



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 756-2015

水质 丁基黄原酸的测定 紫外分光光度法

**Water quality-Determination of butyl xanthate-UV spectrophotometric
method**

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2015-10-22 发布

2015-12-01 实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	1
5 干扰和消除.....	1
6 试剂和材料.....	1
7 仪器和设备.....	2
8 样品.....	2
9 分析步骤.....	2
10 结果计算与表示.....	3
11 精密度和准确度.....	3
12 质量保证和质量控制.....	3
13 废物的处理.....	4

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范水中丁基黄原酸的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定水中丁基黄原酸的紫外分光光度法。

本标准为首次发布。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：上海市环境监测中心。

本标准验证单位：南京市环境监测中心站、苏州市环境监测中心站、宁波市环境监测站、上海市浦东新区环境监测站、上海市普陀区环境监测站、上海纺织节能环保中心。

本标准环境保护部 2015 年 10 月 22 日批准。

本标准自 2015 年 12 月 1 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 丁基黄原酸的测定 紫外分光光度法

1 适用范围

本标准规定了测定水中丁基黄原酸的紫外分光光度法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中丁基黄原酸的测定。

本方法的检出限为 0.004 mg/L，测定下限为 0.016 mg/L。

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

丁基黄原酸 (butyl xanthate)

指在本标准规定的条件下，测定的样品中烷基黄原酸盐的总称，以丁基黄原酸计。

4 方法原理

丁基黄原酸是黄原酸盐的水解产物。丁基黄原酸盐在紫外波长段有最大吸收峰，在 pH<2 时丁基黄原酸盐完全被分解，同时该吸收峰消失。用紫外分光光度法于波长 301 nm 处分别测定加酸前后的吸光度，由两次吸光度差值计算丁基黄原酸的浓度。

5 干扰和消除

水样中悬浮性的不溶性物质会带来干扰，待测水样经 0.45 μm 的滤膜过滤可去除干扰。

硝酸盐在 301 nm 处有吸收峰产生正干扰，但在加酸分解前、后吸光度差减实验过程中可抵消，不影响测定。

当试样色度的干扰不能去除时，应选用其它方法标准。

6 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂，实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

6.1 盐酸： $\rho(\text{HCl})=1.19 \text{ g/ml}$ 。

6.2 盐酸溶液：1+1。

6.3 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$ 。

取 0.4 ml 盐酸 (6.1)，用水稀释至 500 ml。

6.4 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ 。

称取 0.2 g 氢氧化钠溶于少量水中，稀释至 500 ml。

6.5 饱和碳酸氢钠溶液。

称取大于 9.6 g (20 °C 时) 碳酸氢钠溶于 100 ml 水中, 应保证试剂瓶底有碳酸氢钠结晶析出。

6.6 丁基黄原酸标准贮备溶液: $\rho(\text{C}_4\text{H}_9\text{OCSSH})=100\ \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

准确称取 0.0330 g (精确至 0.1 mg) 丁基黄原酸钾 ($\text{C}_4\text{H}_9\text{OCSSK}$, 含量 >95%) 溶于少量水中, 移入 250 ml 棕色容量瓶, 定容至刻度。在 4 °C 冰箱内可保存一周。

注 1: 丁基黄原酸盐易吸潮分解, 标准物质应置于暗处密闭冷藏。

6.7 丁基黄原酸标准使用溶液: $\rho(\text{C}_4\text{H}_9\text{OCSSH})=4.00\ \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

移取 10.00 ml 丁基黄原酸标准贮备溶液 (6.6) 置于 250 ml 棕色容量瓶内, 用水定容至刻度, 临用时现配。

6.8 清洗溶液。

在 1000 ml 容器中加入 400 ml 水、100 ml 95% 乙醇、50 ml 盐酸 (6.1), 混匀, 于试剂瓶中贮存。

注 2: 使用的所有玻璃器皿应使用清洗溶液和实验用水清洗。

7 仪器和设备

除非另有说明, 分析时均使用符合国家标准 A 级玻璃量器。

7.1 紫外可见分光光度计, 具 30 mm 石英比色皿。

7.2 滤膜, 0.45 μm 。

7.3 棕色容量瓶, 250 ml。

7.4 具塞比色管, 25 ml。

7.5 一般实验室常用仪器。

8 样品

8.1 样品的采集与保存

样品采集在棕色玻璃瓶中, 采集后立即用盐酸溶液 (6.3) 或氢氧化钠溶液 (6.4) 将水样 pH 调至中性, 4 °C 左右冷藏保存, 于 3 天内完成样品分析。

8.2 试样的制备

采集的待测样品混浊或含有不溶性物质, 需采用 0.45 μm 的滤膜过滤, 去除不溶性物质的干扰。

9 分析步骤

9.1 校准曲线的绘制

9.1.1 在一组 6 个具塞比色管 (7.4) 中, 分别加入 0、0.10、0.50、2.00、7.00、15.0 ml 丁基黄原酸标准使用溶液 (6.7), 用水定容至刻度, 其浓度分别为 0、0.016、0.080、0.320、1.12、2.40 mg/L, 再加 0.50 ml 水, 摇匀。用 30 mm 石英比色皿, 以水为参比, 在波长 301 nm 处测定其吸光度 (A_1)。

9.1.2 另取一组相同标准系列管 (9.1.1), 加 1+1 盐酸 (6.2) 0.10 ml, 将 pH 调至 <2, 静置 5 min 以上, 再加饱和碳酸氢钠溶液 (6.5) 0.40 ml, 盖塞后轻轻摇匀并放气, 放置 10 min。如具塞比色管内仍有气泡, 再次轻摇并放气, 待气泡完全赶尽, 以水为参比, 在波长 301 nm 处测定其吸光度 (A_2)。以吸光度 [$A = A_1 - (A_2 - A_0)$] 为纵坐标, 对应的丁基黄原酸含量 (μg) 为横坐标, 绘制校准曲线。

9.2 测定

9.2.1 取 1 份适量试样于具塞比色管 (7.4) 中, 稀释至刻度, 再加 0.50 ml 水, 摇匀。用 30 mm 石英比色皿, 以水为参比, 在波长 301 nm 处测定其吸光度 (A_1)。

9.2.2 另取 1 份与 (9.2.1) 相同体积的试样, 进行丁基黄原酸酸化分解处理, 步骤同 (9.1.2), 其吸光度为 (A_2)。

9.3 空白试验

用水代替试样做空白试验, 步骤同 (9.1), 测定的吸光度为 A_0 。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

吸光度 $A_1 - (A_2 - A_0)$ 的值代入校准曲线计算待测水样中丁基黄原酸的含量。

$$C(\text{mg/L}) = \frac{m}{V}$$

式中: C —— 丁基黄原酸的浓度, mg/L;

m —— 样品中丁基黄原酸的含量, μg ;

V —— 预处理后所取试样的体积, ml。

10.2 结果表示

当测定结果小于 0.1 mg/L 时, 保留小数点后三位; 测定结果大于等于 0.1 mg/L 时, 保留三位有效数字。

11 精密度和准确度

11.1 精密度

6 家实验室分别对含有丁基黄原酸浓度 0.048 mg/L, 0.800 mg/L 和 1.92 mg/L 的统一样品进行了测定, 实验室内相对标准偏差分别为: 4.0~9.1%, 0.2~3.6%, 0.1~5.0%; 实验室间相对标准偏差分别为: 4.6%, 1.9%, 3.6%; 重复性限为: 0.008 mg/L, 0.05 mg/L, 0.11 mg/L; 再现性限为: 0.01 mg/L, 0.06 mg/L, 0.21 mg/L。

11.2 准确度

6 家实验室对含地表水、生活污水、工业废水外排水这三种不同类型的丁基黄原酸实际样品进行了加标分析测定, 加标回收率分别为: 87.2~103%, 90.5~99.0%, 88.8~96.0%; 加标回收率最终值: $93.4 \pm 12.6\%$, $93.9 \pm 6.8\%$, $92.1 \pm 6.2\%$ 。

12 质量保证和质量控制

12.1 每批样品至少做一个空白, 每分析 20 个样品后需重新校准仪器零点。

12.2 每批样品应做 10% 的平行样分析, 测定结果相对偏差应控制在小于 10%。

12.3 每批样品应做 10% 的加标样分析, 加标回收率应控制在 80%~110% 之间。

12.4 每批样品均应绘制校准曲线。通常情况下, 校准曲线的相关系数应达到 0.999 以上。

13 废物的处理

废弃的丁基黄原酸标准溶液应集中保管，委托有资质的单位进行处理。
