

水质 糠醛的测定 苯胺分光光度法

Water quality—Determination of furfural—Aniline spectrophotometry

地方标准信息服务平台

2023 - 12 - 28 发布

2024 - 02 - 01 实施

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由吉林省长春生态环境监测中心提出。

本文件由吉林省生态环境厅归口并组织实施。

本文件起草单位：吉林省长春生态环境监测中心。

本文件主要起草人：李丹、李雪花、苏红时、王丹、李楠、赵丹丹、张朋、国营、高宁宁、徐景梅、刘清华、朱晶、王琦、孙柏峰。

地方标准信息服务平台

水质 糠醛的测定 苯胺分光光度法

1 范围

本文件规定了水质 糠醛的测定 苯胺分光光度法的原理、试剂、仪器设备、样品、干扰和消除、试验步骤、结果计算与表示、准确度、质量保证和控制、废物处置、试验报告。

本文件适用于地表水、地下水和工业废水中糠醛的测定。

注：当取样体积为 10 mL，使用 20 mm 光程比色皿时，本方法检出限为 0.05 mg/L，测定下限为 0.20 mg/L。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 1926.1 工业糠醛
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- HJ 91.1 污水监测技术规范
- HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范
- HJ 164 地下水环境监测技术规范

3 术语和定义

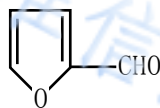
GB/T 1926.1 界定的术语和定义适用于本文件。

3.1

糠醛 furfural

又名呋喃甲醛。

结构式：



分子式：C₅H₄O₂。

相对分子质量：96.08（按1987年国际相对原子质量）。

[来源：GB/T 1926.1-2009，3.1]

4 原理

在冰乙酸的催化作用下，样品中的糠醛与苯胺作用生成红色化合物，在 523 nm 处测定其吸光度，在一定浓度范围内，其吸光度与糠醛的含量成正比。

5 试剂

- 5.1 苯胺 (C₆H₇N)：使用前需经蒸馏处理，移取 100 mL 苯胺于 250 mL 蒸馏瓶内，加适量玻璃珠，用 250 mL 三角瓶接收流出液。收集馏分，待蒸出约 80 mL 流出液时，停止蒸馏，取下接收三角瓶备用。
- 5.2 冰乙酸 (CH₃COOH)：密度为 1.05 g/cm³。
- 5.3 盐酸 (HCl)：密度为 1.19 g/mL。
- 5.4 苯胺溶液：15 mL 苯胺 (5.1) 溶于 85 mL 冰乙酸 (5.2) 中，临用现制。
- 5.5 糠醛标准溶液：质量浓度为 500 mg/L，溶剂为水。
- 5.6 糠醛标准使用液：10.0 mg/L，移取 2.00 mL 糠醛标准溶液 (5.5) 至 100 mL 容量瓶中，用水稀释定容至标线，摇匀，临用现制。

注：上述试剂纯度为分析纯，实验用水应符合 GB/T 6682 中一级水的要求。

6 仪器设备

- 6.1 采样瓶：500 mL 棕色具塞磨口玻璃瓶。
- 6.2 分光光度计：具 20 mm 光程比色皿。
- 6.3 恒温水浴锅：±0.5℃。
- 6.4 比色管：25 mL 具塞磨口。
- 6.5 全玻璃蒸馏装置：由全玻璃蒸馏器（配 250 mL 蒸馏烧瓶、冷凝管）、接收瓶、馏出液导管组成。
- 6.6 实验室常用仪器和设备。

7 样品

- 7.1 地表水样品采集和保存应符合 HJ 91.2 中的规定。
- 7.2 地下水样品采集和保存应符合 HJ 164 中的规定。
- 7.3 污水样品采集和保存应符合 HJ 91.1 中的规定。
- 7.4 采集样品于采样瓶 (6.1) 中近满瓶，加入适量盐酸 (5.3)，调节样品 pH 至 4 左右，加塞后不留液上空间。如不能及时分析，在 4℃ 条件下冷藏避光保存，7 d 内完成分析。

8 干扰和消除

水样浑浊、有颜色或含有有机物等物质时会产生干扰，可用蒸馏法处理，以消除对测定的影响。

9 试验步骤

9.1 试样的制备

9.1.1 试样

9.1.1.1 无色、澄清的水样可直接测定。

9.1.1.2 有颜色、浑浊的水样应进行蒸馏，移取 100 mL 样品于蒸馏瓶内，加 15 mL 蒸馏水，加适量玻璃珠，用 100 mL 容量瓶接收馏出液，待馏出液接近 100 mL 时停止加热，用少量水冲洗馏出液导管，汇入接收瓶，用水定容至标线，摇匀待测。

9.1.2 空白试样

实验用水代替实际样品，加入适量盐酸（5.3）调节样品 pH 至 4，按照与试样的制备相同的步骤进行实验室空白试样的制备。

9.2 标准曲线的建立

取 6 只具塞比色管（6.4），分别加入 0.00 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 和 5.00 mL 糠醛标准使用液（5.6），加水至 10.0 mL，配制成糠醛含量分别为 0.00 μg、2.00 μg、5.00 μg、10.0 μg、20.0 μg 和 50.0 μg 标准系列溶液。再向各比色管中加入 5 mL 苯胺溶液（5.4），摇匀后，在水浴 25±1 °C 下显色 10 min。在 523 nm 波长处，用 20 mm 光程比色皿，以水为参比，测量各标准系列溶液的吸光度。以各标准系列溶液中糠醛的含量（μg）为横坐标，以其对应的扣除试剂空白的吸光度为纵坐标，建立标准曲线。

9.3 试样测定

9.3.1 无色、澄清的水样，取 10 mL 试样于比色管中，按照与建立标准曲线相同的步骤，进行试样的测定。

9.3.2 有颜色、浑浊的水样，取经预处理的试样 10 mL 于比色管中，按照与建立标准曲线相同的步骤，进行试样的测定。

注：当试样吸光度大于曲线最高点时，用实验用水稀释试样后测定。

9.4 空白试验

按照 9.3 相同步骤进行空白试样的测定。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

样品中糠醛的质量浓度 ρ (mg/L) 按照公式（1）计算：

$$\rho = \frac{A - A_0 - a}{b \times V} \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——样品中糠醛的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

A ——试样的吸光度；

A_0 ——空白试样的吸光度；

a ——标准曲线的截距；

b ——标准曲线的斜率， μg^{-1} ；

V ——试样的体积，单位为毫升（mL）；

f ——水样的稀释倍数。

10.2 结果表示

测定结果小数位数与方法检出限一致，最多保留 3 位有效数字，数字修约规则应符合 GB/T 8170 中的规定。

11 准确度

11.1 精密度

在同一实验室，由同一操作者使用相同的设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测试样相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的20%。

11.2 正确度

不同实验室分别对自行配制的糠醛浓度为 0.50 mg/L、1.00 mg/L、1.50 mg/L 的样品（地下水、地表水和工业废水）进行加标测定，加标回收率范围分别为 94.5%~99.5%、95.3%~103%和 94.0%~107%。

12 质量保证和控制

12.1 空白试验

每批样品至少做一个实验室空白，其测定结果应低于方法检出限。

12.2 标准曲线

每批样品分析均需建立标准曲线，标准曲线的相关系数应 ≥ 0.999 。

12.3 中间点浓度检查

每分析 20 个样品或每批次样品（少于 20 个样品）应分析一个标准曲线中间点浓度标准溶液，其测定结果与标准曲线该点质量浓度的相对偏差应在 $\pm 10\%$ 以内，否则需重新绘制标准曲线。

12.4 精密度控制

每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个样品）应分析一组平行样，测定结果的相对偏差应在 $\pm 10\%$ 以内。

12.5 准确度控制

每 20 个样品或每批次样品（少于 20 个样品）应至少进行 1 个基体加标样的分析，基体加标回收率应在 80%~120%之间。也可使用有证标准物质与实验用水配制的样品，其浓度应与样品浓度相近，测定结果相对误差应在 $\pm 10\%$ 以内。

13 废物处置

实验过程中产生的废物应分类收集，集中保管，并做好相应标识，依法委托有资质的单位处理。

14 试验报告

应包括任务名称、试验日期、仪器信息、使用标准、样品标识、取样体积、定容体积、结果等信息。