

**HZ-HJ-SZ-0082**

水质—三乙胺的测定—溴酚蓝分光光度法

**1 范围**

本方法规定了测定水中三乙胺的溴酚蓝分光光度法。

本方法适用于地面水、航天工业废水中三乙胺的测定。

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

**2 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 410nm 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( $\text{CHCl}_3$ )。

3.2 碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )。

3.3 硝酸( $\text{HNO}_3$ )溶液：1+9 (1.6mol/L)。

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 53.0g，溶于 500mL 水中，转入到 1000mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

3.6 溴酚蓝显色剂：0.1g/100mL。

称取溴酚蓝 0.10g 溶于 100mL 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：1500mg/L。

在 100mL 容量瓶中，加入水 50mL，用注射器以减量法称取 0.15g (0.2mL，准确称至 0.0001g) 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。

3.9 三乙胺标准工作液：5 $\mu\text{g/mL}$ 。

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

**4 仪器**

4.1 分光光度计：配 1cm 光程的比色皿。

4.2 玻璃仪器：所用玻璃器皿，在使用前应先用硝酸溶液 (3.3) 浸泡。然后用水冲洗干净。

4.2.1 容量瓶：100mL。

4.2.2 烧杯：50mL。

4.2.3 具塞比色管：10mL。

4.2.4 无分度吸管：5mL。

4.2.5 分度吸管：5mL，10mL。

4.2.6 注射器：1mL。

4.2.7 分液漏斗：60mL。

4.2.8 酸式滴定管：25mL。

**5 操作步骤**

### 5.1 标准曲线绘制

取 60mL 分液漏斗 8 个。2 个作试剂空白，各加入水 10.0mL。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, 7.00mL，用水稀释到 10.0mL。再向试剂空白及标准的分液漏斗中，加入碳酸钠溶液(3.5)1.0mL，摇匀后用滴定管准确加入三氯甲烷(3.1)10.0mL，振摇 1min(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 5.00mL 于 10mL 具塞比色管中，加入溴酚蓝指示剂(3.6)0.5mL，摇匀。在室温放置 15min，以三氯甲烷为参比液，用 1cm 比色皿，在波长 410nm 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( $\mu\text{g}$ )—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，24h 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 $\mu\text{m}$  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 $\mu\text{g}$  以内，体积不大于 10mL)，置于 60mL 分液漏斗中，加水至 10.0mL。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 结果计算

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， $\mu\text{g}$ ；

V—分析时所取水样的体积，mL。

## 7 精密度

三乙胺浓度低于 3.5mg/L 时，相对标准偏差为 5%。

## 8 参考文献

GB/T 14377-1993。