

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市污水 苯胺的测定 偶氮分光光度法

CJ/T 63—1999

Municipal sewage—Determination of aniline
compounds—AZO spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用偶氮分光光度法测定城市污水中的苯胺类化合物。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中苯胺类化合物的测定。

1.1 测定范围

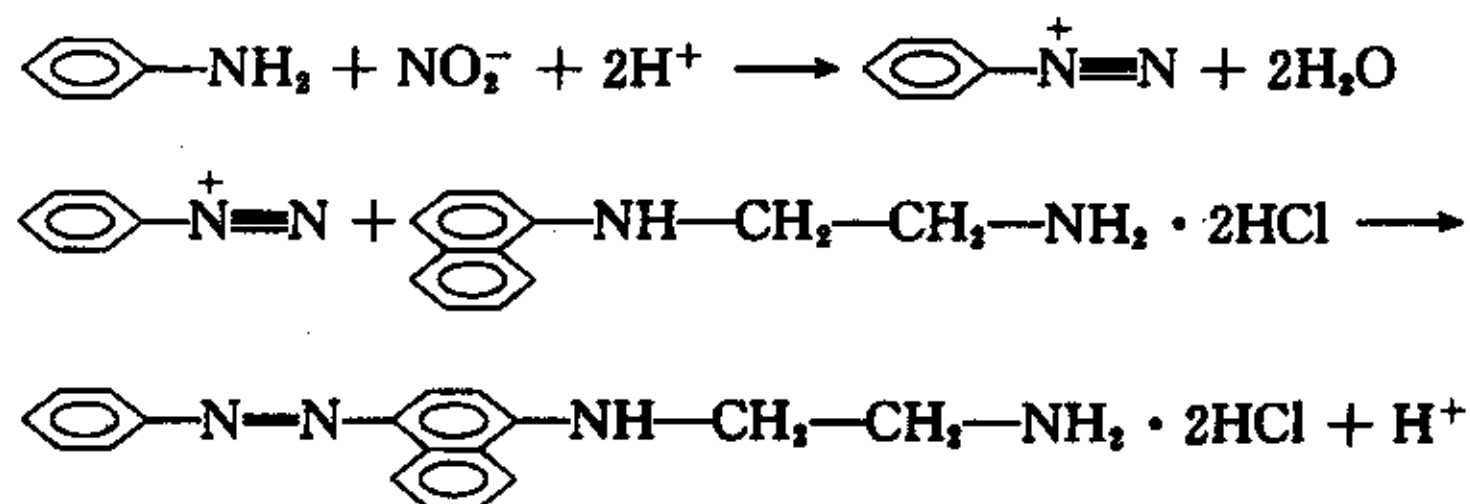
本方法测定苯胺的浓度范围为 0.08~2.0 mg/L。

1.2 干扰

V^{5+} 、 W^{6+} 、 Mo^{6+} 、 Fe^{3+} 、 S^{2-} 、酚等均影响测定,这些干扰可通过在碱性条件下蒸馏消除。

2 方法原理

苯胺类化合物在酸性条件下与亚硝酸钠重氮化,再与 *N*-(1-萘基)乙二胺偶合,生成紫红色染料,以苯胺为例,反应式如下:



3 试剂和材料

均用分析纯试剂和蒸馏水或去离子水。

3.1 锌粒。

3.2 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$

称取 4 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水中。

3.3 5%(m/V)亚硝酸钠溶液

称取 0.5 g 亚硝酸钠(NaNO_2)溶于 10 mL 水中,用时现配。

3.4 20%(m/V)盐酸羟胺溶液

称取 10 g 盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$)溶于 50 mL 水,置于冰箱中,一星期内有效。

3.5 *N*-(1-萘基)乙二胺溶液

称取 0.5 g *N*-(1-萘基)乙二胺盐酸盐($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$)溶于水,置于冰箱中,两个月

内有效。

3.6 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}$

取 28 mL 硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$)缓慢加至 1 000 mL 水中,混匀,用碳酸钠(Na_2CO_3)标定,然后调整到 1 mol/L。

3.7 苯胺贮备溶液

于 100 mL 容量瓶中加入 5 mL 0.1 mol/L 盐酸溶液,盖紧瓶塞,准确称量,然后加入 1~2 滴新蒸馏的苯胺($\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$),盖紧瓶塞,再次称量。两次之差即为苯胺的重量,用 0.1 mol/L 盐酸溶液稀释至标线,摇匀,计算该溶液每毫升中含苯胺的量。

3.8 苯胺标准溶液

按贮备液(3.7)的浓度,取出部分溶液,用 0.1 mol/L 盐酸溶液准确稀释成 10.0 mg/L 苯胺的标准溶液

3.9 酚酞指示剂

称取 0.5 g 酚酞溶于 100 mL 无水乙醇中。

4 仪器

4.1 300 W 电炉。

4.2 250 mL 全玻璃蒸馏器。

蒸馏装置如图 1。

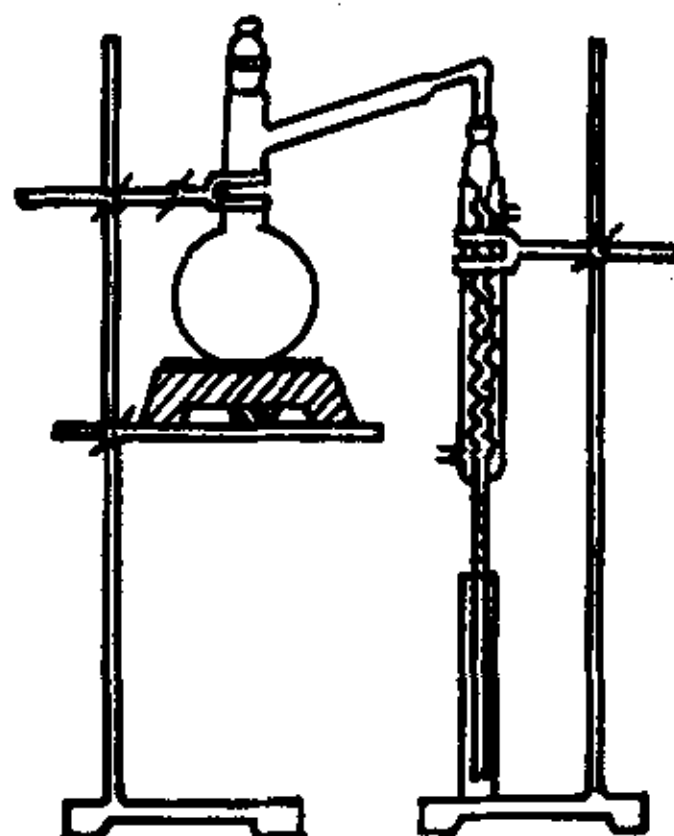


图 1 蒸馏装置图

5 样品

苯胺易氧化,样品于 5~10℃ 保存,24 h 内进行分析。

6 分析步骤

6.1 空白试验

用 50 mL 水代替试料按(6.2)操作,从工作曲线上查出相当的苯胺的浓度,若超出置信区时应检查原因。空白值置信区间可按 CJ 26.25—91 附录 B 确定。

6.2 测定

6.2.1 取 50.0 mL 实验样品作为试料,置于 250 mL 蒸馏瓶中,加 2~3 滴酚酞指示剂(3.9),用 1 mol/L 氢氧化钠溶液(3.2)调至红色后再加 1 mL,加 1~2 颗锌粒(3.1),塞好蒸馏瓶塞子。

6.2.2 于 50 mL 比色管中放入 2.5 mL 1 mol/L 硫酸溶液(3.6)供吸收馏出液用。

6.2.3 将蒸馏瓶置于电炉(4.1)上,接好冷凝管加热蒸馏,待馏出液约近 50 mL 时,停止加热。

6.2.4 将馏出液用水定容至 50 mL,摇匀,用 50 mL 比色管取出 25 mL,加 1 滴亚硝酸钠溶液(3.3),摇

匀,放置 15 min,加 0.5 mL 盐酸羟胺溶液(3.4),充分振荡,轻轻敲比色管底部,待溶液中气泡完全逸出,再加 1 mL N-(1-萘基)乙二胺溶液(3.5),摇匀,放置 60 min,以水为参比,于 550 nm 处,用 10 mm 比色皿测量吸光度。

6.3 工作曲线的制作

取 8 只 250 mL 蒸馏瓶,分别吸取苯胺标准溶液(3.8)0、0.40、0.80、1.60、2.40、3.20、4.80、8.00 mL,用水补足到 50 mL,按(6.2)操作,以测得各点的吸光度减去零浓度吸光度为纵坐标,对应的浓度 0、0.08、0.16、0.32、0.48、0.64、0.96、1.60 mg/L 为横坐标,绘制工作曲线。亦可按线性回归方程的方法,计算工作曲线方程。

7 分析结果的表述

7.1 试料中苯胺的吸光度 A_r 用下式计算:

$$A_r = A_s - A_b$$

式中: A_s ——试料的吸光度;

A_b ——空白试验的吸光度。

7.2 苯胺的浓度 c (mg/L)由 A_r 值从工作曲线上确定。

8 精密度

五个实验室测定 0.4 mg/L 苯胺的标准溶液,实验室内相对标准偏差为 3.53% 实验室间相对标准偏差为 3.69%,回收率 96.1%~100%。

五个实验室以生活污水中加标 0.7 mg/L 苯胺,测定次数为 60 次,实验室内相对标准偏差为 5.29%,实验室间相对标准偏差为 5.86%,回收率为 97.6%~102%。

附加说明:

本标准由中华人民共和国建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部水质标准技术归口单位中国市政工程中南设计院归口。

本标准由上海市城市排水管理处、上海市城市排水监测站负责起草。

本标准主要起草人卢瑞仁。

本标准委托上海市城市排水监测站负责解释。