

## 前 言

本标准的全部技术内容为强制性。

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》，防治航天工业废弃物对水环境的污染，保护广大群众身体健康，根据制定水源水卫生标准的原则，参考国外研究成果，并从我国实际情况出发制定本标准。

本标准从 2001 年 1 月 1 日起实施。

本标准由中华人民共和国卫生部和航空航天工业部提出。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准负责起草单位：航空航天工业部第七设计研究院；参加单位：上海第一医学院、上海航天局 806 所、中国人民解放军军事医学科学院。

本标准主要起草人：徐志通、陈秉衡、奚惠敏、夏亚东、王兰翠。

本标准由卫生部委托中国预防医学科学院环境卫生监测所负责解释。

中华人民共和国国家标准

水源水中偏二甲基胍卫生标准

GB 18063-2000

Hygienic standard for unsymmetrical dimethyl  
hydrazine in water sources

---

1 范围

本标准规定了生活饮用水源水中偏二甲基胍的最高容许浓度及监测检验方法。

本标准适用于以江、河、湖、水库、塘（井）水为饮用水的水源。

2 标准内容

生活饮用水源水中偏二甲基胍最高容许浓度为 0.1mg/L。

3 检测方法

本标准采用“氨基亚铁氰化钠分光光度法”检测水中的偏二甲基胍，见附录 A（标准的附录）。

## 附录 A

(标准的附录)

### 水中偏二甲基胍的测定 氨基亚铁氰化钠分光光度法

#### A1 方法概要

微量的偏二甲基胍与氨基亚铁氰化钠在弱酸性水溶液中能够生成红色络合物。在测定范围内,红色的深度与偏二甲基胍的含量成正比,符合朗伯-比尔定律。红色络合物的最大吸收波长是 500nm。

氨、尿素对本方法测定基本无干扰。胍、一甲基胍、甲醛含量在偏二甲基胍含量 5 倍以内无干扰。亚硝酸根含量在偏二甲基胍含量 2 倍以上有明显负干扰,选择氨基磺酸胺做隐蔽剂。水样混浊时应予过滤。

偏二甲基胍的测定范围:0.01mg/L ~ 1.0mg/L。大于 1.0mg/L 的偏二甲基胍可稀释后按本法测定。

#### A2 仪器与器皿

A2.1 分光光度计:附 5cm 比色皿。

A2.2 调压器:TDGC2 型。

A2.3 电炉:1000W。

A2.4 氮气钢瓶:含氮气 99.99%。

A2.5 氧气吸入器:L08-32 浮标式氧气吸入器。

A2.6 真空泵:DYB-1 型。

A2.7 水浴:DL501 型超级恒温水浴。

A2.8 磨口蒸馏器:1000mL, 1 套。

A2.9 磨口导气管:1 只。

A2.10 微量注射器:100 $\mu$ L, 3 只。

A2.11 具塞刻度管:50mL, 10 只。

A2.12 真空干燥器。

A2.13 分度吸管:1mL, 3 只; 2mL, 1 只; 5mL, 1 只; 10mL, 1 只;

A2.14 干燥塔:500mL, 2 只。

A2.15 砂芯过滤漏斗:4 号。

#### A3 试剂及配制方法

A3.1 氢氧化钠:化学纯。

A3.2 氯化钠:化学纯。

A3.3 柠檬酸 ( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ ):分析纯。

A3.4 磷酸氢二钠 ( $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ ):分析纯。

A3.5 亚硝基铁氰化钠 [ $Na_2Fe(CN)_5NO \cdot 2H_2O$ ]:分析纯。

A3.6 硫酸:分析纯。

A3.7 甲醇:分析纯。

A3.8 氨水:分析纯。

A3.9 氯化钠:分析纯。

A3.10 偏二甲基胂:含量 98%以上。

A3.11 5%氨基磺酸铵(ammonium sulfamate,  $\text{NH}_4\text{SO}_3\text{NH}_2$ )溶液。

A3.12 12mol/L 硫酸:在 100mL 容量瓶中,加入 50mL 蒸馏水,小心加入 33.3mL 浓硫酸,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。

A3.13 氨基亚铁氰化钠(TPF)(sodium amino ferricyanide,  $\text{Na}_3[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NH}_2]$ )的制备:称取 45g 亚硝基铁氰化钠于 250mL 锥形瓶中,逐渐加入氨水 140mL,边加边摇,至全部溶解。将此瓶放入 0℃左右的冰箱中过夜,加入 250mL 甲醇,即析出黄色结晶,将结晶滤出、抽干、再用甲醇洗一次。所得结晶放入装有氯化钙的棕色真空干燥器中,干燥 4~6h。干燥后的氨基亚铁氰化钠装入棕色细口瓶中,于暗处保存。

A3.14 0.15% TPF 显色剂的配制:在 100mL 棕色容量瓶中,用蒸馏水溶解 0.15g TPF,并稀释至刻度。

A3.15 pH4.8 缓冲溶液的配制:称取柠檬酸 13.138g 和磷酸氢二钠 48.868g,用 150mL 煮沸过的蒸馏水将其溶解,并移入 250mL 容量瓶中,用煮沸过的蒸馏水稀释至刻度。

A3.16 偏二甲基胂标准贮备液的配制:在 50mL 容量瓶中加入蒸馏水 25mL 及 12mol/L 硫酸 5mL,盖上塞,摇匀。用微量注射器取 65 $\mu\text{L}$  偏二甲基胂,仔细注入容量瓶中,以增量法称取 0.0500g 偏二甲基胂。轻轻摇动容量瓶,使偏二甲基胂充分溶解。20min 后,用蒸馏水稀释至刻度。常温下可保存两周。此溶液偏二甲基胂含量为 1mg/L。

A3.17 偏二甲基胂工作液的配制:在 1000mL 容量瓶中,加入偏二甲基胂标准贮备液 1.0mL 并用蒸馏水稀释至刻度。此溶液偏二甲基胂含量为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$  水常温下可保存一周。

A3.18 样品保存:水样以当天测试为宜。必需保存时,可在水样中每升加入 1.8mol/Lc ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 硫酸溶液 1mL,此水样可放置 1 天。

#### A4 分析步骤

##### A4.1 标准曲线绘制

取 6 只 50mL 具塞刻度管,分别加入偏二甲基胂工作液 0.0, 2.0, 5.0, 7.0, 10.0, 13.0mL。然后分别向各管加入蒸馏水至 25mL,加 pH 缓冲溶液 1mL 及 0.15% TPF 显色剂 1mL,摇匀。

当水样中亚硝酸根含量大于偏二甲基胂 2 倍以上时,应在加入 pH 缓冲溶液后,分别再向各管加入 5%氨基磺酸铵 0.2mL,然后再加入显色剂 1mL。

将比色管放入 30℃恒温水浴中,放置 1h。在分光光度计 500nm 处用 5cm 比色皿测定吸光度。根据测得的吸光度及相应的偏二甲基胂含量绘制标准工作曲线,求出回归方程。

##### A4.2 水样测定

###### A4.2.1 水样中偏二甲基胂含量在 50 $\mu\text{g}/\text{L}$ 以上时的测定

###### A4.2.1.1 先调水样 pH 在 3.0~8.0。水样混浊时,要用 4 $\mu\text{m}$ 砂芯漏斗过滤。

取适当体积的上述予处理过的水样于具塞刻度管中,用蒸馏水准确稀释至 25mL,然后按 A4.1 步骤进行测定。根据测定的吸光度,按标准工作曲线的回归方程或查标准工作曲线法;算出偏二甲基胂含量。

###### A4.2.1.2 按式(A1)计算水样的偏二甲基胂含量

$$c_s = \frac{c_o \times n}{V} \dots\dots\dots (A1)$$

式中： $c_s$ ——水样中偏二甲基胂含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

$c_o$ ——A4.2.1.1 中算出的水样中所含偏二甲基胂质量， $\mu\text{g}$ ；

$n$ ——稀释倍数；

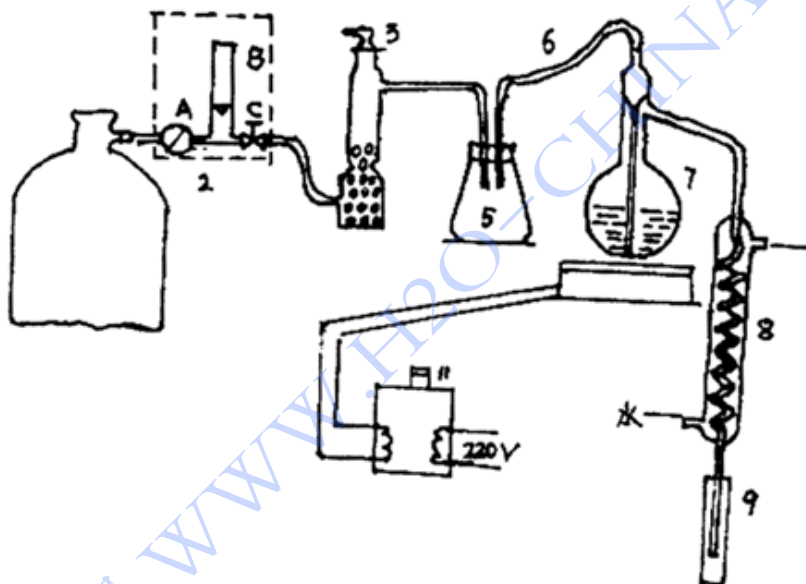
$V$ ——比色时所取水样体积， $\text{mL}$ 。

#### A4.2.2 水样中偏二甲基胂含量小于 $50\mu\text{g/L}$ 时的测定。

##### A4.2.2.1 水样的富集（蒸馏浓缩法）

蒸馏装置如图 1。

在  $1000\text{mL}$  圆底烧瓶中，加入  $90\text{g}$  氯化钠和  $120\text{g}$  氢氧化钠，以流量  $50\text{mL/min}$  通氮气  $15\text{min}$  取  $500\text{mL}$  水样仔细的注入烧瓶中，轻轻摇动几下，然后加热蒸馏。继续通氮，接通冷却水，用具塞橡胶管在冷凝管口收集冷凝液。当水样即将沸腾时，调节调压器电压在  $150\text{V}$  左右，以控制电炉加热温度在每  $25\text{mL}$  馏份的流出时间在  $11 \sim 15\text{min}$ 。连续收集 3 管馏份，每管准确收集  $25\text{mL}$ 。按 A4.2.1 测得管内的偏二甲基胂含量。



1—氮气钢瓶；2—氧气吸入器（A—减压阀，B—流量计，C—针形阀）；

3—干燥塔；4—干燥剂；5—缓冲瓶；6—导气管；7—支管烧瓶；

8—蛇形冷凝管；9—比色管；10—电炉；11—调压器

图 1 蒸馏装置流程图

##### A4.2.2.2 按式 (A2) 计算水样的偏二甲基胂含量。

$$c_s = \frac{W_1 + W_2 + W_3}{500 \times N} \dots\dots\dots (A2)$$

式中： $c_s$ ——水样中偏二甲基胂含量， $\mu\text{g/mL}$ ；

$W_1, W_2, W_3$ ——分别为 3 只装有馏分具塞刻度管中所含偏二甲基胂质量， $\mu\text{g}$ ；

$500$ ——蒸馏水样的体积， $\text{mL}$ ；

$N$ ——回收率， $71\%$

A4.2.3 取平行测定两个结果的算术平均值为水样中的偏二甲基胂含量。

A5 允许差

对于偏二甲基胂不同含量的水样，分析结果的允许差见表 1。

表 1

偏二甲基胂含量范围, mg/L	允许差, %
0.01 ~ 0.1	20
> 0.1 ~ 1.0	10

中国水网 WWW.H2O-CHINA.COM