

水中联氨的应用方案（分光法）

本方案用的是对二甲氨基苯甲醛法

测定范围为 2ug/L-100ug/L，联氨含量大于 100ug/L 的水样应稀释后测定。

原理

在酸性条件下，联氨与对二甲氨基苯甲醛反应生成黄色的偶氮化合物。在测定范围内黄色的深度与联氨的含量成比例，符合朗伯-比尔定律。偶氮化合物的最大吸收波长为 454nm。

联氨在碱性条件下容易被氧化，氯、溴、碘等氧化剂将使测定值降低，芳香胺类例如苯胺将干扰测定，浑浊的水样及有色素的水样对测定有干扰。

仪器及试剂

美析 UV-1500PC 紫外分光光度计

比色管 50mL;

重铬酸钾(基准试剂)。

2mol/L 硫酸溶液:量取 55.6mL 浓硫酸,慢慢加入到 300mL 水中,并稀释到 500mL 搅匀,冷却。

10g/L 淀粉指示剂:称取 1.0g 可溶性淀粉置于研钵中,加少许试剂水研磨成糊状物,徐徐注入 100mL 煮沸的试剂水中,再继续煮沸 5min,放置,取上层清液使用。此溶液应使用前制备。

0.1mol/L 硫代硫酸钠标准溶液（也可以买市售有证书的标液）

配制称 26g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)或 16g 无水硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$),溶于 1L 已煮沸并冷却的试剂水中。将溶液贮存于具有磨口塞的棕色试剂瓶中,放置一周后过滤备用。

标定称取于 120°C 烘至恒重的基准重铬酸钾 0.15g(称准至 0.0002g)。置于碘量瓶中,加入 25mL 试剂水溶解,加 2g 碘化钾及 2mol/L 硫酸溶液 20mL 混匀。于暗处放置 10min。加

150mL 试剂水，用 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液滴定，到溶液呈淡黄色时，加 10g/L 淀粉指示剂 1mL，继续滴定至溶液由蓝色变成亮绿色。

同时做空白试验。

结果

硫代硫酸钠标准溶液的浓度，按式(1)计算:

$$C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{G}{(V_1 - V_2) \times 0.04903}$$

式中: G 一重铬酸钾的重量, g;

V1-标定时消耗硫代硫酸钠溶液的体积, mL;

V2-空白试验消耗硫代硫酸钠溶液的体积, mL;

0.04903-每毫摩尔重铬酸钾的克数;

0.1 mol/L 碘标准溶液。

称取 13g 碘及 35g 碘化钾，溶于少量试剂水中，待全部溶解后，用一级水

稀释至 1000mL 混匀。贮存于具有磨口塞的棕色瓶中。

盐酸溶液(1+99):量取 1mL 浓盐酸加入到 99mL 水中，混匀。

80g/L 氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 80g 于 1000mL 烧杯中，加 600~700mL 水，不断搅拌溶液，稀释至 1000mL。

1mol/L 硫酸溶液:量取 27.8mL 浓硫酸，慢慢加入到 300mL 水中，并稀释到 500mL 搅匀，冷却。

10g/L 酚酞指示剂(乙醇溶液):称取 1g 酚酞，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释到 100mL。

联氨标准溶液（也可买市售的有证书的标液）

配制

称取 0.410g 硫酸联氨($\text{N}_2\text{H}_4\text{H}_2\text{SO}_4$)或 0.328g 盐酸联氨($\text{N}_2\text{H}_4\text{HCl}$)，溶于已加有 74mL

浓盐酸的 500mL 一级水中 转入 1L 容量瓶中 ,用- 一级水稀释至刻度(此溶液为联氨贮备液)。

标定

量取 20.0mL 贮备液 ,用试剂水稀释至 100mL ,用 80g/L 氢氧化钠溶液滴定至酚酞终点 ,记录消耗氢氧化钠溶液的体积 A mL。再取 20.0mL 贮备液 ,注入 250mL 具有磨口塞的锥形瓶中 ,用一级水稀释至 100mL ,加入(A+2)mL 80g/L 氢氧化钠溶液 ,用棕色滴定管精确加入 10mL

0.1mol/L 碘标准溶液 ,充分混匀 ,置暗处 3min。加入 1mol/L 硫酸溶液 2.5mL,用 0.1mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定过剩的碘。接近终点时(滴定至溶液呈浅黄色) ,加入 1mL 10g/L 淀粉指示剂 继续滴定至蓝色消失 ,记录硫代硫酸钠标准溶液消耗量 ,并同时进行空白试验。

结果

贮备液的联氨浓度(N_2H_4 , $\mu g/L$)按式(2)计算:

$$N_2H_4 = \frac{(b-a) \times C \times 8}{V} \dots\dots\dots \text{②}$$

式中:b-空白试验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积 , mL;

a-标定联氨溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积 , mL;

C-硫代硫酸钠标准溶液的物质质量浓度 , mol/L;

V-联氨标准溶液的体积 , mL;

8-与 1.00mL 硫代硫酸钠 $C(Na_2S_2O_3)=1.000\text{mol/L}$ 相当的联氨的质量

对二甲氨基苯甲醛-硫酸溶液

量取 100mL 浓硫酸,在不断搅拌下徐徐加入已有 300mL 试剂水的烧杯中 ,冷却后 加入 15g 对二甲氨基苯甲醛 ,待完全溶解后移入 500mL 容量瓶中 ,用试剂水稀释至刻度 ,贮存于棕色瓶中放置在暗处。

由于用不同批号的对二甲氨基苯甲醛试剂配制成的溶液颜色有差异,故每换新试剂必须重新

绘制工作曲线。

联氨工作溶液(1mL 含 1 μ g N₂H₄)

根据贮备液的浓度，取适量贮备液，用盐酸溶液(1+99)稀释 100 倍。

分析步骤

绘制工作曲线

比色管号	1	2	3	4	5	6	7	8
联氨工作溶液的体积 mL	0.0	0.25	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
相当水样中联氨的含量 ug/L	0	5	10	20	40	60	80	100

按表取一组联氨工作溶液，分别注入一组 50mL 比色管中，用盐酸溶液(1+99)稀释至刻度。

用棕色滴定管加入 5mL 对二甲氨基苯甲醛硫酸溶液，混匀，放置 5min，在分光光度计 454nm 处，用 30mm 比色皿，以试剂水作参比测定吸光度，根据测得的吸光度和相应的联氨含量绘制工作曲线。

水样的测定

用具有磨口塞的玻璃瓶(或塑料瓶)取样，每取 100mL 水样预先加入浓盐酸 1mL。水样应充满取样瓶。

注:用于现场控制分析时，取样后立即测定，取样时也可不加酸。

取 50mL 水样注入比色管，按工作曲线的步骤进行测定，根据测定的吸光度，从工作曲线上查出水样联氨含量。

关于美析

美析主营光谱类仪器可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、超微量分光光度计、原子荧光光度计、ICP 电感耦合等离子体发射光谱仪、ICP 电感耦合等离子体质谱仪，目前，我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、

石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验，结合市场的最新实际需求，近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。