

HZ-HJ-SZ-0152

水质—三氯乙醛的测定—吡唑啉酮光度法 (试行)

1 范围

本方法适用于测定地面水。最低检出浓度为 0.02 mg/L；测定上限为 5.6 mg/L。

在测定条件下，于 25mL 比色管中加入 10mg/L 水合三氯乙醛标准液 5mL，再分别加入三氯甲烷 3000 μg，四氯化碳 32000 μg，丙酮 7898 μg，甲醇 15900 μg，异丙醇 7850 μg，Cl⁻ 710 μg，Mg²⁺ 228 μg，Pb²⁺ 112 μg，Zn²⁺ 123 μg 等；实验证明以上各种物质存在时对测定无明显影响。其它离子如 20 μg Cu²⁺，40 μg Fe³⁺，60 μg Fe²⁺，70 μg Hg²⁺，80 μg Ca²⁺，140 μg Mn²⁺，50 μg 甲醛等的存在，不干扰上述浓度水合三氯乙醛的测定，但敌敌畏有严重干扰。对小于 150 μg 的 Mn²⁺，100 μg 的 Cu²⁺，Hg²⁺，Ca²⁺的干扰，可加入 2% 氯化钠溶液 1mL 去除。

2 原理

1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮在弱碱性条件下能和三氯乙醛反应，生成棕红色的化合物。在 480nm 处有最大吸收峰。当水合三氯乙醛含量在 0~5.6 mg/L 时，浓度和吸光度的关系遵守比尔定律。

3 试剂

3.1 10mg/L 水合三氯乙醛标准液

3.1.1 贮备液：称取水合三氯乙醛 0.1g 左右(准确至 0.1mg)，溶于水后移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，备用。其浓度按下式计算：

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

式中， m ——称取三氯乙醛的重量(g)。

3.1.2 标准液：取贮备液数毫升配制，其取用量按下式计算：

$$\text{贮备液取用量} = 10 \times V / c$$

式中， V ——欲配制液的体积(mL)；

c ——贮备液的浓度(mg/L)。

3.2 磷酸盐缓冲溶液。称取 22.69g 磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)与 0.46g 磷酸二氢钾，溶于水后移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此液 pH 为 8.0。

3.3 显色剂，5g/L。称取 0.5g 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮溶于 5mL 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肼，使溶液显黄色，放置时间过久会因氧化而加深。可加 10mL 四氯化碳萃取除去，使空白降低。试剂保存在冰箱中，半个月稳定。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 恒温水浴。

5 试样制备

水样如有颜色和悬浮物质，可于 50mL 水样中加入氢氧化铝悬浮液 1mL，搅拌过滤，弃去最初滤液。

6 操作步骤

6.1 样品测定

取调至中性的水样 5~10mL(使水合三氯乙醛含量在 140 μg 以下)，于 25mL 比色管中加入 4~5mL 磷酸盐缓冲液，摇匀，加入显色剂 (3.3) 5mL，加水至标线，摇匀。在 $80 \pm 2^\circ\text{C}$ 水中加热 40min 或在沸水浴中加热 15min，用冷水冷却后，用 10mm 比色皿以空白试验液为参比，在 480nm 处测其吸光度。从校准曲线中求得水合三氯乙醛含量。

6.2 校准曲线的绘制

分别吸取 10mg/L 水合三氯乙醛标准溶液 1.00, 3.00, 5.00, 7.00, 10.00, 12.00, 14.00mL

于 25mL 比色管中，以下按样品测定步骤进行显色和测量。

7 结果计算

$$c_{\text{水合三氯乙醛}} ((\text{Cl}_3\text{CHO} \cdot \text{H}_2\text{O}), \text{mg/L}) = m/V$$

式中， m ——测得水合三氯乙醛含量(μg)；

V ——水样体积(mL)。

8 精密度和准确度

实验室内十次测定统一发放标准样品 $2\mu\text{g/mL}$ ，相对标准偏差最大为 2.21% ；回收率为 $96.5\sim 97.1\%$ ；实验室间七次测定结果，相对标准偏差最大为 6.05% ；回收率为 $94.6\sim 105.8\%$ 。

注意事项：

如果定容显色后的溶液中有轻微浑浊，或有少量絮状沉淀(在 pH 为 8 的溶液中生成的氢氧化物)，可用定量快速滤纸过滤于干燥的试管中，取清液比色。

9 参考文献

《水和废水监测分析方法》编委会编，水和废水监测分析方法（第三版），pp. 420~421，中国环境科学出版社，北京，1997。