

UDC 614.777
Z 16



中华人民共和国国家标准

GB/T 13900—92

水质 黑索今的测定 分光光度法

Water quality—Determination of RDX—Spectrophotometry

1992-12-02发布

1993-09-01实施

国家环境保护局发布
国家技术监督局

中华人民共和国国家标准

水质 黑索今的测定 分光光度法

GB/T 13900—92

Water quality—Determination of
RDX—Spectrophotometry

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了测定水质中黑索今的分光光度法。

1.2 适用范围

1.2.1 本标准适用于弹药装药工业废水中黑索今含量的测定。

1.2.2 对 50 mL 试料, 比色皿光程 10 mm, 黑索今的最低检出浓度为 0.05 mg/L, 测定范围为 0.1~10.0 mg/L。

1.2.3 在被测溶液中如有环四甲撑四硝胺(奥托今), 对黑索今测定有干扰。

2 原理

黑索今在硫酸溶液中加热分解生成甲醛, 甲醛与乙酰丙酮及氨作用, 生成黄色的 3,5-二乙酰基-1,4-二氢卢剔啶, 在 412 nm 处进行分光光度测定。

3 试剂

除另有说明, 分析中所用试剂均应符合国家标准分析纯试剂。所用水均使用蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 浓硫酸: $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ 。

3.2 乙酰丙酮溶液。

3.2.1 称取 25 g 乙酸铵溶于 80 mL 水中, 加冰乙酸($\rho=1.05 \text{ g/mL}$)3 mL, 以水稀释至 100 mL。此溶液为 pH6 缓冲溶液。

3.2.2 吸取 0.2 mL 乙酰丙酮试剂加入上述(3.2.1)pH6 缓冲溶液中, 摆匀。低温下保存, 有效期为一个月。

3.3 硝酸溶液: 50% (V/V)。

量取 10 mL 硝酸($\rho=1.39 \text{ g/mL}$)与 10 mL 水混合。

3.4 硫酸亚铁铵 [$\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2 \cdot \text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]。

3.5 硫酸亚铁铵溶液: 10 g/L。

称取 1.3 g 六合水硫酸亚铁铵(3.4)溶于 100 mL 水中。

3.6 黑索今标准溶液。

准确称取精制黑索今(经丙酮重结晶二次)0.040 0 g 于 1 000 mL 烧杯中, 以约 10 mL 丙酮溶解后, 缓缓加入预先加热的水约 800 mL, 置沸水浴中加热。使其溶解后, 继续加热至无丙酮气味。取出冷却至