于 55μg),置于 25mL 比色管中,加入 5mL 磷酸盐缓冲液(3.1),摇匀,加入显色剂(3.2)5mL,加水至标线,摇匀,取下比色管塞子,在沸水浴中加热 15min。用冷水冷却至室温,在 480nm 处,用 30mm 比色皿,以水作参比,测定吸光度。显色液若有沉淀,离心分离后,用吸管吸取上清液测定吸光度。用扣除空白试验后的吸光度从校准曲线(6.4)上查得或由回归直线方程计算出三氯乙醛含量。

##### 6.2 空白试验

以 10mL 去离子水代替试样,按步骤(6.2)进行操作。

##### 6.3 校准曲线绘制

在一系列 25mL 比色管中,分别加入 0、0.20、0.50、1.00、2.00、4.00 和 5.00mL 三氯乙醛标准使用液(3.6),按 6.2 步骤进行测定。

从测得的吸光度减去空白试验的吸光度后,绘制校准曲线或计算回归直线方程。

#### 7 结果计算

三氯乙醛的含量  $c$  (mg/L)按下式计算:

$$c = \frac{m}{v}$$

式中:  $c$ ——样品中三氯乙醛含量, mg/L;

$m$ ——由校准曲线上查得的或用回归直线方程计算出的试样中三氯乙醛的量, μg;

$v$ ——试样体积, mL。

#### 8 精密度与准确度

5 个实验室测定含三氯乙醛为 1.08mg/L 统一水样。

##### 8.1 重复性

实验室内相对标准偏差为 2.8%。

##### 8.2 再现性

实验室间相对标准偏差为 4.6%。

##### 8.3 准确度

加标回收率范围在 92.3%~103.7% 之间。

#### 9 参考文献

HJ/T50—1999。