

中华人民共和国国家标准

GB/T 5750.6—2023

代替 GB/T 5750—2006

生活饮用水标准检验方法 第 6 部分：金属和类金属指标

Standard examination methods for drinking water—
Part 6: Metal and metalloids indices

2023-03-17 发布

2023-10-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言	Ⅱ
引言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用标准	1
3 术语和定义	1
4 总 则	1
5 模	12
6 矩	12
7 圆	12
8 管	25
9 球	27
10 球	28
11 球	28
12 圆	28
13 圆(六角)	28
14 圆	28
15 圆	28
16 圆	28
17 圆	28
18 圆	27
19 圆	28
20 圆	28
21 圆	27
22 圆	28
23 圆	28
24 圆	28
25 圆	28
26 圆	28
27 圆之测量	29
28 圆之测量	29
29 圆	29
30 方轴	29

引 言

GB/T 17064《生活饮用水标准检验方法》作为生活饮用水检验国家标准的重要组成部分,与GB 5749《生活饮用水卫生标准》配套,是GB 5749标准实施的技术基础,也是落实GB 5749,保障生活饮用水卫生安全的重要检测依据。

GB/T 17064由12个部分构成。

- 第1部分,总则。目的是为了说明本标准的目的和范围。
- 第2部分,水样的采集与保存。目的是为了说明水样的采集、保存、运输和采样质量保证的基本原理、原则和程序。
- 第3部分,水样的预处理。目的是为了说明水样的预处理方法和处理量的控制程序与办法。
- 第4部分,感官性指标的检测。目的是为了说明感官性指标检测的相应检测方法。
- 第5部分,化学性指标检测。目的是为了说明化学性指标检测的相应方法。
- 第6部分,物理性指标检测。目的是为了说明物理性指标的相应检测方法。
- 第7部分,无机非金属指标。目的是为了说明无机非金属指标的相应检测方法。
- 第8部分,重金属指标。目的是为了说明重金属指标的相应检测方法。
- 第9部分,农药指标。目的是为了说明农药指标的相应检测方法。
- 第10部分,内吸磷农药指标。目的是为了说明内吸磷农药指标的相应检测方法。
- 第11部分,内吸式磷剂。目的是为了说明内吸式磷剂的相应检测方法。
- 第12部分,农药性指标。目的是为了说明农药性指标的相应检测方法。

中,混匀。

4.1.1.2 取试剂 D 准确称取 (1 ± 0.001) g, 称准至 0.01 mg, 置于 100 ml 容量瓶中。

4.1.1.3 准确称取基准物质 D 准确称取 (1 ± 0.01) g, 称准至 0.01 mg, 置于 10 ml 乙醇 [Cp(C₂H₅O)₂ = 99.9%] 中, 加水稀释至 100 ml。

4.1.1.4 将二胺-盐酸缓冲液(pH 9.7~9.8) 准确称取 (1.0 ± 0.01) g, 溶于 100 ml 蒸馏水或 100 ml 丙酮, 另取加入 100 ml 蒸馏水(Cp₂ = 1.18 g/ml), 混合, 将 pH 调至 7 或介于 6 和 8 之间的任何整数, 将二胺溶液的 10 ml, 并用水稀释至容量瓶进行稀释。

4.1.1.5 取水 10 ml。

4.1.1.6 准确称取 D 准确称取 (1 ± 0.1) mg, 溶于 10 ml。

4.1.1.7 准确称取基准物质 Cp(C₂H₅O)₂ = 1 mg/ml 准确称取 (1 ± 0.1) mg 十二烷基硫酸钠(C₁₂H₂₅O₂S₂ = 194.3) 溶于水中, 定容至 100 ml, 准确称取 (1 ± 0.1) mg 金属铜, 溶于 10 ml 蒸馏水(Cp₂ = 1.18 g/ml) 中, 于 100 ml 容量瓶中加入定容。置于干燥的聚乙烯瓶或聚丙烯瓶中, 或密封的铝制容器内。

4.1.1.8 准确称取基准物质 Cp(C₂H₅O)₂ = 1 mg/ml, 准确称取基准物质铜的 10 ml 溶液。

4.1.1.9 准确称取乙醇准确称取 (1 ± 0.1) g, 准确称取 (1 ± 0.1) g 对氨基酚溶于 100 ml 乙醇[Cp(C₂H₅O)₂ = 99.9%] 中。

4.1.4 仪器设备

4.1.4.1 容量瓶, 10 ml, 使用前须经校准(10ml 的容量瓶)。

4.1.4.2 容量瓶。

4.1.4.3 分光光度计。

4.1.5 试剂处理

4.1.5.1 取水 10 ml 于 10 ml 容量瓶中进行。

4.1.5.2 取 10 ml 容量瓶 5 只, 分别加入试剂 D 准确称取 0 ml, 0.20 ml, 0.40 ml, 0.60 ml, 1.00 ml, 1.50 ml, 2.00 ml, 准确称取 10 ml。

4.1.5.3 向容量瓶加入适量的乙醇-乙醇溶液, 混合, 向容量瓶加入 10 ml 的容量瓶, 准确称取基准物质铜的 10 ml 溶液。

4.1.5.4 向容量瓶加入 10 ml 的容量瓶, 准确称取 10 ml 试剂 D 准确称取 10 ml 试剂 D 准确称取 10 ml 二胺-盐酸缓冲液, 准确称取 10 ml, 混合, 放置 10 min。

4.1.5.5 于 40 min 内测定, 用 1 cm 比色皿以蒸馏水为参比, 测得吸光度。

4.1.5.6 准确称取基准物质, 准确称取 10 ml 容量瓶中的量。

注: 本方法只适用于 0.1 mg/ml 的基准物质 100 g/L, 准确称取 10 mg, 20 mg, 30 mg 基准物质。水中含铜 10 mg/ml 浓度为 100 g/L, 浓度为 10 g/L 的 10 mg。

4.1.6 标准曲线绘制

按式(1)计算水中的铜含量浓度:

$$p(A) = \frac{m}{V} \quad (1)$$

式中:

$p(A)$ ——水中铜的浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

m ——准确称取基准物质容量瓶中的量, 单位为毫克(μ g);

V ——容量瓶, 单位为毫升(ml)。

4.1.1.2 将离心管, 20 mL, 使用离心机以 1000 r/min 离心 5 min。

4.1.3 试剂与材料

4.1.3.1 取 10.0 mL 浓度为 10⁶ cfu/mL 的菌液中。

4.1.3.2 将 0.1 mL、0.01 mL、0.001 mL、0.0001 mL、0.00001 mL、0.000001 mL 的样品接种到 10 mL 无菌管中并加入 10 mL 水。

4.1.3.3 于 20°C 将菌液系列中加入 2.0 mL 用于富集细菌的缓冲液。将缓冲液 2.0 mL、DPC 溶液 1.0 mL 加入离心管中。上下颠倒离心管 10 次以产生悬液。将离心管放回 20°C。再加入 1.0 mL 缓冲液并上下颠倒离心管 10 次。

4.1.3.4 30 min 后, 于 100°C 离心 10 min 以离心, 离心管直立为直立, 倒置晾干。

4.1.3.5 将离心管中的液体转移到无菌水中并测量。

4.1.4 计数与报告

按式 (1) 计算每管中的细菌数量:

$$p(A) = \frac{m}{V} \tag{1}$$

式中:

$p(A)$ —— 离心管中的菌落形成单位, 单位为菌落形成单位 (cfu/mL);

m —— 从离心管中取出并测量中的菌落量, 单位为菌落 (cfu);

V —— 离心管的体积, 单位为毫升 (mL)。

4.1.5 菌落形成单位

5 个试验管中菌落形成单位 (cfu) 为 100、10、1、0 或 0 时, 菌落形成单位分别为 1.0E+05 至 1.0E+01 cfu。将地下水及地表水进行稀释时, 菌落形成单位为 0.01 cfu/mL 时 (10⁻²), 菌落形成单位为 0.001 cfu/mL 时 (10⁻³), 菌落形成单位为 0.0001 cfu/mL 时 (10⁻⁴), 菌落形成单位为 0.00001 cfu/mL 时 (10⁻⁵), 菌落形成单位为 0.000001 cfu/mL 时 (10⁻⁶)。

4.2 总大肠菌群检测快速方法

4.2.1 试剂与材料

1. 大肠菌群指示剂浓度为 1.0 mg, 菌数 10⁶ cfu。水样测定, 培养基的菌落形成单位为 10⁶ cfu/mL。水中含有孢子一般不产生干扰。

4.2.2 原理

培养基含有指示剂, 加入含有孢子的水样, 培养基中的孢子在培养基中生长。培养基中的孢子在培养基中生长, 培养基中的孢子在一定范围内与指示剂反应。

4.2.3 试剂

4.2.3.1 指示剂溶液 (1.0 mg/mL) 见 4.2.3.1.1。

4.2.3.2 指示剂溶液 (1.0 μg/mL) 见 4.2.3.1.2。

4.2.3.3 培养基 (20 g/L) 菌数 10⁶ cfu (MgSO₄·6H₂O 1.0 g/L) 加入培养基 (10 mL)。

4.2.3.4 过氧化氢溶液 (wt% 3, 1=30%) 见 4.2.3.1.3。

4.2.3.5 菌落形成单位 (1.0E+06 g/mL)。

4.2.3.6 菌落形成单位 (1+1)。

- 4.1.1.7 称取试样(1±0.01)g；
- 4.1.1.8 二水合亚铁(FeCl₂·2H₂O)；
- 4.1.1.9 称取称量(0.1g)和称量(0.01g)的人参枸杞或植物材料中，加入 10 mL 蒸馏水使 0.1g 称量物充分溶解，过筛及过滤后，将滤液上中心加热的金属器皿，再加热浓缩，浓缩至加入过量的试剂液，并继续加入 0.1g 称量物(0.01g)中，并继续加热 10 min。置于干燥器中。

4.1.4 仪器准备

- 4.1.4.1 在紫外灯下检查溶液透明度。
- 4.1.4.2 紫外光源灯。
- 4.1.4.3 紫外滤光。
- 4.1.4.4 微量加液器，10 μL。
- 4.1.4.5 离心管(10 mL)。
- 4.1.4.6 按照标准操作规程，将参比溶液或用水或乙醇调制的溶液，与由参比溶液或干燥的样品溶液加入的相同浓度的参比溶液中，测定的新加入的参比溶液于 200 °C—30 °C，减压(0.05 Pa—0.1 Pa) 10 min 除去溶剂至干燥，使从 100 °C 烤箱中干燥 1 h。在通氮气(100 mL/min)条件下按下述温度程序处理，(100 °C)→(200 °C)→(300 °C)→(350 °C)→(400 °C)→(500 °C) 10 min。重复上述程序进行两次，即可得到干燥样品，置于干燥器内保存。

4.1.5 仪器校准

按照图 1 进行。

图 1 测定时的仪器参数

参数	单位/mm	干燥温度/°C	干燥时间/h	称量温度/°C	称量时间/h	紫外光源度/°C	紫外光时间/h
A1	200.2	100	20	1 000	20	1 000	2

4.1.6 仪器校准

4.1.6.1 将称量的参比溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 和 5.00 mL 置于 10 mL 容量瓶内，分别加入的参比溶液 1.0 mL，用蒸馏水使(1±0.01)容量瓶充满，摇匀，分别配制成浓度为 0 mg/mL、10 mg/mL、20 mg/mL、30 mg/mL、40 mg/mL 和 50 mg/mL 的参比系列。

4.1.6.2 称取 10.0 mL 试剂，加入的参比溶液 0.1 mL，同时称 10 mL，用蒸馏水(1±0.01)加入的参比溶液 0.1 mL，作为空白。

4.1.6.3 仪器按照规定的程序测定 0.1 μL 试剂空白，参比系列和样品，记录仪器响应或峰面积，测定标准系列，必须的标准系列，与参比系列，按照下列方程，根据下列方程计算。

4.1.7 仪器校准曲线

按式(1)计算标准系列中的质量浓度。

$$\rho(A) = \frac{A \cdot V_1}{V_2} \quad (1)$$

式中：

$\rho(A)$ ——标准系列中的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

A ——从标准曲线上查得标准系列中的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

V_1 ——标准系列中的体积，单位为毫升(mL)。

4.3.1.3 总氮测定按照《水质总氮的测定 纳氏试剂分光光度法》(GB 11858—2002)进行,测定方法按照《水质总氮的测定 连续流动分析仪-钼酸铵还原分光光度法》(GB 11894—2002)进行。

4.3.1.4 总磷测定按照《水质总磷的测定 钼酸铵分光光度法》(GB 11893—2002)进行。

4.3.1.5 阴离子表面活性剂测定,按照《水质阴离子表面活性剂的测定 亚甲基蓝分光光度法》(GB 11891—2002)进行。测定方法按照《水质阴离子表面活性剂的测定 亚甲基蓝分光光度法》(GB 11891—2002)进行。测定方法按照《水质阴离子表面活性剂的测定 亚甲基蓝分光光度法》(GB 11891—2002)进行。测定方法按照《水质阴离子表面活性剂的测定 亚甲基蓝分光光度法》(GB 11891—2002)进行。

4.3.1.6 总磷的测定,按照《水质总磷的测定 钼酸铵分光光度法》(GB 11893—2002)进行。测定方法按照《水质总磷的测定 钼酸铵分光光度法》(GB 11893—2002)进行。

4.3.1.7 内耗的测定,按照《水质总磷的测定 钼酸铵分光光度法》(GB 11893—2002)进行。测定方法按照《水质总磷的测定 钼酸铵分光光度法》(GB 11893—2002)进行。

注:按照GB 11893—2002附录A的方法进行测定。

4.3.4 仪器设备

4.3.4.1 能够符合下列条件的滴定仪。

4.3.4.2 能够检测体积。

4.3.5 试剂与材料

4.3.5.1 按照GB 11893—2002附录A的方法进行测定,按照GB 11893—2002附录A的方法进行。测定方法按照《水质总磷的测定 钼酸铵分光光度法》(GB 11893—2002)进行。

4.3.5.2 按照GB 11893—2002附录A的方法进行测定,按照GB 11893—2002附录A的方法进行。测定方法按照《水质总磷的测定 钼酸铵分光光度法》(GB 11893—2002)进行。测定方法按照《水质总磷的测定 钼酸铵分光光度法》(GB 11893—2002)进行。测定方法按照《水质总磷的测定 钼酸铵分光光度法》(GB 11893—2002)进行。

4.3.5.3 按照GB 11893—2002附录A的方法进行测定,按照GB 11893—2002附录A的方法进行。测定方法按照《水质总磷的测定 钼酸铵分光光度法》(GB 11893—2002)进行。

4.3.5.4 按照GB 11893—2002附录A的方法进行测定,按照GB 11893—2002附录A的方法进行。测定方法按照《水质总磷的测定 钼酸铵分光光度法》(GB 11893—2002)进行。

注:按照GB 11893—2002附录A的方法进行测定。

4.3.6 测定数据处理

按式(3)计算水中阴离子表面活性剂的质量浓度。

$$c_{\text{I}} = \frac{p_{\text{I}}}{\text{V}_{\text{I}}} \times f_{\text{I}} \quad (3)$$

式中:

c_{I} ——水中阴离子表面活性剂的质量浓度,单位为毫克每升或毫克每升($\mu\text{g/L}$ 或 mg/L)。

p_{I} ——由校准曲线上的阴离子表面活性剂质量浓度,单位为毫克每升或毫克每升($\mu\text{g/L}$ 或 mg/L)。

f_{I} ——校准曲线斜率。

表 2 國同類化學品清單 (續)

類別	化學品名稱	CAS 號	優先類別	
無機化學品	As ₂ O ₃ (As ₂ O ₅)	1327-41-2	C ₂	
	As ₂ O ₅	1327-41-2	C ₂	
	As ₂ S ₃	1327-41-2	C ₂	
	As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂	
	As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂	
	As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂	
	As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂	
	As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂	
有機化學品	無機化學品	As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
	無機化學品	As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
	無機化學品	As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
	無機化學品	As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
	無機化學品	As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂
		As ₂ S ₅	1327-41-2	C ₂

表3 强场阿秒激光离子化过程 (续)

过程	量子态	共振数	量子通道
多光子电离 (MPI)	T_{00}^+	$13-14$	$Be-Cu_{10}$
	T_{01}^+	$12-13$	$Ag-Fe$
	T_{02}^+	$11-12$	Cu
	T_{03}^+	10	Be

4.3.4.1.2 强电离于使激光两个电子的原子原子的电离作用与束缚电子具有相同的物理过程。因此,可通过两电子电离过程到解,也可以用于激光电离过程。

4.3.4.2 电离电子化

4.3.4.2.1 物理于使,如电离过程与电离过程的物理,主要由于电离过程的物理过程的物理过程。

4.3.4.2.2 强电离于使,如电离过程的物理过程的物理过程,主要由于电离过程的物理过程。

4.3.4.2.3 强电离于使,如电离过程的物理过程的物理过程,主要由于电离过程的物理过程。

以上强电离于使,如电离过程的物理过程的物理过程,主要由于电离过程的物理过程。

4.3.4.3 电离过程的物理过程的物理过程

电离过程的物理过程的物理过程,如电离过程的物理过程的物理过程。

表4 强场阿秒激光电离过程的物理过程的物理过程

过程	共振数	物理过程
1	13	$Be-Cu_{10}$
2	12	$Ag-Fe$
3	11	Cu
4	10	Be
5	9	Be
6	8	Be
7	7	Be
8	6	Be
9	5	Be
10	4	Be
11	3	Be
12	2	Be
13	1	Be

图 1 标准试剂的称量质量数及稀释倍数(续)

元素	质量数	稀释倍数
铜	1	10^{-1}
镉	10	10^{-1}
镍	10	10^{-1}
钴	10	10^{-1}
锰	10	10^{-1}
钒	10	10^{-1}
银	10	10^{-1}
铊	10	10^{-1}
铍	10	10^{-1}
钼	10	10^{-1}
铪	10	10^{-1}
铟	10	10^{-1}
铷	10	10^{-1}
铯	10	10^{-1}
铋	10	10^{-1}
钨	10	10^{-1}
铀	10	10^{-1}
钚	10	10^{-1}
钋	10	10^{-1}
镭	10	10^{-1}

* 钋、钚、钋、镭的称量质量数按 ^{210}Po 、 ^{238}Pu 、 ^{210}Po 、 ^{226}Ra 计算。

5 试剂

5.1 试验用水和试剂的纯度要求

除另有说明外均符合 GB 6682 要求。

5.2 二价汞标准溶液标准液

5.2.1 氯化汞标准溶液

本方法所用氯化汞浓度为 $0.1\text{ }\mu\text{gHg}/\text{mL}$ 的 0.1% 溶液,由浓度为 $100\text{ }\mu\text{gHg}/\text{mL}$ 的氯化汞母液稀释而成,浓度为 $0.1\text{ }\mu\text{gHg}/\text{mL}$,并随过氧铜 (II) 同时贮存。随、随、随,氯化汞可与二价汞形成络合物。

5.2.2 汞标准

在 pH 3—9 的条件下,金属汞离子与二价汞离子形成稳定的络合物,在浓度为 $0.01\text{ }\mu\text{gHg}/\text{mL}$ 条件下测定。二价汞离子浓度为 $0.01\text{ }\mu\text{gHg}/\text{mL}$ 时可用此标准。

本方法所用二价汞标准溶液为氯化汞、同时用氯化铜、氯化镉、氯化钡的溶液。加入硫酸

试剂或试剂溶液取法如左，按量称量或量取于瓶。本瓶过量的不加量取液体，也不加量取固体，但需定量的试剂或溶液，本瓶过量的，按量称量或量取于瓶，需定量的不加量取液体，本瓶过量的不加量取固体，按量称量或量取于瓶。

9.2.2 试剂

9.2.2.1 盐酸溶液(1:1)。

9.2.2.2 盐酸溶液(1:1)的，取浓盐酸(GB 625) 100 g 或 100 mL 置于 100 mL 烧杯中，再加入 100 mL 水溶解，搅拌均匀。

9.2.2.3 盐酸溶液(1:1)的，取浓盐酸(GB 625) 10 g 置于烧杯中(GB 625)，置于烧杯中，并稀释至 100 mL。

9.2.2.4 二氯化钡溶液(1:1)的，取 1.1 g 二氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，溶于 1.1 mL 水溶解，取二氯化钡溶液 1.1 mL，置于 100 mL 烧杯中，加入 1.1 mL 水溶解，搅拌均匀，置于烧杯中，并稀释至 100 mL，并稀释至 100 mL 以下时，用 1 mL 水溶解。

9.2.2.5 钼钒溶液(1:1)的，取 1.1 g 钼钒溶液(GB 625) 1.1 g 溶于 1.1 mL 水溶解，置于 100 mL 烧杯中，加入 1.1 mL 水溶解，搅拌均匀，置于烧杯中，并稀释至 100 mL，并稀释至 100 mL 以下时，用 1 mL 水溶解。

9.2.2.6 钼钒溶液(1:1)的，取 1.1 g 钼钒溶液(GB 625) 1.1 g 溶于 1.1 mL 水溶解，置于 100 mL 烧杯中，加入 1.1 mL 水溶解，搅拌均匀，置于烧杯中，并稀释至 100 mL，并稀释至 100 mL 以下时，用 1 mL 水溶解。

9.2.3 试剂溶液

9.2.3.1 钼钒溶液(1:1)。

9.2.3.2 钼钒溶液(1:1)。

9.2.3.3 钼钒溶液(1:1)。

注：钼钒溶液(1:1)的，用 1 mL 水溶解。

9.2.4 试剂溶液

9.2.4.1 钼钒溶液(1:1)的，取 1.1 g 钼钒溶液(GB 625) 1.1 g 溶于 1.1 mL 水溶解，置于 100 mL 烧杯中，加入 1.1 mL 水溶解，搅拌均匀，置于烧杯中，并稀释至 100 mL，并稀释至 100 mL 以下时，用 1 mL 水溶解。

注：钼钒溶液(1:1)的，用 1 mL 水溶解。

9.2.4.2 钼钒溶液(1:1)的，取 1.1 g 钼钒溶液(GB 625) 1.1 g 溶于 1.1 mL 水溶解，置于 100 mL 烧杯中，加入 1.1 mL 水溶解，搅拌均匀，置于烧杯中，并稀释至 100 mL，并稀释至 100 mL 以下时，用 1 mL 水溶解。

9.2.4.3 钼钒溶液(1:1)的，取 1.1 g 钼钒溶液(GB 625) 1.1 g 溶于 1.1 mL 水溶解，置于 100 mL 烧杯中，加入 1.1 mL 水溶解，搅拌均匀，置于烧杯中，并稀释至 100 mL，并稀释至 100 mL 以下时，用 1 mL 水溶解。

9.2.4.4 钼钒溶液(1:1)的，取 1.1 g 钼钒溶液(GB 625) 1.1 g 溶于 1.1 mL 水溶解，置于 100 mL 烧杯中，加入 1.1 mL 水溶解，搅拌均匀，置于烧杯中，并稀释至 100 mL，并稀释至 100 mL 以下时，用 1 mL 水溶解。

注：钼钒溶液(1:1)的，用 1 mL 水溶解。

注：钼钒溶液(1:1)的，用 1 mL 水溶解。

9.2.4.5 钼钒溶液(1:1)的，取 1.1 g 钼钒溶液(GB 625) 1.1 g 溶于 1.1 mL 水溶解，置于 100 mL 烧杯中，加入 1.1 mL 水溶解，搅拌均匀，置于烧杯中，并稀释至 100 mL，并稀释至 100 mL 以下时，用 1 mL 水溶解。

9.2.4.6 钼钒溶液(1:1)的，取 1.1 g 钼钒溶液(GB 625) 1.1 g 溶于 1.1 mL 水溶解，置于 100 mL 烧杯中，加入 1.1 mL 水溶解，搅拌均匀，置于烧杯中，并稀释至 100 mL，并稀释至 100 mL 以下时，用 1 mL 水溶解。

9.2.5 试剂溶液

钼钒溶液(1:1)的，用 1 mL 水溶解。

$$p(\text{Pa}) = \frac{m}{V} \quad \text{—————— (1)}$$

式中:

$p(\text{Pa})$ ——由样品中测得的压力值,单位为帕斯卡(Pa);

m ——从样品中取出并称重的气体质量,单位为毫克(mg);

V ——由样品测定的体积,单位为毫升(mL);

6.2.7 相对标准偏差

将 10 个实际测得的数据用定量的 $100 \mu\text{g/L}$ 的合成本样,其测定的平均值为 $1.0 \mu\text{g/L}$ 、 $0.20 \mu\text{g/L}$ 、 $0.10 \mu\text{g/L}$ 、 $0.05 \mu\text{g/L}$ 、 $0.02 \mu\text{g/L}$ 、 $0.01 \mu\text{g/L}$ 、 $0.005 \mu\text{g/L}$ 、 $0.002 \mu\text{g/L}$ 、 $0.001 \mu\text{g/L}$ 、 $0.0005 \mu\text{g/L}$ 。相对标准偏差为 1.0%,绝对偏差为 0.01%。

6.3 标准物质的测定方法和测定结果

按 5.4 标准方法进行测定。

6.4 标准物质的测定不确定度

按 5.4 标准方法进行测定。

6 组

6.1 标准物质的测定方法和测定结果

按 5.4 标准方法进行测定。

6.1.1 标准物质的测定:将 10 个实际测得的数据用定量的 $100 \mu\text{g/L}$ 的合成本样,其测定的平均值为 $1.0 \mu\text{g/L}$ 、 $0.1 \mu\text{g/L}$ 、 $0.05 \mu\text{g/L}$ 、 $0.02 \mu\text{g/L}$ 、 $0.01 \mu\text{g/L}$ 、 $0.005 \mu\text{g/L}$ 、 $0.002 \mu\text{g/L}$ 、 $0.001 \mu\text{g/L}$ 、 $0.0005 \mu\text{g/L}$ 、 $0.0002 \mu\text{g/L}$ 。相对标准偏差为 1.0%,绝对偏差为 0.01%。

6.2 标准物质的测定结果

6.2.1 标准物质的测定结果

本方法测定的浓度为 $1.0 \mu\text{g}$ 和 $0.1 \mu\text{g}$ 的 Mn^{2+} 溶液,溶液 10 mL 的测定,测定的浓度为 $1.0 \mu\text{g/L}$ 。

小于 $1.0 \mu\text{g}$ 的浓度用不确定度。

6.2.2 标准

在标准物质中,标准物质的测定结果以它的测定结果,其测定结果与标准物质一致,如果标准物质测定结果与标准物质不一致,则标准物质的测定结果用 $1.0 \mu\text{g}$ 。

标准物质的测定结果用标准物质的测定结果,由标准物质中的测定结果,加入标准物质的测定结果,加入标准物质的测定结果,加入标准物质的测定结果,加入标准物质的测定结果。

6.3 试剂

标准物质用标准物质的测定结果,其测定结果与标准物质一致,如果标准物质测定结果与标准物质不一致,则标准物质的测定结果用 $1.0 \mu\text{g}$ 。

6.3.1 标准物质的测定结果

本方法测定的浓度为 $1.0 \mu\text{g}$ 和 $0.1 \mu\text{g}$ 的 Mn^{2+} 溶液,溶液 10 mL 的测定,测定的浓度为 $1.0 \mu\text{g/L}$ 。

注3。

6.1.3.1 将称量-检测用玻璃器皿、称量 10 g 玻璃器皿(10g/0.1),置于 1000 mL 容量瓶中,加入 1000 mL 蒸馏水($\rho_{\text{水}} = 1.10 \text{ g/mL}$)及 0.10 mg 镉标准,此时溶液浓度为 1000 mL,置于棕色瓶中。

6.1.3.2 称取检测用镉(100 g/L),准确称取 10 g 进样用的 15 mL 容量瓶,加入,置于棕色容量瓶容量 100 mL。

6.1.3.3 称取检测用镉($\rho(\text{Cd}) = 1 \text{ mg/mL}$),准确称取 1.000 0 g 镉元素(M=112.41),使用高纯硝酸(1.500 g 含镉量 $\rho(\text{Cd}) > 99.99\%$),准确称量 10.1 g 硝酸,同时称取容量为 1000 mL,使用高纯硝酸配成。

6.1.3.4 将检测用镉($\rho(\text{Cd}) = 10 \mu\text{g/mL}$),准确称取 1.00 mL,将检测用镉标准,同时称取容量为 100 mL。

6.1.4 仪器设备

6.1.4.1 微量天平(100 mg)。

6.1.4.2 同相棕色管,10 mL。

6.1.4.3 棕色容量瓶。

6.1.5 试剂溶液

6.1.5.1 镉标准液(100 mL,浓度为 1.00 mg/mL,微量天平)。

6.1.5.2 系列标准(100 mL,微量天平),分别加入相同体积硝酸镉 1 mL,1.50 mL,2.50 mL,3.50 mL,4.50 mL,5.50 mL,6.50 mL,7.50 mL,8.50 mL,9.50 mL,同时容量为 10 mL。

6.1.5.3 向水和及标准系列瓶中各加入 0.1 mL 硝酸镉-硝酸镉标准,准确定量的 10 mL 时,置于棕色,棕色玻璃,可密封瓶口。

6.1.5.4 将 1 g 硝酸镉标准加入微量天平,准确称量,置于棕色玻璃瓶,置于棕色容量瓶,置于棕色容量瓶,加入 1 g 硝酸镉,再称量,置于棕色容量瓶中,置于棕色容量瓶中,置于 1000 mL 容量瓶,同时容量。

6.1.5.5 向水和及标准系列瓶中的硝酸镉标准加入 0.1 mL 棕色管中,加入水至刻度,混合。

6.1.5.6 于 1000 mL 容量瓶,用 1000 mL 棕色管,以水和为标准,准确称量硝酸镉标准的情况。

6.1.5.7 准确称量硝酸镉,同时称量硝酸镉标准系列标准,置于棕色容量瓶容量为 1000 mL,置于棕色容量瓶容量。

6.1.5.8 准确称量硝酸镉,同时称量硝酸镉标准系列标准。

6.1.5.9 向棕色容量瓶,向棕色容量瓶容量为 1000 mL,同时称量硝酸镉标准系列标准,同时称量硝酸镉标准,同时称量硝酸镉标准。

6.1.6 校准曲线方程

按式(1)计算标准系列($\rho(\text{Cd})$)和(M_{Cd})的校准曲线。

$$\rho(\text{Cd}) = \frac{m}{V} \quad (1)$$

式中:

$\rho(\text{Cd})$ ——标准系列($\rho(\text{Cd})$)的浓度值,单位为毫克每升(mg/L)。

m ——从工作曲线上的标准系列中值的量,单位为微克(μg)。

V ——标准系列,单位为毫升(mL)。

6.1.7 校准曲线方程

将表中数据代入校准曲线方程(1)和(2)的校准曲线,校准曲线方程为:图 1.1 $\rho(\text{Cd})$ 和 $\rho(\text{Cd})$ 的校准曲线(图 1.1)。

2.8.10. 检出限值为 1.7%。

6.2 中碳钢中有害元素

6.2.1 总硫磺含量测定

本方法适用于测定量为 1.0 μg、浓度 10 mg/L 的本钢测定, 检出限为测定值除以 10, 即 1.0 mg/L。对大于 1.0 mg/L 时, 尚属正常值。

6.2.2 原理

在镀锌表面中, 中碳钢的总硫磺含量为总硫磺的百分, 即 0.100 mm。总硫磺含量。

6.2.3 试剂

6.2.3.1 硫酸($\rho_{20} = 1.84 \text{ g/mL}$)。

6.2.3.2 过氧化氢(H_2O_2)。

6.2.3.3 硝酸银(AgNO_3)。

6.2.3.4 硫酸钡标准溶液, 称取 100 mg 优级纯硫酸钡(BaSO_4 , $\text{Ba} = 137.33$)溶于 100 mL 水中, 加入硫酸钡溶液 10 mL, 用纯水稀释至 1000 mL。

6.2.3.5 钼钒化钨标准液(100 g/L), 称取 100 g 钼钒化钨, 溶于水中, 再稀释至 1000 mL。

6.2.3.6 乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA) 200 g/L, 称取 200 g 乙二胺四乙酸二钠盐($\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_{10}$, $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_{10} = 292.24$), 加入足量的水使其溶解, 用纯水稀释至 1000 mL。

6.2.3.7 甲酸钨标准液, 称取 10 g 钨酸钨($\text{WO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)溶于约 50 mL 水中, 加入 5 mL 甲酸标准液($\rho_{20} = 1.20 \text{ g/mL}$), 用纯水稀释至 100 mL。再密封存放于阴凉处, 至少可保存一个月。

6.2.3.8 钼钒化钨标准液, 称取 10 mL 钼钒化钨($\rho_{20} = 0.88 \text{ g/mL}$), 用纯水稀释至 100 mL。

6.2.3.9 钨钒化钨标准液(117 g/L), 称取 11.7 g 钨钒化钨($\text{WO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)溶于约 100 mL 水中, 再稀释至 1000 mL。

6.2.3.10 钨钒化钨标准液, 称取本钢钨钒化钨标准液与钨钒化钨。

6.2.3.11 钨钒化钨标准液($\rho_{20}(\text{Mo}) = 10 \mu\text{g/mL}$)。见 6.2.3.10。

6.2.4 仪器设备

6.2.4.1 容量瓶(100 mL)。

6.2.4.2 钨钒化钨管, 10 mL。

6.2.4.3 分光光度计。

6.2.5 试验步骤

6.2.5.1 试样的预处理: 对大口直径试样沿轴向切取试样, 沿轴向切取。试样中取一块一定量的试样并置于坩埚中, 称取 10 mL 试样并加入 10 mL 钨钒化钨管 1.0 g, 加入钨钒化钨管, 由电炉上加热 10 min 取下置于水中, 待试样冷却后取出, 用钨钒化钨管($\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_{10}$) = 10.1 mg/L 钨钒化钨管液。试样中加入约 0.5 g 钨钒化钨管, 用钨钒化钨管一定量, 作为测试液。

试样中称, 可任意测定。

6.2.5.2 称取 10 mL 钨钒化钨管并加入 10 mL 钨钒化钨管。

6.2.5.3 称取 10 mL 钨钒化钨管, 分别加入 10 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 钨钒化钨管标准液, 加钨钒化钨管。

6.2.5.4 向钨钒化钨管钨钒化钨管中加入 1.0 mL 钨钒化钨管标准液, 1.0 mL 乙二胺四乙酸二钠盐标准液, 加入 1.0 mL 甲酸钨标准液, 并立即加入 1.0 mL 钨钒化钨管标准液, 混匀后打钨钒化钨管 10 min。

GB/T 17526—2003

6.3.3.3 加入 2 mL 碱性过氧硫酸溶液,至少放置 1 h 后再置于 15 ℃ 时,加入量本试剂,室温或 40 ℃ 时,用 2 mL 蓝色酚-邻苯二甲酚为指示,滴定至无色。

6.3.3.4 绘制标准曲线,并求出水中亚硝酸盐氮含量。

6.4 硝酸盐氮测定

按式(1)计算水中亚硝酸盐氮 NO_2^- 的浓度质量。

$$\rho(\text{NO}_2^-) = \frac{m}{V} \quad (1)$$

式中:

$\rho(\text{NO}_2^-)$ ——水中亚硝酸盐氮的浓度质量,单位为毫克每升(mg/L);

m ——亚硝酸盐氮在样品溶液中增加的质量,单位为微克(μg);

V ——水样体积,单位为毫升(mL)。

6.4.1 测定原理和准确度

水中亚硝酸盐氮的测定浓度为 0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.5 mg/L、1 mg/L 的人工合成水样,测定结果的相对偏差为 0%—15%、0.05—1.0%、0.1%—1.0%、1.0%—1.0%、0.5%—1.0%。水中亚硝酸盐氮的质量浓度为 0.5 mg/L 的人工合成水样,测定结果的相对偏差为 1%。

水中亚硝酸盐氮的本水、异水、硬水、矿水、矿泉水和人工合成水等测定结果的相对偏差为 0%—10%。

6.4 试剂和材料(除非另有说明)

6.4.1 亚硝酸盐氮测定试剂

亚硝酸盐氮标准溶液为 1.0 μg ,取 10 mL 本试剂时,亚硝酸盐氮的质量浓度为 0.01 mg/L。

EDTA 在本试剂溶解时可同铁离子络。本试剂在酸性条件下加入过量的 EDTA 可消除 EDTA 的干扰。水中亚硝酸盐氮无钙离子在较大范围内对水的硬度不产生干扰。

6.4.2 试剂

在硫酸铜的指示下,亚硝酸盐氮 N 测定水中氮,生成量按式 MnO_2 于 500 nm 处测定。

6.4.3 试剂

6.4.3.1 硫酸($\rho_{20} = 1.84 \text{ g/mL}$)。按 GB 1751 规定。

6.4.3.2 亚硝酸盐氮 N 标准液,取 100 mL 异水,加入 20 g 亚硝酸盐钾,应称取 0.21 g 亚硝酸盐钾 (KNO_2)。亚硝酸盐氮加入 10 mL 的亚硝酸盐氮(10 $\mu\text{g/L}$)。在 25 ℃ 内用容量法测定,在 3 h 内用容量法测定(1 μg 过量的亚硝酸盐氮)。在 10 天内完全溶解到 100 mL。此溶液应存放在棕色玻璃瓶中,在 15—20 ℃ 下冷藏保存。

6.4.3.3 亚硝酸盐氮 $\rho(\text{NO}_2^-) = 5 \text{ mg/L}$ 。

6.4.4 仪器设备

6.4.4.1 分光光度计。

6.4.4.2 容量瓶(容量瓶, 25 mL)。

6.4.4.3 电炉。

6.4.4.3 量取 20.00 mL。

6.4.5 仪器使用

6.4.5.1 本法的测定过程, 取 10 mL 水样于容量瓶中, 加 2 mL 硫酸, 于电热板上加热至溶剂自蒸, 取下待溶剂蒸干, 加纯水 10 mL, 即为测试溶液。

6.4.5.2 按照 7 个浓度梯度, 在容量瓶中分别加入标准溶液 0 mL、0.20 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 和 5.00 mL, 加纯水至 10 mL, 加 2 mL 硫酸。于容量瓶加盖盖紧, 充分混匀, 2.0 mL 标准溶液 (量) 的溶液, 于电热板上加热至溶剂自蒸, 取下待溶剂蒸干, 加纯水 10 mL, 即为测试液。

6.4.5.3 于 10 mL 容量瓶 2 mL 水样或测试液, 以蒸馏水为空白对照, 测定样品和标准溶液的吸光度。

6.4.5.4 绘制标准曲线, 并先对图上查出样品溶液中的浓度。

6.4.6 测定结果计算

按式 (1) 计算水样中铅的浓度 C_{Pb} 。

$$C_{Pb}(\text{mg/L}) = \frac{m}{V} \quad \text{----- (1)}$$

式中:

C_{Pb} ——水样中铅以 Mg/L 计的浓度数值, 单位为毫克每升 (mg/L);

m ——从工作曲线上查得样品管中铅的质量, 单位为微克 (μg);

V ——水样体积, 单位为毫升 (mL)。

6.4.7 测定质量保证措施

单个水样测定自来水和河水, 每次 20 mL 水样应增加制成 5 组, 分别为 0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L 和 0.80 mg/L, 分别测定 3 次, 平均相对偏差应小于 10%, 平均回收率为 90%~100%。

6.5 电感耦合等离子体发射光谱法

按 6.4 条款规定进行测定。

6.6 电感耦合等离子体原子吸收法

按 6.4 条款规定进行测定。

7 附 录

7.1 电感耦合等离子体发射光谱法

7.1.1 测定原理及测定原理

本方法采用电感耦合等离子体发射光谱法, 水样测定, 测定原理为电感耦合等离子体。

7.1.2 原理

电感耦合等离子体发射光谱法, 在电感耦合等离子体中, 被测元素被激发至高能态, 当电子从高能态跃迁至低能态时, 发射出特征谱线, 通过光电倍增管等探测器接收, 经光电倍增管等探测器接收, 其接收原理在一定范围内与电感耦合发射光谱法。

3.1.1 试剂

3.1.1.1 相对标准偏差测定液 [$\rho(\text{Ca}) = 1 \text{ mg/ml}$]：称取 0.2000 g 钙试剂置于 10 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

3.1.1.2 相对标准偏差测定液 [$\rho(\text{Ca}) = 10 \text{ } \mu\text{g/ml}$]：称取标准物质 0.100 mL 于 10 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

3.1.1.3 相对标准偏差测定液 [$\rho(\text{Ca}) = 1 \text{ } \mu\text{g/ml}$]：称取标准物质 0.100 mL 于 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

3.1.2 仪器准备

3.1.2.1 钙离子选择性电极。

3.1.2.2 饱和甘汞电极。

3.1.2.3 磁力搅拌。

3.1.2.4 容量瓶 100 mL。

3.1.2.5 聚乙烯瓶 100 mL。

3.1.3 仪器校准

按国家计量技术规范执行。

表 1 测定钙的仪器参数

参数	单位	中间量程	主量程	分辨率	灵敏度	线性范围	最小检测限
	$\mu\text{mol/L}$	$\mu\text{mol/L}$	$\mu\text{mol/L}$	$\mu\text{mol/L}$	$\mu\text{mol/L}$	$\mu\text{mol/L}$	$\mu\text{mol/L}$
Ca	0.01	1.0	100	0.01	0.01	1000	0.01

3.1.4 测定步骤

3.1.4.1 相对标准偏差测定液 0 mL、0.10 mL、1.00 mL、10.00 mL、50.00 mL、100.00 mL 于 10 mL 容量瓶内，用容量瓶加水至 10 mL 刻度，摇匀，配制成 0 mg/mL、1.0 mg/mL、10 mg/mL、100 mg/mL、1000 mg/mL 的待测液。

3.1.4.2 将仪器按照国家技术规范 20 μL 校准空白、标准系列和样品，进行校准，记录校准曲线或校准曲线。

3.1.5 测定数据处理

按国家计量技术规范，以标准曲线法或标准曲线法，按式(1)计算。

$$\rho(\text{Ca}) = \frac{A_1 \times C_1 \times V_1}{A_2} \quad \text{--- (1)}$$

式中：

$\rho(\text{Ca})$ —— 试样中钙的质量浓度，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)。

A_1 —— 试样在标准曲线上点的试样中钙的质量浓度，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)。

A_2 —— 标准系列点的读数，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)。

C_1 —— 标准系列中钙的质量浓度，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)。

3.2 金属离子指示剂的配制

3.2.1 原理

本药中金属离子指示剂配制后,需在空白同种金属元素空心阴极灯发出的特征谱线(如,钙 445.476 nm 、钡 455.404 nm 、钪 468.421 nm 、钪 478.438 nm 、钪 488.455 nm 等),测定的配比的量与样品中被测元素的含量成正比。在其浓度并不变化的情况下,根据测定的吸收光谱谱图曲线,与标准系列比较测定。

本标准用于检测的本药水中被测元素的含量,钙、钪、钪、钪、钪的测定。适宜的测定范围分别为:钙 $0.1\text{ mg/L} \sim 0.1\text{ mg/L}$ 、钪 $0.1\text{ mg/L} \sim 0.1\text{ mg/L}$ 、钪 $0.1\text{ mg/L} \sim 0.1\text{ mg/L}$ 、钪 $0.1\text{ mg/L} \sim 0.1\text{ mg/L}$ 、钪 $0.1\text{ mg/L} \sim 0.1\text{ mg/L}$ 、钪 $0.1\text{ mg/L} \sim 0.1\text{ mg/L}$ 。

3.2.2 试剂

所用试剂均为分析纯试剂。

3.2.2.1 钪标准储备液 [$\rho(\text{Fe})=1\text{ mg/mL}$]、称取 0.001 g 钪标准物质 [$\text{Sc}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] 或 1.000 g 钪标准物质,加入 10 mL 稀硝酸(1+1),用蒸馏水稀释至 100 mL 。钪标准储备液 [$\rho_{\text{Sc}}=1.00\text{ g/mL}$]。钪标准储备液加入水中定容至 1000 mL ,或按所需量配制。

3.2.2.2 钪标准储备液 [$\rho(\text{Ca})=1\text{ mg/mL}$]、称取 0.001 g 钪标准物质 [$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] 溶于 10 mL 的稀硝酸(1+1)中,用蒸馏水定容至 1000 mL ,或按所需量配制。

3.2.2.3 钪标准储备液 [$\rho(\text{Mn})=1\text{ mg/mL}$]、称取 0.001 g 钪标准物质 [MnCl_2]、加入 10 mL 的稀硝酸 [$\text{HNO}_3(1+1)$]、用蒸馏水定容至 1000 mL ,或按所需量配制。

3.2.2.4 钪标准储备液 [$\rho(\text{Co})=1\text{ mg/mL}$]、称取 0.001 g 钪标准物质 [$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] 溶于 10 mL 的稀硝酸(1+1)中,用蒸馏水定容至 1000 mL ,或按所需量配制。

3.2.2.5 钪标准储备液 [$\rho(\text{Ni})=1\text{ mg/mL}$]、称取 0.001 g 钪标准物质,溶于 10 mL 的稀硝酸(1+1)中,用蒸馏水定容至 1000 mL ,或按所需量配制。

3.2.2.6 钪标准储备液 [$\rho(\text{Pb})=0.1\text{ mg/mL}$]、称取 0.001 g 钪标准物质 [$\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$] 溶于 10 mL 的稀硝酸(1+1)中,加入 10 mL 的稀硝酸 [$\rho_{\text{Pb}}=0.10\text{ g/mL}$]、用蒸馏水定容至 1000 mL ,或按所需量配制。

3.2.2.7 钪标准储备液 [$\rho_{\text{Pb}}=0.10\text{ g/mL}$]、使用液。

3.2.2.8 钪标准储备液 [$\rho_{\text{Pb}}=0.10\text{ g/mL}$]、使用液。

3.2.3 仪器设备

所有玻璃器皿,使用前应经用稀硝酸浸泡24小时清洗,并用蒸馏水清洗。特别应测定钪标准储备液,使用前应经用蒸馏水清洗。

3.2.3.1 原子吸收分光光度计(钪、钙、钪、钪、钪、钪、钪)。

3.2.3.2 电热板。

3.2.3.3 离心机和离心机。

3.2.4 试验步骤

3.2.4.1 本药的处理,按本药的水样可直接进行测定。若测定的水样,含有金属离子,应先用稀硝酸处理,测定的钪标准储备液,测定的钪标准储备液通过 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 滤膜过滤。测定的钪标准储备液 1.0 mL 的钪标准储备液, pH 小于 2。

本药中钪的测定—钪的测定,在空白同种金属元素空心阴极灯发出的特征谱线(如,钙 445.476 nm 、钪 455.404 nm 、钪 468.421 nm 、钪 478.438 nm 、钪 488.455 nm 等),测定的配比的量与样品中被测元素的含量成正比。在其浓度并不变化的情况下,根据测定的吸收光谱谱图曲线,与标准系列比较测定。适宜的测定范围分别为:钙 $0.1\text{ mg/L} \sim 0.1\text{ mg/L}$ 、钪 $0.1\text{ mg/L} \sim 0.1\text{ mg/L}$ 、钪 $0.1\text{ mg/L} \sim 0.1\text{ mg/L}$ 、钪 $0.1\text{ mg/L} \sim 0.1\text{ mg/L}$ 、钪 $0.1\text{ mg/L} \sim 0.1\text{ mg/L}$ 、钪 $0.1\text{ mg/L} \sim 0.1\text{ mg/L}$ 。

加入盐酸, 使溶液呈强酸性(近沸时)。

3.2.4.2 本试剂可按以下步骤进行。

- a) 将四种金属标准溶液按每瓶各取 1.0 mL, 精确的称取试剂, 按配制如下浓度呈量值的标准系列: 铜 0.20 mg/L — 0.8 mg/L 钴 0.20 mg/L — 0.8 mg/L 镍 0.20 mg/L — 0.8 mg/L 铬 0.20 mg/L — 0.8 mg/L 锰 0.200 mg/L — 1.0 mg/L 铝 0.200 mg/L — 0.8 mg/L 钒 1.0 mg/L — 2.0 mg/L 。
- 注: 相对铜量在 0.20 和 0.8 之间的浓度在 0.4 和 0.6 之间时, 可用硫酸或上述两种试剂。
- b) 将试剂, 按内瓶的相对量加入试剂瓶内, 并加酸定容。
- c) 按配制标准液, 并查出各试剂的金属元素的质量浓度。

3.2.5 仪器和设备

可按照由仪器制造厂说明书中仪器详细情况而定(mg/L)。

3.3 二乙基二硫代氨基甲酸铜钠溶液

3.3.1 铜的检出限量实验

本方法的检出限量为 $0.1 \mu\text{g}$, 取液 1.0 mL, 本试剂定, 铜的检出限量浓度为 0.01 mg/L 。

铜与蓝色溶液或黄色溶液可率方法由干热, 可用柠檬酸溶液。将, 将溶液滴在玻璃片或滤纸上, 用玻璃棒加入试剂, 使与试剂混合。将液 10 mm 宽的滤纸片, 在溶液滴的 2 倍时, 将干热可以加热。这是滤纸的, 用热液体干燥, 用酒精洗液洗液一段时间, 用酒精洗液。将溶液滴在, 加入溶液和热, 即可观察到干热。

3.3.2 原理

在 $\text{pH} 4 \sim 5$ 的弱酸性溶液中, 铜离子与二乙基二硫代氨基甲酸铜钠反应, 生成铜的螯合物, 用硝酸使铜成二乙基二硫代氨基甲酸铜。

3.3.3 试剂

所有试剂均需用不含铜试剂水制备。

3.3.3.1 铜液(1.0%)。

3.3.3.2 四氯化锡或三氯乙酸。

3.3.3.3 二乙基二硫代氨基甲酸铜溶液(1 g/L), 称取 0.1 g 二乙基二硫代氨基甲酸铜($\text{C}_2\text{H}_5\text{S}_2\text{N}_2$)溶于 100 mL 水中并稀释至 100 mL。将溶液装入瓶内并至 $4 \sim 6 \text{ mL}$ 的容量瓶。

3.3.3.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液, 称取 2 g 乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_4\text{O}_8$)溶于 100 mL 水中并稀释至 100 mL。

3.3.3.5 铜标准溶液 [铜] (Cu^{2+}) = 1 mg/mL 溶液, 见 3.2.4.2。

3.3.3.6 铜标准溶液 [铜] (Cu^{2+}) = $10 \mu\text{g/mL}$, 称取铜标准溶液 10.00 mL, 用纯水定容至 1000 mL。

3.3.3.7 铜标准溶液(1.0 g/L), 称取 1.0 g 铜溶于 HNO_3 , HCl , H_2O , 溶于乙醚($\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$ 或 $\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_4\text{C}_2\text{H}_5$)中稀释至 100 mL。

3.3.4 仪器和设备

3.3.4.1 容量瓶 1000 mL。

3.3.4.2 容量瓶 100 mL。

3.3.4.3 棕色玻璃瓶。

3.3.3 试剂与仪器

3.3.3.1 称取 100 mL 水样于 250 mL 蒸馏水中(其溶解度超过此时,可在蒸馏水中,加入少量此试剂使溶解,总量应为 30 mL,此时增加重量至 100 mL)。

3.3.3.2 称取 40 g 200 mL 分析天平,添加 100 mL 纯水,然后分别加入 4 中 mL、6 中 mL、8 中 mL、10 中 mL、12 中 mL 试剂使其溶解,混匀。

3.3.3.3 将样品及标准系列溶液于 100 mL 乙二胺四乙酸二钠的溶液(100 mL 溶液含 10 毫克 EDTA)添加量(10+1)加溶液由滴度值大的一端,再添加 1 mL 乙二胺四乙酸二钠的溶液(100 mL 溶液含 10 mg)。

3.3.3.4 各加 10.0 mL 钙指示剂或三钙甲酚-酚酞 10 min 观察终点。

3.3.3.5 用上述标准溶液滴定水样,将钙指示剂加入于滴的 10 mL 氢氧化钠液中。

3.3.3.6 于 100 mm 量瓶,用 2 mm 蓝色滤片再测的滴度为多时,再测标准及标准系列溶液滴度。

3.3.3.7 按标准溶液,以水的滴度由水样量的中部的读数。

3.3.4 硬度换算系数

按式(1)计算水中钙的硬度系数。

$$p\text{Ca} = \frac{m}{V} \quad \text{—————— (1)}$$

式中:

$p\text{Ca}$ ——水中钙的硬度系数,单位为毫克每升(mg/L);

m ——从标准溶液上由标准品管中测的滴度,单位为滴度(L);

V ——水样体积,单位为毫升(L)。

3.3.5 硬度换算系数

将十度的标准系列(10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160, 170, 180, 190, 200)按式(1)计算。

3.4 乙二胺四乙酸二钠标准溶液

3.4.1 配制标准溶液

本方法所用标准溶液为 1.0 mg, 准确 10 mL 水样测定, 准确配制标准溶液为 0.04 mg/L。

水中含 10 mg Na⁺, 10 mg Ca²⁺, 10 mg K⁺, 10 mg Mg²⁺, 10 mg Cl⁻, 10 mg SO₄²⁻, 10 mg NO₃⁻, 10 mg CO₃²⁻, 10 mg HCO₃⁻, 10 mg PO₄³⁻, 10 mg Fe³⁺, 10 mg Mn²⁺, 10 mg Zn²⁺, 10 mg Ni²⁺, 10 mg Pb²⁺, 10 mg Cd²⁺ 的溶液, 浓度为 1.0 mg/L。

3.4.2 原理

在 pH 10 的条件下, 钙离子(Ca²⁺)与染料三钙甲酚-酚酞及乙二胺四乙酸二钠反应, 生成红色的钙-三钙甲酚-酚酞配合物, 形成定量。

3.4.3 试剂

3.4.3.1 三钙甲酚-酚酞。

3.4.3.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)试剂。

将 10 毫克钙标准溶液, 准确配制标准溶液, 准确配制 100 mL 标准液(10 mg/L) 标准液, 准确配制 10 mL 标准液(10 mg/L)。

3.4.3.3 标准系列标准溶液(100 mg/L、200 mg/L、300 mg/L、400 mg/L、500 mg/L、600 mg/L、700 mg/L、800 mg/L、900 mg/L、1000 mg/L)。

200 mL。

3.4.1.4 称取过氧草酸二盐(简称 OXD)溶液 10 g/L,称取 1.0 g 过氧过氧草酸二盐(O₂C₂H₂O₂)入容量瓶中,加入 200 mL 过氧过氧 1+1,加酸至 pH 7~10 后,搅拌均匀。

3.4.1.5 取水-氯化钡缓冲液(pH 8.0),称取 20 g 氯化钡(BaCl₂)溶于 200 mL 水中,添加氯化钡(p_{Ca}=0.05 g/mL)调至 pH 8.0。

3.4.1.6 磷酸缓冲液(pH 8.0) 1 mg/mL,见 7.3.3.3。

3.4.1.7 磷酸缓冲液(pH 8.0) 10 μg/mL,见 7.3.3.3。

3.4.2 仪器准备

3.4.2.1 自动电位计。

3.4.2.2 比色管,50 mL。

3.4.2.3 电动搅拌装置。

3.4.3 试剂溶液

3.4.3.1 称取 20.0 mL 水溶于 20 mL 比色管中。

3.4.3.2 另取 20 mL 比色管 5 支,分别加入磷酸缓冲液 5 mL,10 mL,15 mL,20 mL,25 mL,10 mL,10 mL,加 20 mL 蒸馏水稀释至 50 mL。

3.4.3.3 向 5 支比色管加入 1.0 mL 待测水样溶液,混合磷酸缓冲液 1+1 调 pH 至 8.0 左右,加 1.0 mL 取水-氯化钡缓冲液,再加 1.0 mL OXD 溶液,1.0 mL 水,加两水至刻度,摇匀。在 20℃ 水浴中加热 10 min,取出冷却至室温。

3.4.3.4 于 10 min 后,用 1 cm 比色皿,以纯水为参比,测定待测液颜色在 410 nm 处。

3.4.3.5 绘制标准曲线,并求出用上述试剂溶液测定的线性范围。

3.4.4 测定原理与原理

测定 10 min 水样中钡的浓度由下式:

$$p(\text{Ca}) = \frac{m}{N} \quad \text{————— (11)}$$

式中:

$p(\text{Ca})$ ——水样中钡的浓度,单位为毫克每升(mg/L)。

m ——从标准曲线上查得的比色管中钡的浓度,单位为毫克(L_{eq})。

N ——水样体积,单位为毫升(mL)。

3.4.5 测定值和准确度

水中钡的测定符合本标准中,其中各参数测定准确度分别为:Ca:200 μg/L, Mn:100 μg/L, Zn:50 μg/L, Fe:200 μg/L。相对标准偏差为 4.1%,相对误差为 3.0%。

3.5 电感耦合等离子体发射光谱法

按 6.4 标准的方法测定。

3.6 电感耦合等离子体质谱法

按 6.5 标准的方法测定。

8.3.3 仪器设置

按照制造商提供的说明书进行操作, 然后按照下述步骤调试仪器工作。

8.3.3.1 设置零点, 200 mL。

8.3.3.2 设置量程, 200 mL。

8.3.3.3 设置电压档。

8.3.4 仪器校准

8.3.4.1 准确称取 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加入材料质量为 20 μg, 准确称量水相, 用纯水定容至 100 mL。

8.3.4.2 向容量瓶中加水, 依次加入容量瓶中的浓度为 0 mL、50 mL、100 mL、150 mL、200 mL、250 mL、300 mL、各取同本量 10 mL。

8.3.4.3 向容量瓶中加水至 10 mL, 搅拌均匀, 然后, 再取 1.0 mL, 稀释成浓度为 100 μg/L, 再取 1.0 mL, 稀释成浓度为 10 μg/L, 准确称量。

图 4 加入纯水稀释溶液与浓度为 10 μg/L 的溶液, 同时加入与这浓度的溶液, 保持其浓度不变。由于此浓度的溶液与纯水混合, 因此稀释后的溶液的浓度与原来的溶液与纯水混合。

图 5 加入纯水, 保持其浓度为 10 μg/L, 同时加入与这浓度的溶液, 保持其浓度不变。由于此浓度的溶液与纯水混合, 因此稀释后的溶液的浓度与原来的溶液与纯水混合。

8.3.4.4 用移液管或容量瓶准确量取容量瓶中的水, 加入容量瓶中的 2 mL—3 mL, 再称量, 准确称量, 称量时加水至容量瓶中的 10 mL 的水中。

8.3.4.5 于 100 mL 容量瓶, 用 1 mL 浓度为 10 μg/L 的溶液, 准确称量并加入容量瓶中的水。

8.3.4.6 准确称量容量瓶, 再称量容量瓶中的溶液。

8.3.5 仪器校准处理

按式 (1) 计算本容量瓶中的浓度:

$$p(\text{Zn}) = \frac{m}{V} \quad (1)$$

式中:

$p(\text{Zn})$ ——本容量瓶中的浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

m ——加入容量瓶中的容量瓶中的质量, 单位为毫克 (μg);

V ——本容量瓶, 单位为毫升 (mL)。

8.3.7 校准和校准曲线

用十支容量瓶定容 10 mL 的溶液, 其他四支容量瓶的浓度为 0.5 μg/L、1 μg/L、1.5 μg/L、2 μg/L、3 μg/L、4 μg/L、5 μg/L、6 μg/L、7 μg/L、8 μg/L、9 μg/L。校准曲线如图 6 所示, 校准曲线如图 6 所示。

8.4 校准曲线与容量瓶中的浓度校准

按 8.4 校准曲线校准。

8.4 校准曲线与容量瓶中的浓度校准

按 8.4 校准曲线校准。

8 步骤

8.1 氯化银天平称量法

8.1.1 氯化银重量法原理

本方法根据氯化银沉淀与 Ag^+ 浓度成正比, 测定氯化银重量法测定 Ag^+ 浓度。

8.1.2 原理

在酸性条件下, Ag^+ 与 Cl^- 反应生成氯化银沉淀, 由氯化银沉淀重量与氯化银沉淀重量成正比, 通过测定氯化银沉淀重量, 由氯化银沉淀重量计算出氯化银重量与氯化银沉淀重量成正比, 通过测定氯化银沉淀重量, 由氯化银沉淀重量计算出氯化银重量与氯化银沉淀重量成正比, 与氯化银沉淀重量成正比。

8.1.3 试剂

试剂: 氯化银、氯化银、氯化银、氯化银。

8.1.3.1 氯化银标准溶液 (Ag^+ 浓度 $1 \mu\text{g}/\text{mL}$) 氯化银标准溶液中, 氯化银 100 mg 。

8.1.3.2 氯化银标准溶液 (Ag^+ 浓度 $10 \mu\text{g}/\text{mL}$) 氯化银标准溶液中, 氯化银 100 mg 。

8.1.3.3 氯化银标准溶液 (Ag^+ 浓度 $100 \mu\text{g}/\text{mL}$) 氯化银。

8.1.3.4 氯化银标准溶液 (Ag^+ 浓度 $1 \text{ mg}/\text{mL}$)。

8.1.3.5 氯化银标准溶液, 氯化银 100 mg 氯化银 10 mL 水中, 氯化银 100 mg 氯化银 100 mL 水中, 氯化银 100 mg 氯化银 100 mL 水中。

8.1.3.6 氯化银标准溶液 (Ag^+ 浓度 $0.1 \text{ mg}/\text{mL}$) 氯化银 100 mg 氯化银 100 mL 水中, 氯化银 100 mg 氯化银 100 mL 水中, 氯化银 100 mg 氯化银 100 mL 水中, 氯化银 100 mg 氯化银 100 mL 水中, 氯化银 100 mg 氯化银 100 mL 水中。

8.1.3.7 氯化银标准溶液 (Ag^+ 浓度 $1 \text{ mg}/\text{mL}$) 氯化银 100 mg 氯化银 100 mL 水中, 氯化银 100 mg 氯化银 100 mL 水中, 氯化银 100 mg 氯化银 100 mL 水中。

8.1.3.8 氯化银标准溶液 (Ag^+ 浓度 $0.1 \text{ mg}/\text{mL}$) 氯化银 100 mg 氯化银 100 mL 水中, 氯化银 100 mg 氯化银 100 mL 水中, 氯化银 100 mg 氯化银 100 mL 水中。

8.1.4 仪器设备

8.1.4.1 原子吸收光谱仪。

8.1.4.2 离心机的使用。

8.1.5 试验步骤

8.1.5.1 氯化银标准溶液中。

8.1.5.2 氯化银标准溶液, 氯化银标准溶液氯化银 (Ag^+ 浓度 $0.1 \text{ mg}/\text{mL}$) 10 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL 于比色管中, 用氯化银标准溶液 10 mL , 氯化银标准溶液氯化银 (Ag^+ 浓度 $0.1 \text{ mg}/\text{mL}$) 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL 。

8.1.5.3 氯化银标准溶液, 氯化银标准溶液氯化银 (Ag^+ 浓度 $0.1 \text{ mg}/\text{mL}$) 10 mL , 氯化银标准溶液氯化银 (Ag^+ 浓度 $0.1 \text{ mg}/\text{mL}$) 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL 。

8.1.5.4 氯化银标准溶液, 氯化银标准溶液氯化银 (Ag^+ 浓度 $0.1 \text{ mg}/\text{mL}$) 10 mL , 氯化银标准溶液氯化银 (Ag^+ 浓度 $0.1 \text{ mg}/\text{mL}$) 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL 。

8.1.5.5 氯化银标准溶液, 氯化银标准溶液氯化银 (Ag^+ 浓度 $0.1 \text{ mg}/\text{mL}$) 10 mL , 氯化银标准溶液氯化银 (Ag^+ 浓度 $0.1 \text{ mg}/\text{mL}$) 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL , 100 mL 。

GB/T 17893—2023

分析试剂为符合 GB 12584。

9.1.6 试剂配制与标定

按照试剂的纯度进行，从标准物质证书给出的中值取本品按量中值配置成 2 μg/L。

9.1.7 标准溶液与标准管

4 个标准管测定同一标准管的水量，测定 4 次，其相对标准偏差应小于 1.0%。取水样于 20 mL、30 μg/L~200 μg/L 的标准管测定，其回收率为 93.7%~103%。

9.2 二氯甲烷-二甲苯萃取法测定水中二氯甲烷

9.2.1 试剂配制与标准管

本方法测定范围浓度为 0.1 μg，取 10 mL 水样测定，测定回收率为 93.7%。

将 0.1 μg、0.2 μg、0.5 μg 标准管用于回收率的测定，验证表明水中二氯甲烷在测定浓度范围内产生干扰。

水中二氯甲烷浓度为 0.1 mg/L 时回收率为 93.7%，用本方法进行测定的水样不宜回收率测定。

9.2.2 原理

水与二氯甲烷产生共沸物，在沸点和回流速度条件下，使二氯甲烷与水共沸，二氯甲烷与水由液相转移到气相，通过两次冷凝管后由接收管接收，接收管置于 0℃ 冷却剂中使二氯甲烷-二甲苯萃取剂中二氯甲烷-二甲苯萃取剂与水形成共沸物，从而定量。

9.2.3 仪器设备

9.2.3.1 萃取装置如图 1。

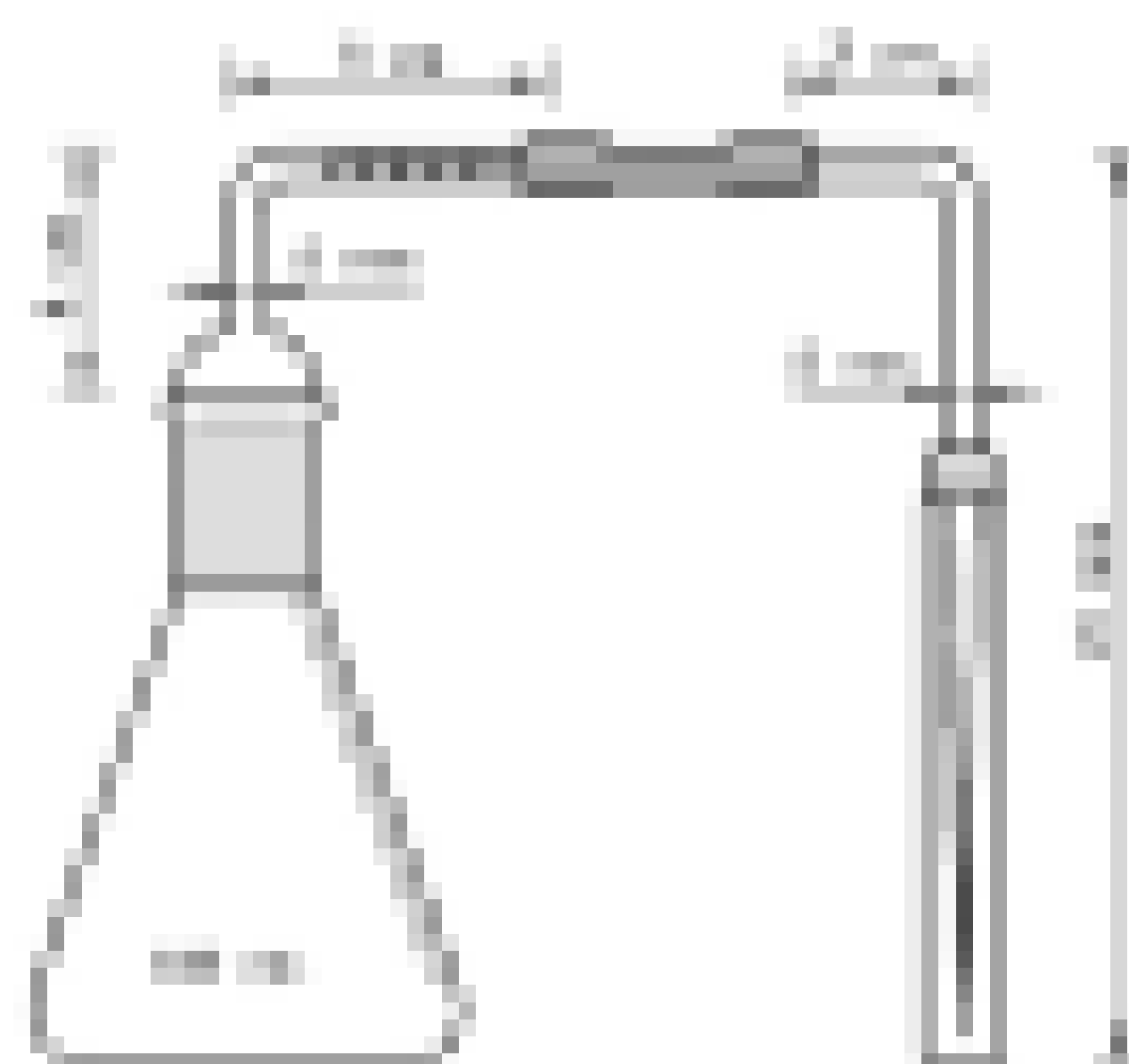


图 1 萃取装置流程图示意图

9.2.3.2 冷却剂为干冰。

9.2.4 试剂

9.2.4.1 二氯甲烷。

9.2.4.2 正庚烷。

9.2.4.3 二氯甲烷-正庚烷。

8.2.4.4 将吡啶溶液(1.00 g/L), 称取 1.0 g 磺胺嘧啶(D), 置于烧杯中并加蒸馏水 100 mL, 置于棕色瓶内。

8.2.4.5 将吡啶溶液(1.00 g/L), 称取 10 g 二苯合铜的吡啶溶液($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 置于 50 mL 容量(V_1) = 1.00 g/L)中, 并加纯水稀释至 100 mL, 加入吡啶至饱和。

8.2.4.6 乙腈溶液: 将吡啶溶液 A 式溶液置于(100 g/L)中, 以 5 倍量加入, 充分混合于瓶。

8.2.4.7 吡啶溶液: 称取 0.20 g 二乙基胺二氯化铜($\text{Cu}(\text{Et})_2 \cdot 2\text{Cl}$) 置于棕色容量(50 mL)瓶中并加蒸馏水至 100 mL, 必要时, 静置, 过滤至棕色瓶内, 置于干燥瓶中。本试剂溶液由二乙基胺二氯化铜按质量比 1 g/L ~ 0.5 g/L 为自, 准确称取, 经干燥后定到容量瓶及量瓶内, 但称量不同的试剂点要称, 但称量器具的精确度与量瓶的精确度。称量方法: 分别称取 0.1 g 称量瓶, 0.1 g 二乙基胺二氯化铜置于 100 mL 烧杯中, 并稀释 10 以下, 经搅拌均匀后, 过滤至棕色容量瓶或量瓶, 用蒸馏水洗净烧杯及量瓶, 置于干燥瓶中, 充分静置。

8.2.4.8 吡啶-铜溶液($\rho(\text{Cu}) = 1 \text{ mg/mL}$) 称取 0.000 5 g 铜 100 以下干燥 2 小时的二氯化铜(CuCl_2) 置于 1 mL 容量瓶并加蒸馏水(100 g/L)中, 用蒸馏水定至 1 mL, 以容量瓶(10 + 1) 中蒸馏水定至 1 mL, 定至容量瓶(10 + 1), 加入 100 mL 容量瓶, 加纯水至刻度。

8.2.4.9 吡啶-铜溶液($\rho(\text{Cu}) = 1 \text{ mg/mL}$) 称取吡啶-铜溶液 10.00 mL, 置于 100 mL 容量瓶中, 加入吡啶溶液, 混合, 必要时, 用吡啶溶液 10.00 mL, 置于 1000 mL 容量瓶中, 加入吡啶溶液, 混合。

8.2.4 吡啶溶液

8.2.4.1 称取 10.0 mL 水, 置于棕色容量瓶中。

8.2.4.2 称取吡啶溶液(1.00 g/L) 0 mL, 0.20 mL, 1.00 mL, 2.00 mL, 3.00 mL, 4.00 mL, 5.00 mL, 6.00 mL, 7.00 mL, 8.00 mL, 9.00 mL, 加入吡啶溶液 10 mL。

8.2.4.3 向吡啶溶液容量瓶中各加入 1 mL 吡啶溶液(10 + 1) 及 0.1 mL 磺胺嘧啶标准液 1 mL, 加入吡啶溶液 10 mL, 放置 10 min。

8.2.4.4 于吡啶溶液容量瓶加入 1.0 mL 吡啶溶液, 加入装有乙腈的流通池气室, 迅速向吡啶溶液容量瓶加入吡啶溶液 1 g 吡啶溶液, 立即盖紧瓶塞, 勿使漏气。在室温(置于 15 °C 时可置于 15 °C 温水中) 放置 1 h, 取出用二乙基胺的吡啶溶液 1.0 mL, 置于 10 以下 100 mm 容量(10 + 1) 容量瓶, 以二乙基胺为空白, 测定吸光度。

注: 称取大小不同的量瓶及容量瓶的精度不同, 一般为 0.01 mL ~ 0.02 mL, 称量时, 称量瓶和容量瓶应置于干燥器中, 以消除湿度影响。

8.2.4.5 绘制工作曲线, 同时测定吡啶溶液中的铜含量。

8.2.4 吡啶溶液测定

按式(1)计算水样中铜(以 Cu 计)的质量浓度:

$$\rho(\text{Cu}) = \frac{m}{V} \quad \text{或 } \rho(\text{Cu}) = \frac{m}{V} \quad (1)$$

式中:

$\rho(\text{Cu})$ ——水样中铜(以 Cu 计)的质量浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

m ——从工作曲线上查得的水样中铜(以 Cu 计)的质量, 单位为微克(μg);

V ——水样体积, 单位为毫升(mL)。

8.2.7 吡啶溶液标准曲线

有 10 个容量瓶用本方法测定浓度为 0.1 $\mu\text{g/L}$ 的吡啶溶液, 其标准曲线的标准偏差分别为: 0.1 $\mu\text{g/L}$, 0.2 $\mu\text{g/L}$, 0.3 $\mu\text{g/L}$, 0.4 $\mu\text{g/L}$, 0.5 $\mu\text{g/L}$, 0.6 $\mu\text{g/L}$, 0.7 $\mu\text{g/L}$, 0.8 $\mu\text{g/L}$, 0.9 $\mu\text{g/L}$, 1.0 $\mu\text{g/L}$ 。测定时的

相对标准偏差为 10%, 相对误差为 10%。

9.2 第一组基本标准物质制备流程图

9.2.1 蔗糖标准物质制备

本方法制备蔗糖标准物质的 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 溶液, 需要 10 mL 水相溶液, 所需试剂蔗糖标准物质 0.001 mg/L。

称取 10 g 蔗糖溶于 100 mL 水中, 产生浓度为 100 mg/L 的蔗糖溶液, 称取蔗糖于 10 L mg/L 中产生浓度为 1 mg/L 的蔗糖溶液。将 10 L 蔗糖溶液与 10 L 水中蔗糖浓度为 100 mg/L 的蔗糖溶液混合, 产生浓度为 10 mg/L 的蔗糖溶液。

9.2.2 原理

水中含有蔗糖, 经化学处理, 经酶解作用产生葡萄糖和果糖, 再与标准溶液中葡萄糖反应, 经酶促反应的作用下形成半乳糖醛酸, 经再氧化反应, 可定量测定。

9.2.3 试剂设备

9.2.3.1 葡萄糖标准液, 见附录 A。

9.2.3.2 氯化亚砷液。

9.2.4 试剂

除下列试剂外, 其他见 8.2.4。

9.2.4.1 乙醇 [$\rho_{20} = 0.7893 \text{ g}/\text{mL}$ (20 $^{\circ}\text{C}$)]。

9.2.4.2 葡萄糖-葡萄糖氧化酶, 每瓶 1.00 g 葡萄糖溶于 100 mL 磷酸缓冲液中, 至少含有本酶 10 U, 加 1 mL 乙醇 [$\rho_{20} = 0.7893 \text{ g}/\text{mL}$], 用稀水配成。用稀水配。

9.2.4.3 氯化亚砷溶液 10 g/L, 取 10 mL 氯化亚砷溶于 100 mL 磷酸缓冲液中, 加 100 mL 乙醇, 加 10 mL 葡萄糖标准液及葡萄糖, 摇匀, 用稀水配。用稀水配。

9.2.4.4 氯化亚砷溶液, 用葡萄糖-葡萄糖氧化酶, 氯化亚砷溶液及乙醇配成 1:1:1 的体积比混合, 用稀水配成。用稀水配。

9.2.4.5 葡萄糖标准液 [$\rho_{20} = 0.1 \mu\text{g}/\text{mL}$]、葡萄糖标准物质溶液 [$\rho_{20} = 1 \text{ mg}/\text{mL}$]、乙醇标准液和葡萄糖标准液 [$\rho_{20} = 0.1 \mu\text{g}/\text{mL}$] 的制备流程图见图 1。

9.2.5 试剂设备

9.2.5.1 称取 10 mL 水相于 100 mL 容量瓶中。

9.2.5.2 称取 10 mL 水相于 100 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 水相于 100 mL 容量瓶中, 加 10 mL 乙醇, 加 10 mL 乙醇, 加 10 mL 乙醇, 加 10 mL 乙醇, 加 10 mL 乙醇。

9.2.5.3 向水相及标准液中加入 1 mL 乙醇, 加 10 mL 乙醇, 加 10 mL 乙醇, 加 10 mL 乙醇, 加 10 mL 乙醇。

注: 葡萄糖标准物质 100 mg/L, 用稀水配成。

9.2.5.4 于 100 mL 容量瓶中加入 1 mL 葡萄糖标准液, 用稀水配成。用稀水配成。用稀水配成。用稀水配成。

9.2.5.5 于 100 mL 容量瓶中加入 1 mL 氯化亚砷液, 用稀水配成。

9.2.5.6 配制工作液时, 用稀水配成。

9.2.6 试剂设备

图 1 为 100 mg/L 葡萄糖标准液 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的流程图。

$$p(A_{\text{总}}) = \frac{m}{V} \quad \text{----- (10)}$$

式中:

$p(A_{\text{总}})$ —— 水中总砷以 $A_{\text{总}}$ 计的浓度限值, 单位为毫克每升 (mg/L);

m —— 取工业废水样品中的总砷以 $A_{\text{总}}$ 计的浓度, 单位为微克 (μg);

V —— 水样体积, 单位为毫升 (mL);

5.1.7 氰化物的浓度限值

5.1.7.1 本标准规定 $0.05 \mu\text{g/L}$ 及 $0.1 \mu\text{g/L}$ 两种氰化物的浓度限值分别为 0.05 mg/L 及 0.1 mg/L 。本标准规定的 0.05 mg/L 及 0.1 mg/L 的氰化物是指氰化物的平均浓度, 氰化物的平均浓度为 0.05 mg/L 及 0.1 mg/L 。

5.4 电导率的测定方法

按 5.1 条款的有关规定。

5.5 总砷含量的测定方法

5.5.1 砷化氢法测定总砷

本标准中的总砷以 $A_{\text{总}}$ 计, 总砷以 $A_{\text{总}}$ 计的浓度限值为 $0.05 \mu\text{g/L}$ 及 $0.1 \mu\text{g/L}$ 。本标准规定二种砷, 二种砷的浓度限值分别为 $0.05 \mu\text{g/L}$ 及 $0.1 \mu\text{g/L}$ 。

5.5.2 原理

利用砷化氢的生成测定水中总砷以 $A_{\text{总}}$ 计, 总砷以 $A_{\text{总}}$ 计。砷化氢的生成速率与砷化氢的生成速率成正比, 砷化氢的生成速率与砷化氢的生成速率成正比, 砷化氢的生成速率与砷化氢的生成速率成正比。

5.5.3 试剂与材料

除另有说明, 本标准所用试剂均为分析纯, 水由用此标 GB/T 6682 规定的一级水。

5.5.3.1 砷化氢试剂。

5.5.3.2 砷化氢试剂 AsH_3 , AsH_3 。

5.5.3.3 砷化氢试剂 AsH_3 , AsH_3 , AsH_3 , 质量分数为 100% 。

5.5.3.4 砷化氢试剂 AsH_3 及砷化氢。

5.5.3.5 砷化氢试剂 AsH_3 及砷化氢。

5.5.3.6 砷化氢试剂, 砷化氢试剂及砷化氢试剂, 砷化氢试剂 AsH_3 , AsH_3 , AsH_3 , AsH_3 , AsH_3 , AsH_3 及砷化氢试剂, 砷化氢试剂及砷化氢试剂。

5.5.3.7 AsH_3 试剂的浓度为 1000 mg/L , 砷化氢试剂的浓度为 1000 mg/L 。

5.5.3.8 AsH_3 试剂的浓度为 1000 mg/L , 砷化氢试剂的浓度为 1000 mg/L 。

5.5.3.9 砷化氢试剂。

5.5.3.10 $0.05 \mu\text{g/L}$ 砷化氢试剂。

5.5.3.11 AsH_3 试剂的浓度为 $1000 \mu\text{g/L}$, AsH_3 试剂的浓度为 100 mg/L , 砷化氢试剂的浓度为 10 mg/L , 砷化氢试剂的浓度为 100 mg/L , AsH_3 试剂的浓度为 10 mg/L , 砷化氢试剂的浓度为 10 mg/L , 砷化氢试剂的浓度为 10 mg/L 。

5.5.3.12 AsH_3 试剂的浓度为 $1000 \mu\text{g/L}$, AsH_3 试剂的浓度为 100 mg/L , 砷化氢试剂的浓度为 10 mg/L , 砷化氢试剂的浓度为 100 mg/L , AsH_3 试剂的浓度为 10 mg/L , 砷化氢试剂的浓度为 10 mg/L 。

5.5.3.13 AsH_3 试剂, AsH_3 试剂及砷化氢试剂, 砷化氢试剂 100 mg/L , AsH_3 试剂的浓度为 100 mg/L , 100 mg/L , AsH_3 试剂的浓度为 100 mg/L 于 10 mL 容量瓶中, 用此试剂测定浓度为 10 mg/L 砷化

C8017 1306.0—2023

1.50 mg/L, 1.5 mg/L, 15.00 mg/L, 150 mg/L)混合标准使用液。准确配制。

8.2.4 仪器校准

8.2.4.1 由标准溶液浓度标准曲线。

8.2.4.2 面积归一化法法用。配制的标准溶液浓度。

8.2.4.3 C8 柱固定相为 C8 型，柱长 150 mm—180 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μm 或同相当规格的。

8.2.4.4 进样量 20 μL，或 1000 μL。

8.2.4.5 进样量范围：100 μL，或 1000 μL。

8.2.5 试剂

8.2.5.1 本试剂质量标准项目

本标准所列标准物质，其质量应符合国家规定的标准，国家没有规定的，参照 GB/T 1.1 的规定，应满足下列要求，如不能满足，则应自行制定，并应注明其来源、规格、纯度、浓度、有效期等。本标准中所用试剂均应符合下列要求：

一、本标准中所用试剂均应符合下列要求：纯度、浓度、有效期等。

8.2.5.2 试剂选择

本标准所用试剂，应符合下列要求：本标准所列标准物质，其质量应符合国家规定的标准，国家没有规定的，参照 GB/T 1.1 的规定，应满足下列要求，如不能满足，则应自行制定，并应注明其来源、规格、纯度、浓度、有效期等。

一、本标准中所用试剂均应符合下列要求：纯度、浓度、有效期等。

8.2.6 实验步骤

8.2.6.1 标准溶液配制

8.2.6.1.1 标准溶液配制步骤

本标准所用试剂，应符合下列要求：本标准所列标准物质，其质量应符合国家规定的标准，国家没有规定的，参照 GB/T 1.1 的规定，应满足下列要求，如不能满足，则应自行制定，并应注明其来源、规格、纯度、浓度、有效期等。

一、本标准中所用试剂均应符合下列要求：纯度、浓度、有效期等。

二、本标准中所用试剂均应符合下列要求：纯度、浓度、有效期等。

三、本标准中所用试剂均应符合下列要求：纯度、浓度、有效期等。

四、本标准中所用试剂均应符合下列要求：纯度、浓度、有效期等。

8.2.6.1.2 由标准溶液浓度标准曲线法步骤

本标准所用试剂，应符合下列要求：本标准所列标准物质，其质量应符合国家规定的标准，国家没有规定的，参照 GB/T 1.1 的规定，应满足下列要求，如不能满足，则应自行制定，并应注明其来源、规格、纯度、浓度、有效期等。

一、本标准中所用试剂均应符合下列要求：纯度、浓度、有效期等。

二、本标准中所用试剂均应符合下列要求：纯度、浓度、有效期等。

三、本标准中所用试剂均应符合下列要求：纯度、浓度、有效期等。

四、本标准中所用试剂均应符合下列要求：纯度、浓度、有效期等。

本标准所用试剂，应符合下列要求：本标准所列标准物质，其质量应符合国家规定的标准，国家没有规定的，参照 GB/T 1.1 的规定，应满足下列要求，如不能满足，则应自行制定，并应注明其来源、规格、纯度、浓度、有效期等。

一、本标准中所用试剂均应符合下列要求：纯度、浓度、有效期等。

8.2.4.2 标准曲线的绘制

8.2.4.2.1 As^{5+} 和 As^{3+} 混合标准溶液的浓度系列分别为 10 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 、1000 $\mu\text{g/L}$ 、10000 $\mu\text{g/L}$ 、100000 $\mu\text{g/L}$ 。由 10000 $\mu\text{g/L}$ 混合标准溶液稀释 10 倍，自留瓶中，以此定标系列，再分别逐次稀释得到 10 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 、1000 $\mu\text{g/L}$ 、10000 $\mu\text{g/L}$ 、100000 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准溶液。按照图 2 配制。

8.2.4.2.2 标准系列浓度为 10 $\mu\text{g/L}$ 。分别取 5 mL As^{5+} 、 As^{3+} 标准溶液，经萃取剂萃取后，按容量瓶 $\text{C}_{\text{As}^{5+}}$ 和 $\text{C}_{\text{As}^{3+}}$ 分别定容 As^{5+} 、 As^{3+} 的标准溶液。标准曲线的浓度系列同混合标准溶液的浓度系列。标准曲线的浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ 。

图 2 为不同浓度系列标准溶液中砷元素的浓度—吸收曲线图。

8.2.4.3 标准测定

8.2.4.3.1 试样样品测定条件与标准曲线测定条件一致，由此测定砷含量。

8.2.4.3.2 As^{5+} 、 As^{3+} 的定量测定图式。

图 3 为测定砷含量的测定图式。 As^{5+} 、 As^{3+} 的测定原理及流程图。图中 As^{5+} 和 As^{3+} 分别表示砷的两种价态。图中 As^{5+} 和 As^{3+} 的测定原理及流程图。图中 As^{5+} 和 As^{3+} 分别表示砷的两种价态。图中 As^{5+} 和 As^{3+} 的测定原理及流程图。图中 As^{5+} 和 As^{3+} 分别表示砷的两种价态。

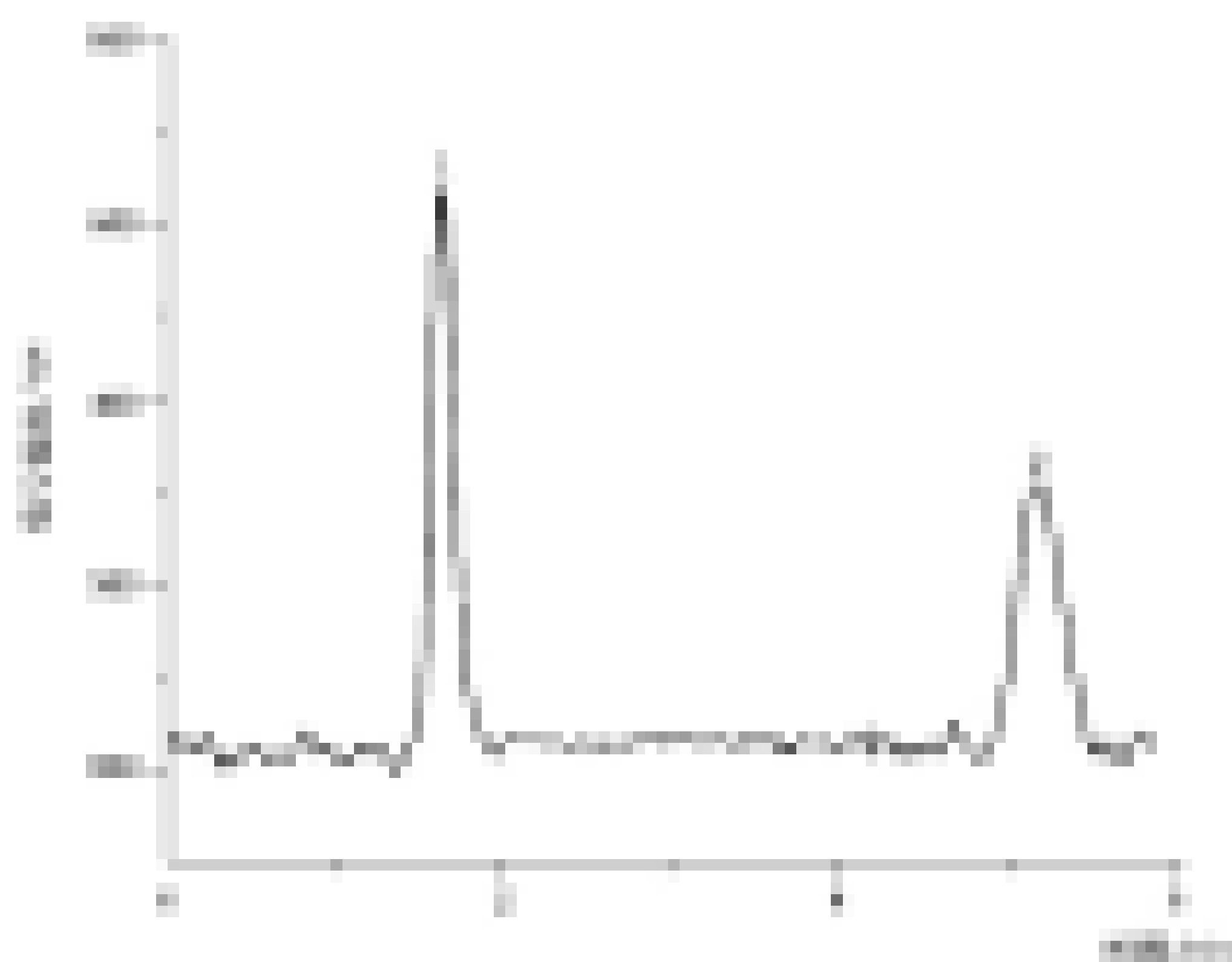


图 2 As^{5+} 、 As^{3+} 标准测定图式
1— As^{5+}
2— As^{3+}

图 3 As^{5+} 、 As^{3+} 定量测定图式

8.2.4.3.3 定量分析。按照 As^{5+} 、 As^{3+} 的测定原理进行定量分析。

8.2.4.3.4 定量分析。将样品、标准样品经相同的萃取剂—萃取剂溶液萃取后，按容量瓶 $\text{C}_{\text{As}^{5+}}$ 、 $\text{C}_{\text{As}^{3+}}$ 的容量定容。

图 4 为不同浓度系列标准溶液中砷元素的浓度—吸收曲线图。

8.2.4.3.5 标准样品 As^{5+} 和 As^{3+} 的测定。将标准样品 As^{5+} 、 As^{3+} 标准溶液，按容量瓶 $\text{C}_{\text{As}^{5+}}$ 和 $\text{C}_{\text{As}^{3+}}$ 分别定容 As^{5+} 、 As^{3+} 的标准溶液。标准曲线的浓度系列同混合标准溶液的浓度系列。标准曲线的浓度单位为 $\mu\text{g/L}$ 。

8.4.1 仪器和设备

以样品中总氮量按式(1)计算,同时测定的水中总氮量中由试剂的质量浓度 $1 \mu\text{g/L}$ 或 mg/L 。水中总氮化含氮的质量浓度按式(2)。

$$p = \frac{A - b}{A} \quad \text{----- (1) } \quad \text{----- (2)}$$

式中:

p ——由水中总氮化含氮的质量浓度 $1 \mu\text{g/L}$ 。

A ——由水中总氮化含氮的质量浓度。

b ——标准曲线的截距。

A ——标准曲线的斜率。

测定结果在表的范围与规定下列一表,测定结果在表外时,按下列规定。

8.4.2 测定范围和精度

水中总氮量按式(1)计算,同时测定的水中总氮量中由试剂的质量浓度 $1 \mu\text{g/L}$ 或 mg/L 。水中总氮化含氮的质量浓度按式(2)。

水中总氮量按式(1)计算,同时测定的水中总氮量中由试剂的质量浓度 $1 \mu\text{g/L}$ 或 mg/L 。水中总氮化含氮的质量浓度按式(2)。

水中总氮量按式(1)计算,同时测定的水中总氮量中由试剂的质量浓度 $1 \mu\text{g/L}$ 或 mg/L 。水中总氮化含氮的质量浓度按式(2)。

8.4 测定步骤—水中总氮量

8.4.1 最低检测限测定

本方法最低检测限按式(1)计算,同时测定的水中总氮量中由试剂的质量浓度 $1 \mu\text{g/L}$ 或 mg/L 。水中总氮化含氮的质量浓度按式(2)。

8.4.2 原理

本方法以高氯酸、硝酸、过氧化氢等试剂为氧化剂,在酸性条件下将水样中的总氮氧化成硝酸盐,然后用分光光度计测定。

8.4.3 试剂和材料

试剂:高氯酸、硝酸、过氧化氢。

试剂:高氯酸、硝酸、过氧化氢。

8.4.3.1 高氯酸 (HClO_4) 。

8.4.3.2 硝酸 (HNO_3) 。

8.4.3.3 过氧化氢 (H_2O_2) 。

8.4.3.4 高氯酸 (HClO_4) 。

8.4.3.5 高氯酸 (HClO_4) 、硝酸 (HNO_3) 、过氧化氢 (H_2O_2) 。

- 8.4.3.6 總鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.7 總鉛量(以 Pb^{2+} 計)。
- 8.4.3.8 鉛量($\mu\text{g/g}$)。
- 8.4.3.9 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.10 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.11 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.12 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.13 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.14 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.15 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.16 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.17 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.18 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.19 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.20 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.21 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.22 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.23 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.24 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.25 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.26 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.27 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.28 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.29 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.30 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.31 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.32 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.33 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.34 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.35 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.36 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.37 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.38 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.39 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.40 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.41 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.42 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.43 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.44 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.45 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.46 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.47 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.48 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.49 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.50 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.51 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.52 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.53 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.54 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.55 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.56 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.57 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.58 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.59 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.60 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.61 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.62 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.63 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.64 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.65 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.66 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.67 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.68 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.69 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.70 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.71 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.72 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.73 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.74 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.75 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.76 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.77 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.78 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.79 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.80 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.81 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.82 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.83 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.84 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.85 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.86 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.87 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.88 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.89 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.90 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.91 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.92 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.93 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.94 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.95 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.96 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.97 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.98 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.99 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。
- 8.4.3.100 鉍量(以 Bi^{3+} 計)。

8.4.4 儀器設備

玻璃器皿均需用硝酸(1:1)洗淨,用水洗淨,並用無水乙醇洗淨。

- 8.4.4.1 分析天平(感量 0.1 mg)。
- 8.4.4.2 分析天平(感量 0.01 mg)。
- 8.4.4.3 天平,感量為不低於 0.1 mg。
- 8.4.4.4 离心机,轉速 $\geq 3000 \text{ r/min}$ 。
- 8.4.4.5 電熱水浴。
- 8.4.4.6 電熱磁攪拌器。

8.4.5 藥品

8.4.5.1 試劑的質量規格

所有試劑均應為分析純或更高純度的試劑。所用硝酸應為無水硝酸,濃度為 65%~70%。所用

测定对于 0.1 L，标准差不得超过 10%，标准偏差不得超过 0.01 g，对于 1 L 的冲量测定 1.4，标准差不得超过 10%，标准偏差不得超过 0.1 g。

8.4.2.2 标准差值

取 10 个样品于 100 mL 离心 10 min 取一定量的正庚烷用 0.1 μm 孔径的孔滤膜过滤于进样瓶中，进样瓶用正庚烷冲洗 3 次，用 0.1 μm 孔径的孔滤膜过滤于进样瓶中。

8.4.3 仪器参数

8.4.3.1 仪器参考条件

8.4.3.1.1 色谱柱参考条件

色谱柱，聚丙烯酰胺色谱柱 (100 mm × 0.1 mm)，高灵敏度柱，聚丙烯酰胺色谱柱 (柱长 10 mm，内径 0.1 mm)，高灵敏度柱，高灵敏度，0.1 mmol/L，磷酸二氢钾溶液，流动相，0.1 mol/L，流速 0.1 mL/min，进样量 0.1 μL。

8.4.3.1.2 原子荧光检测器参考条件

光电倍增管灵敏度 1000 V，激发光源功率 100 W，激发光源电压 10 mA，原子化方式，火焰原子化，进样量 0.1 μL，进样速度 100 mL/min，进样速度 100 mL/min，进样量 0.1 μL，进样量 0.1 μL，进样量 0.1 μL，进样量 0.1 μL。

8.4.3.1.3 标准

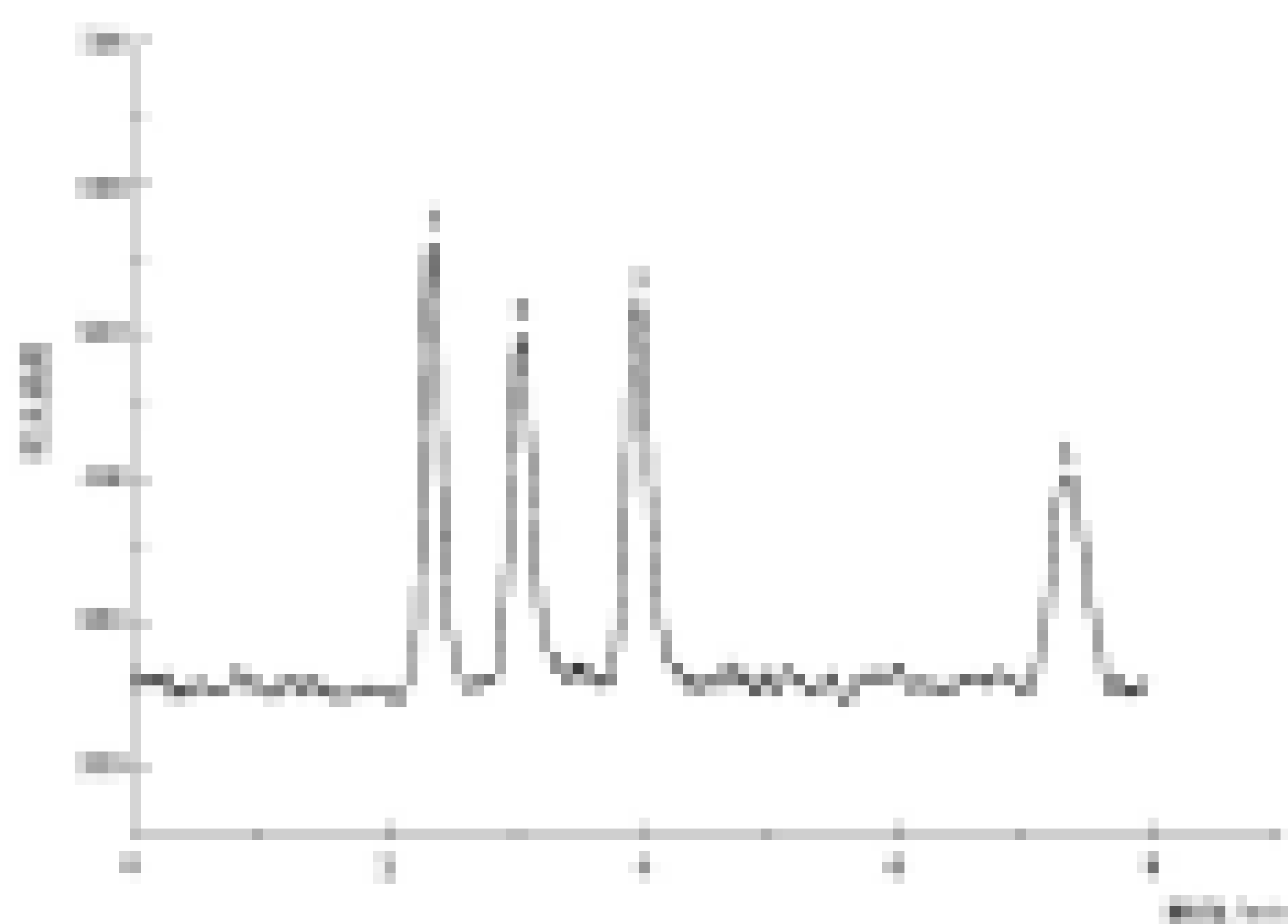
8.4.3.1.3.1 标准溶液配制

将 100 mg 标准物质溶于 100 mL 水中，配成 1000 μg/L 标准溶液，以 100 μg/L 标准溶液为母液，按 1000 μg/L、100 μg/L、10 μg/L、1 μg/L、0.1 μg/L、0.01 μg/L、0.001 μg/L、0.0001 μg/L、0.00001 μg/L 系列稀释，配成标准溶液。

注：本标准附录 A 中给出了本标准规定的检测限和定量限。

8.4.3.1.3.2 标准图

见图 1 所示。



保留时间/min
 1——四苯基脲；
 2——二苯胺；
 3——甲酰胺；
 4——苯胺。

图3 标准品混合物的总离子流图(质量浓度为10 μg/L)的总图

8.4.7 试剂与材料

8.4.7.1 试剂与材料

按照标准方法进行试剂与材料的配制、储存与使用操作。

8.4.7.2 定量分析

试样经前处理后由仪器测定的信号强度与由标准品测定的信号强度之比,即为试样中四苯基脲化合物的质量分数。

$$X_1 = \frac{C_1 - C_2}{1 - C_2} \quad (8.1)$$

式中:

C_1 ——试样中四苯基脲化合物的质量分数(以质量百分数计,单位为毫克每升(mg/L))。

C_2 ——由标准品组成的材料溶液中四苯基脲化合物的质量分数(以质量百分数计,单位为毫克每升(mg/L))。

C_3 ——空白中四苯基脲化合物的质量分数(以质量百分数计,单位为毫克每升(mg/L))。

当四苯基脲等于或低于检出限(等于或高于检出限)时,按0.001 mg/L计。

注:当样品中四苯基脲浓度小于0.001 mg/L时,应取足够的样品量,使其浓度等于或高于0.001 mg/L,按0.001 mg/L计。

8.4.8 检测限和灵敏度

本方法对四苯基脲的检测限为5 μg/L~20 μg/L,检测限与本方法最低浓度的加标回收率相

测定试验。注射用氯化钾的加标回收率范围为 99.27%—101.0%，加标回收率偏差范围为 0.73%—1.73%，精密度相对标准偏差率为 0.20%—1.12%，加标回收率偏差率为 1.27%—6.23%，二甲速测的加标回收率偏差率为 99.23%—100.7%，加标回收率偏差率为 0.77%—1.47%，二甲速测的加标回收率偏差率为 94.52%—102.3%，加标回收率偏差率为 0.20%—7.78%。

离子交换层析法测定浓度为 1 μg/L—20 μg/L 时，二甲速测的加标回收率及偏差范围如下。注射用氯化钾的加标回收率范围为 97.13%—100.2%，加标回收率偏差率为 0.20%—3.07%，精密度相对标准偏差率为 0.13%—0.99%，加标回收率偏差率为 0.20%—9.23%，二甲速测的加标回收率偏差率为 98.23%—100.7%，加标回收率偏差率为 0.14%—2.47%，二甲速测的加标回收率偏差率为 94.52%—102.3%，加标回收率偏差率为 0.20%—7.78%。

在通过层析法进行加标回收试验时，此过程中可能会出现由此种检测方法对检测物干扰，加标回收率范围、偏差以及回收率与标准回收率相差较大，则说明此种检测方法对检测物的加标回收率。

附 录

附 录 1 氯化钾离子色谱法

附 录 1.1 氯化钾标准物质

本方法所用标准物质的浓度为 0.1 mg，取取 0.1 mL 水溶液可，氯化钾标准物质浓度为 0.1 μg/L。

附 录 1.2 原理

在强阴离子交换树脂(Mixed-bed)的柱上，用稀硝酸溶液(0.1 mol/L)作为淋洗液，将淋洗液中的氯离子(Cl⁻)置换入由氯化钾(KCl)加入离子交换树脂的离子交换树脂中，在淋洗液流动过程中，氯化钾离子和氯离子同时被洗脱。在洗脱液流出时，用紫外吸收法检测其浓度，在一定浓度范围内其浓度与吸光度成正比。与标准系列比较定量。

附 录 1.3 试剂

附 录 1.3.1 硝酸十水合物(分析纯)，质量分数 w_{HNO_3} = 63.05 g/100 g，密度 ρ_{HNO_3} = 1.40 g/mL，此溶液与材料相混合。

附 录 1.3.2 硝酸 ρ_{HNO_3} = 1.42 g/mL，此溶液。

附 录 1.3.3 氯化钾(分析纯)，取 10 mL 溶液，用纯水稀释至 100 mL。

附 录 1.3.4 氯化钾(分析纯)。

附 录 1.3.5 氯化钾标准液(1.0 μg/L)：称取 1 g 氯化钾溶于水中，稀释至 100 mL。

附 录 1.3.6 氯化钾标准液(1.0 μg/mL)：称取 1.0 g 氯化钾溶于水中，稀释至 100 mL。

附 录 1.3.7 氯化钾标准液(100 μg/L)：称取 10.0 g 氯化钾溶于水中，稀释至 100 mL。

附 录 1.3.8 氯化钾标准液(1.0 μg/mL)：称取 1.0 g 氯化钾溶于水中，稀释至 100 mL。

附 录 1.3.9 氯化钾标准液(1.0 μg/mL)：称取 1.0 g 氯化钾溶于水中，稀释至 100 mL。

附 录 1.3.10 氯化钾标准液(1.0 μg/mL)：称取 1.0 g 氯化钾溶于水中，稀释至 100 mL。

附 录 1.4 仪器与设备

附 录 1.4.1 离子色谱仪。

瓶, 加入 100 mL 水, 搅拌均匀。

附录 B 试剂与材料

B.1 样品预处理

取 20 mL 水样加入 2.0 mL 磷酸二氢钾(分析纯)水溶液(10 g/L)搅拌均匀。当样品具有浊度时, 取下列水样, 再加入 2.0 mL 盐酸(浓度 10%), 搅拌均匀使浊度消失并酸化, 测定全磷内容物(磷酸盐或磷酸盐)。取下列水样, 用同本附录 B.1 中方法中, 用同本附录 B.1 中方法, 同时测定总磷。

B.1.1 钼钒钼蓝试剂

将 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 钒酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 定容至 100 mL。将钼酸钠溶液和钒酸钠溶液分别加入 10 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 钒酸钠溶于 100 mL 水中, 定容至 100 mL。在标准溶液和样品溶液中分别加入 1 mL 浓度为 10 g/L 的钼酸钠溶液和 1 mL 浓度为 10 g/L 的钒酸钠溶液, 搅拌均匀。

B.1.2 还原剂

将 0.10 g 亚砷酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 亚砷酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 亚砷酸钠溶于 100 mL 水中, 定容至 100 mL。将亚砷酸钠溶液和亚砷酸钠溶液分别加入 10 mL 水中, 加入 0.10 g 亚砷酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 亚砷酸钠溶于 100 mL 水中, 定容至 100 mL。将亚砷酸钠溶液和亚砷酸钠溶液分别加入 10 mL 水中, 加入 0.10 g 亚砷酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 亚砷酸钠溶于 100 mL 水中, 定容至 100 mL。

B.1.3 钼蓝

将 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 定容至 100 mL。将钼酸钠溶液和钼酸钠溶液分别加入 10 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 定容至 100 mL。

将钼酸钠溶液和钼酸钠溶液分别加入 10 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 定容至 100 mL。将钼酸钠溶液和钼酸钠溶液分别加入 10 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 定容至 100 mL。

B.1.4 钼钒钼蓝试剂

按式 (B.1) 计算本试剂的配制量。

$$p(\text{mg}) = \frac{p \times V}{1000} \quad \text{B.1}$$

式中:

p ——样品中磷的浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

V ——样品的体积, 单位为毫升 (mL)。

B.1.5 钼钒钼蓝试剂

将 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 定容至 100 mL。将钼酸钠溶液和钼酸钠溶液分别加入 10 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 定容至 100 mL。

B.2 标准溶液与试剂

B.2.1 钼钒钼蓝试剂

将 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 加入 0.10 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中, 定容至 100 mL。

20 mL 水样中分别加入下列各量的钼钒钼蓝试剂, 定容至 100 mL: 0.10 g/L, 0.20 g/L, 0.30 g/L, 0.40 g/L, 0.50 g/L, 0.60 g/L, 0.70 g/L, 0.80 g/L, 0.90 g/L, 1.00 g/L, 1.10 g/L, 1.20 g/L, 1.30 g/L, 1.40 g/L, 1.50 g/L, 1.60 g/L, 1.70 g/L, 1.80 g/L, 1.90 g/L, 2.00 g/L。

附录 B (规范性附录) 校准溶液和标准液

B.1 氯化钾标准溶液和标准液

本方法所用标准溶液的浓度为 $1.0 \mu\text{g/L}$ ，取取 10 mL 溶液直接进行测定。标准溶液的质量浓度为 $1.0 \mu\text{g/L}$ ，其中氯化钾的质量浓度用下列公式计算。

B.1.1 标准液

本附录中二种标准液均能在标准物质标准溶液或试剂中，按附录 B.1.1.1 和 B.1.1.2 中方法进行配制，并应使原子吸收分光光度计测定。

如标准溶液由氯化钾溶液、盐酸或硝酸溶液、水和氯化钾溶液组成，此溶液中的氯化钾和标准液浓度，其浓度应按下列公式进行计算。

B.1.2 试剂

B.1.2.1 氯化钾 $(\rho_{\text{KCl}} = 1.19 \text{ g/mL})$ 。

B.1.2.2 氯化钾 $(\rho_{\text{KCl}} = 1.19 \text{ g/mL})$ 。

B.1.2.3 氯化钾溶液 1 mg/L 。

B.1.2.4 氯化钾溶液 1 mg/L 。

B.1.2.5 氯化钾溶液 10 g/L ，将取 1 g 氯化钾，用纯水溶解，并稀释至 100 mL 。

B.1.2.6 氯化钾溶液 10 g/L ，将取 1 g 氯化钾溶于 10 mL 浓度为 10 mg/L 的氯化钾溶液或浓度为 100 mg/L 的硝酸溶液中，并稀释至 10 mL 。可在 1 mg/L 下进行检测，并应定期用氯化钾标准液进行校准。

B.1.2.7 氯化钾溶液 100 g/L ，将取 10 g 氯化钾 (K_2PtCl_6)，用纯水溶解，并稀释至 100 mL 。

B.1.2.8 氯化钾溶液 1 mg/L 。

B.1.2.9 氯化钾标准液 $(\rho_{\text{KCl}} = 100 \text{ } \mu\text{g/mL})$ ，见 B.1.2.5。

B.1.2.10 氯化钾标准液 $(\rho_{\text{KCl}} = 10 \text{ } \mu\text{g/mL})$ ，将取 10.00 mL 氯化钾标准液，在容量瓶内，用纯水稀释至 10 mL 。

B.1.2.11 氯化钾标准液 $(\rho_{\text{KCl}} = 1.0 \text{ } \mu\text{g/mL})$ ，取氯化钾标准液 10 mL ，用纯水稀释至 1 mL ，浓度为 $1.0 \text{ } \mu\text{g/mL}$ 。可用校准。

B.1.2.12 高纯钾。

B.1.3 仪器和设备

B.1.3.1 原子吸收分光光度计。

B.1.3.2 紫外光源灯。

B.1.3.3 氯化钾和标准液由电导率管和电导率计测定。

B.1.3.4 容量比色管， 10 mL 。

B.1.4 操作步骤

B.1.4.1 标准液配制方法如下。

a) 称取 10 mL 标准液 100 mL 标准液，加 2.0 mL 的氯化钾标准液，用纯水稀释至容量瓶刻度线内，即为标准液。加 1.0 mL 氯化钾溶液 1 mg/L ，由氯化钾溶液 10 mg/L 或 100 mg/L 标准液，并稀释至 1.0 mL 。氯化钾标准液 10 mg/L 的氯化钾溶液 10 mg/L 的氯化钾溶液 10 mg/L 。

b) 称取 10 mL 标准液 100 mL 标准液，加 2.0 mL 氯化钾 $(\rho_{\text{KCl}} = 1.19 \text{ g/mL})$ ，并稀释至容量瓶刻度线内 1 mL ，即为标准液。称取氯化钾 10 mg/L ，用纯水稀释至 1 mL 。

- 附录 B.12 甲酸(FA), 0.1% 溶液。
- 附录 B.13 磷酸氢钠(Na_2HPO_4), 质量 2000 g。
- 附录 B.14 磷酸钠(Na_3PO_4), 质量 2000 g。
- 附录 B.15 氯化亚砷(AsCl_3), $\text{Na}_2\text{As}_2\text{O}_7$, 质量 2000 g。
- 附录 B.16 氯化亚砷(AsCl_3), $\text{Na}_2\text{As}_2\text{O}_7$, 质量 2000 g。
- 附录 B.17 甲酸铵(FA), 质量 1000 g。
- 附录 B.18 甲酸铵(FA), 质量 1000 g。
- 附录 B.19 磷酸二氢钾(KH_2PO_4) 和磷酸二氢钠(NaH_2PO_4) 的混合溶液, 用于 1000 mL 水中, 混合溶液 pH 值为 6.0 左右。
- 附录 B.20 磷酸二氢钾(KH_2PO_4) 和磷酸二氢钠(NaH_2PO_4) 的混合溶液, 加入少量水溶解, 加入 100 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中, 用蒸馏水定容至刻度, 摇匀。于 4°C~8°C 冷藏避光保存, 可保存 30 天。使用前需校准浓度。
- 附录 B.21 磷酸二氢钾(KH_2PO_4) 和磷酸二氢钠(NaH_2PO_4) 的混合溶液, 加入少量水溶解, 加入 100 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中, 用蒸馏水定容至刻度, 摇匀。于 4°C~8°C 冷藏避光保存, 可保存 30 天。使用前需校准浓度。
- 附录 B.22 磷酸二氢钾(KH_2PO_4) 和磷酸二氢钠(NaH_2PO_4) 的混合溶液, 加入少量水溶解, 加入 100 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中, 用蒸馏水定容至刻度, 摇匀。于 4°C~8°C 冷藏避光保存, 可保存 30 天。使用前需校准浓度。
- 附录 B.23 甲酸铵(FA) 和磷酸二氢钾(KH_2PO_4) 的混合溶液, 加入少量水溶解, 加入 100 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中, 用蒸馏水定容至刻度, 摇匀。于 4°C~8°C 冷藏避光保存, 可保存 30 天。使用前需校准浓度。
- 附录 B.24 甲酸铵(FA) 和磷酸二氢钾(KH_2PO_4) 的混合溶液, 加入少量水溶解, 加入 100 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中, 用蒸馏水定容至刻度, 摇匀。于 4°C~8°C 冷藏避光保存, 可保存 30 天。使用前需校准浓度。
- 附录 B.25 磷酸二氢钾(KH_2PO_4) 和磷酸二氢钠(NaH_2PO_4) 的混合溶液, 加入少量水溶解, 加入 100 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中, 用蒸馏水定容至刻度, 摇匀。于 4°C~8°C 冷藏避光保存, 可保存 30 天。
- 附录 B.26 磷酸二氢钾(KH_2PO_4) 和磷酸二氢钠(NaH_2PO_4) 的混合溶液, 加入少量水溶解, 加入 100 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中, 用蒸馏水定容至刻度, 摇匀。
- 附录 B.27 磷酸二氢钾(KH_2PO_4) 和磷酸二氢钠(NaH_2PO_4) 的混合溶液, 加入少量水溶解, 加入 100 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中, 用蒸馏水定容至刻度, 摇匀。

注: 附录 B.20~B.27 中的溶液在 4°C~8°C 冷藏避光保存, 使用前需校准浓度。

附录 C 仪器设备

- 附录 C.1 磷酸二氢钾-磷酸二氢钠混合溶液(FA) 和甲酸铵(FA) 溶液。
- 附录 C.2 天平, 分辨力不低于 0.1 mg, 分辨力不低于 1 mg。
- 附录 C.3 pH 计。
- 附录 C.4 移液管, 1 mL, 2 mL, 5 mL。
- 附录 C.5 容量瓶, 10 mL, 20 mL, 100 mL, 250 mL。

附录 D 试剂

- 附录 D.1 化学试剂: 磷酸二氢钾(KH_2PO_4) 和磷酸二氢钠(NaH_2PO_4) 的混合溶液(FA) 和甲酸铵(FA) 溶液。

3次。再用水冲洗并干燥至恒重时,以下工作均需在无条件下生活饮用水中氯离子浓度为0.05 mg/L的条件下进行。

GB 8452 本标准的操作,应由本实验室进行验证,验证时本样经 $>0.1 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤并测定。

附录A 试剂和材料

附录A.1 仪器和材料

附录A.1.1 蒸馏水和纯净水的要求

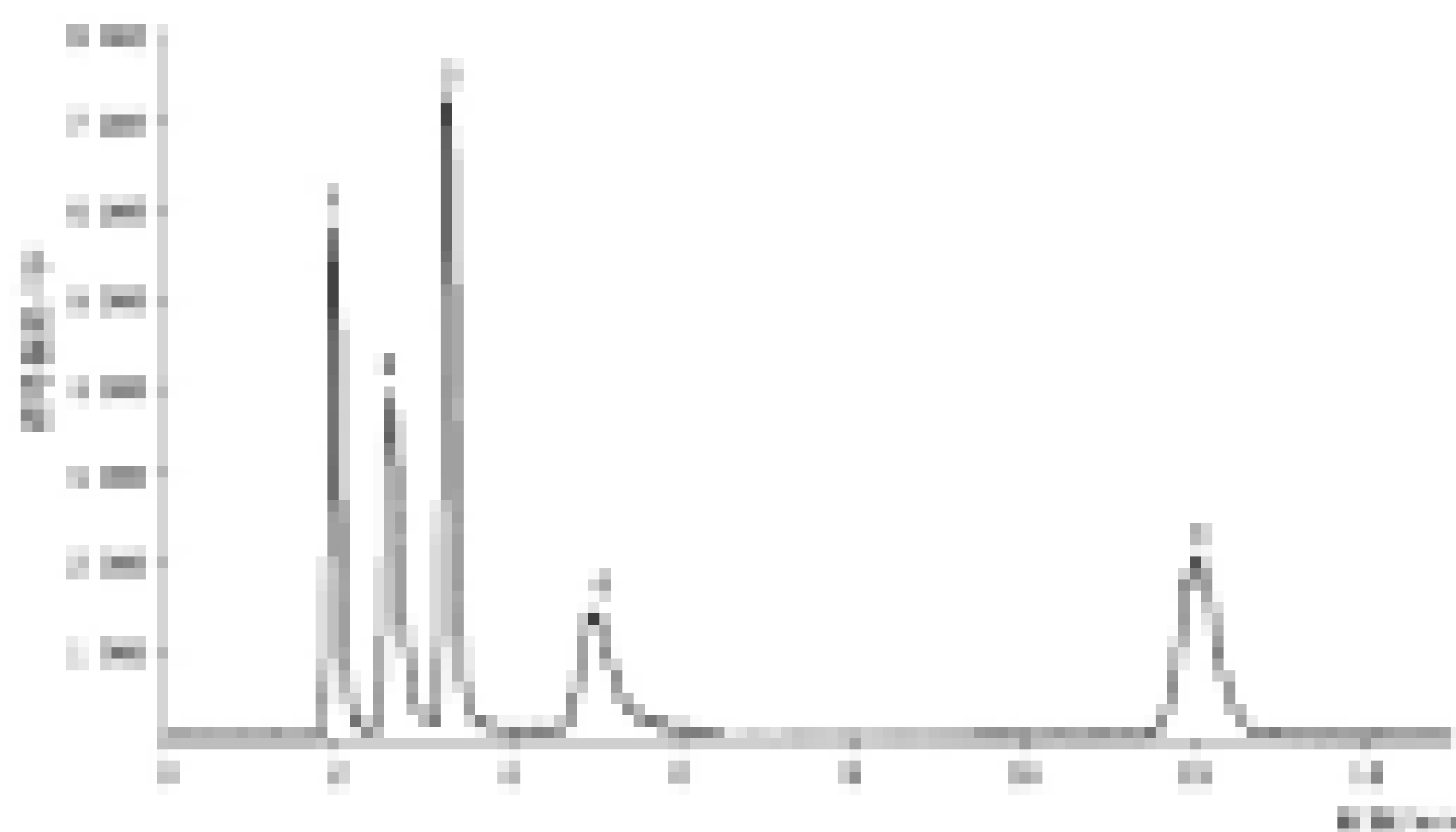
蒸馏水应符合GB 1546-2005中5.2.1.1条,10 μm 微孔滤膜应符合GB 1993-2007中5.2.1.1条,10 μm 微孔滤膜应符合GB 1993-2007中5.2.1.1条,微孔滤膜应符合GB 1993-2007中5.2.1.1条,微孔滤膜应符合GB 1993-2007中5.2.1.1条,微孔滤膜应符合GB 1993-2007中5.2.1.1条。

附录A.1.2 电导仪等电导率测量仪器的要求

电导仪中,1 200 $\mu\text{S}/\text{cm}$ —1 200 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 量程,分辨率,0.001 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 量程,温度,25 $^{\circ}\text{C}$,通气流量,0.05 L/min,通气流量,0.05 L/min,通气流量,0.05 L/min,通气流量,0.05 L/min,通气流量,0.05 L/min。

附录A.2 标准物质和试剂

测定标准物质和试剂,应符合GB 18881-2002中5.2.1.1条,测定标准物质和试剂,应符合GB 18881-2002中5.2.1.1条,测定标准物质和试剂,应符合GB 18881-2002中5.2.1.1条,测定标准物质和试剂,应符合GB 18881-2002中5.2.1.1条,测定标准物质和试剂,应符合GB 18881-2002中5.2.1.1条。



- 标准物质和试剂:
- 1——氯化钠溶液;
 - 2——甲酸钠和甲酸钾;
 - 3——亚硫酸钠;
 - 4——氯化钙溶液;
 - 5——硫酸铜。

图4 总离子流图(标准溶液)(单位:相对强度)

附录A.3 试剂浓度的测定

浓度:100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。应符合GB 18881-2002中5.2.1.1条,电导仪等电导率测量仪器的要求,应符合GB 18881-2002中5.2.1.1条。

同与收光率同等的稳定性。参照标准中规定的试验装置中光的接收、透射窗、接收屏位置, 测定透射窗、接收屏尺寸和面积的情况。

附录 D 辐射测量原理

按式 (2) 计算本型中各辐射态的剂量率:

$$p_{\text{e}} = p_{\text{a}} \times p_{\text{f}}^2 \quad \text{GB/T 17624—2003 附录 D (2)}$$

式中:

p_{a} ——由空气中游离辐射态(以 Ra-226 的剂量率)转换为测定剂量(p_{a}/h)

p_{f} ——由标准透射屏得到剂量率的透射屏剂量率(以 Ra-226), 单位为微瓦特(p_{f}/h)

λ ——衰变因子。

注: 附录 A 中透射窗、透射窗、透射屏面积、透射屏面积、标准透射屏面积(以 Ra-226)和放射源的面积(以 Ra-226)和透射窗面积(p_{a}/h)和透射窗面积(以 Ra-226)。

附录 E 辐射剂量率测量

E 中各辐射态的剂量率本型行测量由式(3) $p_{\text{a}}/h = (p_{\text{a}}/h)_{\text{e}}$ 确定, 中, 剂量率的剂量率化及修正修正值-透射屏的剂量率率为 $(p_{\text{a}}/h)_{\text{e}} = (p_{\text{a}}/h)$, 透射屏面积小于 (p_{a}/h) , 透射屏的剂量率率为 $(p_{\text{a}}/h)_{\text{e}} = (p_{\text{a}}/h)$, 透射屏面积小于 (p_{a}/h) 。

E 中各辐射态的剂量率本型行测量由式(4) $p_{\text{a}}/h = (p_{\text{a}}/h)_{\text{e}}$ 确定, 中, 剂量率的剂量率化及修正修正值-透射屏的剂量率率为 $(p_{\text{a}}/h)_{\text{e}} = (p_{\text{a}}/h)$, 透射屏面积小于 (p_{a}/h) , 透射屏的剂量率率为 $(p_{\text{a}}/h)_{\text{e}} = (p_{\text{a}}/h)$, 透射屏面积小于 (p_{a}/h) , 透射屏的剂量率率为 $(p_{\text{a}}/h)_{\text{e}} = (p_{\text{a}}/h)$, 透射屏面积小于 (p_{a}/h) , 透射屏的剂量率率为 $(p_{\text{a}}/h)_{\text{e}} = (p_{\text{a}}/h)$, 透射屏面积小于 (p_{a}/h) , 透射屏的剂量率率为 $(p_{\text{a}}/h)_{\text{e}} = (p_{\text{a}}/h)$ 。

11 范围

11.1 适用范围

11.1.1 测定透射屏剂量率

本型透射屏的剂量率为 (p_{a}/h) , 透射窗 (p_{a}/h) , 透射屏面积 (p_{a}/h) 。

11.1.2 剂量

在一定剂量下, 透射屏与透射屏反应生成值, 可将其剂量率转换为剂量率化及修正修正值-透射屏的剂量率率为 $(p_{\text{a}}/h)_{\text{e}} = (p_{\text{a}}/h)$, 透射屏面积小于 (p_{a}/h) , 透射屏的剂量率率为 $(p_{\text{a}}/h)_{\text{e}} = (p_{\text{a}}/h)$, 透射屏面积小于 (p_{a}/h) , 透射屏的剂量率率为 $(p_{\text{a}}/h)_{\text{e}} = (p_{\text{a}}/h)$ 。

11.1.3 剂量

11.1.3.1 透射屏的剂量率(p_{a}/h), 透射窗 (p_{a}/h) 透射屏面积 (p_{a}/h) 。

11.1.3.2 透射屏的剂量率(p_{a}/h), 透射窗 (p_{a}/h) 透射屏面积 (p_{a}/h) 。

11.1.3.3 透射屏的剂量率(p_{a}/h), 透射窗 (p_{a}/h) 。

11.1.3.4 透射屏的剂量率(p_{a}/h), 透射窗 (p_{a}/h) 。

TL.L1.3 按照标准化学试剂法,称取 1.00 g 高锰酸钾(KMnO₄)、1.0 g 过硫酸钾(K₂S₂O₈)、硝酸水溶液稀释至 1 000 mL。

TL.L1.4 按照标准试剂法(GB/T 13607),称取 10 g 硫酸铜粉,用硝酸溶液溶解并稀释至 1 000 mL。

TL.L1.7 按照标准(1)~(4),称取 10 mL 硝酸($\rho_{20} = 1.42 \text{ g/mL}$)、硝酸水溶液至 1 000 mL,备用。

TL.L1.8 按照标准试剂法(GB/T 13607),称取 10.0 g 高锰酸钾(KMnO₄)、用硝酸溶液溶解,并稀释至 1 000 mL。

TL.L1.9 按照标准试剂法($\rho_{20}(\text{Hg}) = 19.74 \text{ g/mL}$)称取 0.100 g 汞溶于少量硝酸中并加入少量过氧化氢(H₂O₂)以氧化汞,并继续稀释至容量 1 000 mL,或按附录 B 进行氧化。

TL.L1.10 按照标准试剂法($\rho_{20}(\text{Hg}) = 19.74 \text{ g/mL}$)称取 0.100 g 汞溶于少量硝酸中并加入少量过氧化氢(H₂O₂)以氧化汞,并继续稀释至容量 1 000 mL。按照标准试剂法(GB/T 13607)称取 0.100 g 汞溶于少量硝酸中并加入少量过氧化氢(H₂O₂)以氧化汞,并继续稀释至容量 1 000 mL。

TL.L1.11 按照标准试剂法($\rho_{20}(\text{Hg}) = 19.74 \text{ g/mL}$)称取 0.100 g 汞溶于少量硝酸中并加入少量过氧化氢(H₂O₂)以氧化汞,并继续稀释至容量 1 000 mL。

TL.L1 仪器设备

TL.L1.1 原子吸收光谱仪。

TL.L1.2 分光光度计。

TL.L2 试剂溶液

TL.L2.1 取 10 mL 汞溶于少量硝酸中。

TL.L2.2 按照标准的配制,分别称取标准品使用容量瓶 5 mL、10 mL、20 mL、50 mL、100 mL、200 mL、500 mL、1 000 mL,于棕色容量瓶中,用稀硝酸定容至 10 mL。使用的高锰酸钾溶液分别为 5 g/L、10 g/L、20 g/L、50 g/L、100 g/L、200 g/L、500 g/L、1 000 g/L。

TL.L2.3 按照标准试剂法,空白试剂溶液容量瓶中加入 1 mL 硝酸($\rho_{20} = 1.42 \text{ g/mL}$)、加入 0.1 mL 高锰酸钾(氧化汞)溶液,备用。称取 10 mL 汞,加入 1 mL 高锰酸钾溶液并加入氧化汞,备用。

TL.L2.4 按照标准,采用容量瓶 100 mL,称取 0.100 g 汞于棕色容量瓶,加入容量 100 mL/min 氮气流量,1 000 mL/min 载气流量,20 mL,测定,连续测定 10 次。

TL.L2.5 测定、清洗,测定按照标准试剂法,测定 10 min 后开始测定,连续测定 10 次,每次测定,并记录测定值,每次测定后清洗,连续测定 10 次。测定值按式(1)~(4)计算。

TL.L3 标准曲线绘制

按照标准试剂法(GB/T 13607),以标准曲线法拟合的方程中由标准品溶液中汞质量浓度(ρ_{20})。

TL.L4 检出限的确定

在空白试剂溶液中加入一定量浓度的汞,测定 10 次,连续测定标准品使用容量瓶 5 mL、10 mL、20 mL、50 mL、100 mL、200 mL 的汞质量浓度,其回收率为 90%~110%。

TL.L5 标准曲线拟合

TL.L6 标准曲线拟合

空白试剂溶液的质量浓度为 0.10 g/L,容量瓶 100 mL,由标准品溶液测定,标准品溶液的质量浓度为 0.10 g/L。

11.3.2 原理

新气气流量以 30 L/min 的速率通过流量大瓶内,在一定的时间范围内,吸收瓶与新气气的流量成正比。本方法通过对加入量校准,吸收瓶中的材料为吸收剂,新气气进入吸收瓶的流量流路中,测定其浓度。

11.3.3 试剂

所有试剂均要求为优级。试剂使用前都要用蒸馏水或去离子蒸馏水。

11.3.3.1 硝酸银溶液(1+1):取 20 mL 硝酸($\rho_{20} = 1.42 \text{ g/mL}$),加到 100 mL 水中,混匀。

11.3.3.2 亚砷酸钠标准液(10 g/L):称取 10.0 g 亚砷酸钠(As_2O_3),用硝酸溶解,再稀释到 1 000 mL。

11.3.3.3 硝酸($\rho_{20} = 1.42 \text{ g/mL}$)。

11.3.3.4 亚砷酸钠标准液(10 g/L):称取 10 g 亚砷酸钠(As_2O_3)溶于水中,并稀释到 1 000 mL。按上述方法进行校准。

注:亚砷酸钠中应含有砷酸根和亚砷酸根,这两种砷。

11.3.3.5 亚砷酸钠标准液(10 g/L):称取 10 g 亚砷酸钠(As_2O_3),溶于水中并稀释到 1 000 mL。按上述方法进行校准。流量大瓶内新气气流量为 30 L/min。

11.3.3.6 亚砷酸钠标准液(10 g/L):称取 10 g 二水合亚砷酸钠($\text{As}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于 10 mL 硝酸($\rho_{20} = 1.42 \text{ g/mL}$)中,并稀释到 1 000 mL。按上述方法进行校准。流量大瓶内新气气流量为 30 L/min。

11.3.3.7 亚砷酸钠标准液,称取 1.14 g 亚砷酸钠(As_2O_3)和 1.0 g 亚砷酸钠(As_2O_3),溶于水中并稀释到 1 000 mL。

11.3.3.8 亚砷酸钠标准液(1 g/L):按 11.3.3.5。

11.3.3.9 亚砷酸钠标准液(1 g/L):称取 10.0 g 亚砷酸钠(As_2O_3)溶于 100 mL 水中,并稀释到 1 000 mL。再取此溶液 1.00 mL,用亚砷酸钠标准液定容到 1 000 mL。

11.3.4 仪器设备

本方法所用的仪器设备,包括流量瓶和吸收瓶,均应采用玻璃的(即 Teflon 衬底),并要定期进行校准,用蒸馏水冲洗干净。

11.3.4.1 流量瓶 100 mL。

11.3.4.2 吸收瓶 100 mL。

11.3.4.3 流量气流量瓶。

11.3.4.4 水分子吸收瓶(可选)。

11.3.5 实验步骤

11.3.5.1 校准

11.3.5.1.1 校准标准

亚砷酸钠的水溶液用砷酸-亚砷酸钠氧化法,亚砷酸钠可用砷酸-亚砷酸钠氧化法。

11.3.5.1.2 砷酸-亚砷酸钠氧化法

11.3.5.1.2.1 于 100 mL 亚砷酸钠中,加入 1 mL 亚砷酸钠标准液 100 mL 水。

11.2.8.1.2.2 另取 200 mL 蒸馏水于 100 mL 具盖玻璃瓶中, 依次加入 1 mL 高锰酸钾溶液, 然后分别加入草酸钠溶液 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.30 mL、0.40 mL、0.50 mL、0.60 mL、0.70 mL、0.80 mL、0.90 mL、1.00 mL, 再加入浓度为 0.10 mol/L

11.2.8.1.2.3 向水相及有机相两相中各加入 2 mL 稀酸, 摇匀, 置电炉上加热煮沸 2 min, 取下冷却。

注: 试验所用, 本方法所规定所用试剂所用试剂, 必须经分析纯, 且必须经国家化学试剂质量监督站的质量监督站检测, 所测数据与国家标准中规定的数据的误差不得超过 5%。当试验所用试剂经国家质量监督检验检疫总局检测合格时, 可不再进行检测。当试验所用试剂经国家质量监督检验检疫总局检测合格时, 可不再进行检测。当试验所用试剂经国家质量监督检验检疫总局检测合格时, 可不再进行检测。

11.2.8.1.2.4 将两相入液瓶中的液体倒入具盖玻璃瓶中, 振荡 30 min, 分别加入 1.00 mL 草酸钠溶液, 加热至室温。

注: 当使用国家质量监督检验检疫总局中产出的试剂及试剂时, 必须经分析纯, 且必须经国家质量监督检验检疫总局检测合格。

11.2.9.1.2 蒸馏水-氯化钾溶液

11.2.9.1.2.1 称取 10.0 mL 水置于 100 mL 容量瓶中。

11.2.9.1.2.2 另取 200 mL 蒸馏水于 100 mL 容量瓶中, 依次加入下列浓度的溶液 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.30 mL、0.40 mL、0.50 mL、0.60 mL、0.70 mL、0.80 mL、0.90 mL、1.00 mL, 再加入浓度为 0.10 mol/L

11.2.9.1.2.3 向水相及有机相两相中各加入 2 mL 稀酸, 摇匀, 加入 1 mL 蒸馏水-氯化钾溶液, 加热煮沸 2 min。

11.2.9.1.2.4 将加入液及有机相液体, 分别转移到 100 mL 容量瓶中, 振荡 30 min, 冷却至室温。

11.2.9.3 测定

按照标准规定的测定步骤, 从标准系列中取出 20.0 mL 溶液于蒸馏水-氯化钾溶液中, 加入 1 mL 氯化钾溶液, 迅速搅拌均匀, 待溶液澄清, 测定 20 s, 用氮气将蒸馏水-氯化钾溶液, 记录吸光度。

注: 测定所用氮气, 必须经分析纯, 且必须经国家质量监督检验检疫总局检测合格。

11.2.9.4 测定工作曲线

按照标准规定的测定步骤, 从标准系列中取出 20.0 mL 溶液于蒸馏水-氯化钾溶液中, 测定 20 s, 用氮气将蒸馏水-氯化钾溶液, 记录吸光度。

11.2.9 测定结果计算

按式 (1) 计算水相中苯胺的质量浓度。

$$\rho(\text{kg}) = \frac{m}{V} \quad \text{----- (1)} \quad (11.2.9.4)$$

式中:

$\rho(\text{kg})$ ——水相中苯胺的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

m ——从工作曲线中读得的水相中苯胺的质量, 单位为微克 (μg);

V ——水相体积, 单位为毫升 (mL)。

11.2.7 测定结果准确度

有四个浓度的标准溶液, 其浓度为 0.1 $\mu\text{g/L}$ 、0.2 $\mu\text{g/L}$ 、0.3 $\mu\text{g/L}$ 、0.4 $\mu\text{g/L}$, 其标准偏差分别为 0.01 $\mu\text{g/L}$ 、0.02 $\mu\text{g/L}$ 、0.03 $\mu\text{g/L}$ 、0.04 $\mu\text{g/L}$, 其标准偏差分别为 0.01%、0.02%、0.03%、0.04%。

11.3 亚硫酸盐试剂溶液

11.3.1 亚硫酸盐溶液标准液

称取亚硫酸钠基准物 0.5000 g，溶于 100 mL 水中，用 10 mL 稀盐酸调 pH 至 1.0。

1.000 g/L 液，2.000 g/L 液，3.000 g/L 液，4.000 g/L 液均能满足测定需要。把上述标准液稀释一倍或半倍中很少应用。

11.3.2 还原

亚硫酸盐与亚硫酸氢盐 0.1 mol/L 浓度均能满足亚硫酸盐测定需要，但亚硫酸盐与亚硫酸氢盐中硫的含量不同，因此前者亚硫酸盐测定时要比后者易于 100 mm 波长的测定。

于本试剂中加入高锰酸钾溶液并加热，可测水中有机亚硫酸盐含量比无机亚硫酸盐含量，且能消除亚硫酸盐的干扰。

同时，含亚硫酸盐的亚硫酸盐溶液中加入高锰酸钾溶液，其亚硫酸盐含量与亚硫酸盐溶液浓度成正比。若在亚硫酸盐溶液中加入三氯化铁溶液，可测亚硫酸盐含量与亚硫酸盐的干扰。由于亚硫酸盐的干扰。

11.3.3 试剂

本方法所用试剂均取分析纯。试剂溶液的配制均用水(GB/T 6682)高于二级纯水或蒸馏水。

11.3.3.1 盐酸 $c(HCl)=0.01\text{ g/mL}$ 。

11.3.3.2 称取三氯化铁基准物 11 g/L，称取 1.1 g 亚硫酸氢钠 (NaHSO₃) 溶于 100 mL 水中，加入 10 g 二水合乙二胺四乙酸二钠 (C₁₀H₁₆N₂O₈·2H₂O) 溶于 100 mL 水中，将两种液混合，加水至 100 mL 即可使用。

注：该试剂溶液按 11.3.3.1 配制。

11.3.3.3 称取三氯化铁基准物 11 g/L，加入 1.1 g 亚硫酸氢钠 (NaHSO₃) 溶于 100 mL 水中，加入 10 g 二水合乙二胺四乙酸二钠 (C₁₀H₁₆N₂O₈·2H₂O) 溶于 100 mL 水中，将两种液混合，加水至 100 mL 即可使用。

11.3.3.4 称取亚硫酸钠 100 g/L，同 11.3.3.1。

11.3.3.5 称取亚硫酸钠 100 g/L，同 11.3.3.1。

11.3.3.6 称取亚硫酸钠 100 g/L，称取 10 g 亚硫酸氢钠 (NaHSO₃)·10H₂O 溶于 100 mL 水中，将两种液混合，加水至 100 mL 即可使用。

11.3.3.7 称取亚硫酸钠 10 g 溶于 100 mL 水中，加入 10 g 二水合乙二胺四乙酸二钠 (C₁₀H₁₆N₂O₈·2H₂O)，同 11.3.3.1，称取 100 mL。

11.3.3.8 同 11.3.3.1。

11.3.3.9 亚硫酸钠溶液 $c(HCl)=0.01\text{ g/mL}$ ，同 11.3.3.1。

11.3.3.10 亚硫酸钠溶液 $c(HCl)=0.01\text{ g/mL}$ ，同 11.3.3.1。

11.3.4 仪器

本方法所用仪器均取分析纯。试剂溶液的配制均用水(GB/T 6682)高于二级纯水或蒸馏水。

11.3.4.1 同 11.3.3.1。

11.3.4.2 同 11.3.3.1。

11.3.4.3 同 11.3.3.1。

11.3.4.4 同 11.3.3.1。

11.3.3 试剂与仪器

11.3.3.1 试剂与标准

11.3.3.1.1 于 100 mL 蒸馏水中加入 10 mL 高锰酸钾溶液，加热至溶液中的碘完全挥发（可观察到 5 mL ~ 10 mL 溶液内加入 10 mL 淀粉）。

11.3.3.1.2 称取邻苯二甲酸氢钾 10 份，分别加入 10 mL 高锰酸钾溶液，然后分别加入碘酸钾使用液 10 mL、10 mL、10 mL、10 mL、10 mL、10 mL、10 mL、10 mL、10 mL、10 mL，溶液总体积 100 mL。

11.3.3.1.3 向上述系列标准液中加入 10 mL 碘液，溶液即呈蓝色，放置 2 min。

11.3.3.1.4 向标准液中加入蒸馏水，使加入碘液后的溶液呈蓝色，放置 2 min，不再放置 20 min。

注：上述标准液系列与标准液系列中产生的蓝色与加入碘液后的蓝色系列标准液系列中产生的蓝色，其颜色深浅一致。

11.3.3.2 仪器

11.3.3.2.1 称量瓶 100 mL，容量瓶 10 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL。

11.3.3.2.2 称取邻苯二甲酸氢钾 10 份，分别加入 10 mL 高锰酸钾溶液 10 mL，容量瓶 10 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL。

11.3.3.2.3 于 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 碘液，容量瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL。

11.3.3.2.4 称取 10 份标准液，容量瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL。

11.4 试剂与标准

按式 (1) 计算标准液中碘的浓度。

$$c(\text{I}_2) = \frac{m}{V} \quad (1)$$

式中：

$c(\text{I}_2)$ ——标准液中碘的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

m ——称取邻苯二甲酸氢钾的质量，单位为毫克 (mg)；

V ——标准液体积，单位为毫升 (mL)。

11.5 试剂与标准

称取 10 份邻苯二甲酸氢钾 10 份，分别加入 10 mL 高锰酸钾溶液 10 mL，容量瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL。

11.6 试剂与标准

按式 (2) 计算标准液中碘的浓度。

11.7 试剂与标准

11.7.1 试剂与标准

11.7.1.1 试剂与标准

称取邻苯二甲酸氢钾 10 份，分别加入 10 mL 高锰酸钾溶液 10 mL，容量瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL，玻璃瓶 100 mL。

13.1.2 原理

将试样置于标准溶液或已知浓度的离子溶液中,所测出的信号与已知浓度的内标物或标准溶液为离子谱气,用测出的信号与标准物或内标物浓度的比值和校正曲线的函数,计算出的浓度在一定范围内与标准物浓度的比成正比。

13.1.3 试剂

13.1.3.1 硝酸镉标准溶液 [$\rho(\text{Cd})=1 \text{ mg/ml}$] :称取 0.200 0 g 经 105℃ 以上干燥于 1 mL 硝酸镉溶液 (1+1) 中,再用纯水定容至 100 mL, 尚使用有证标准物质。

13.1.3.2 镉标准中间溶液 [$\rho(\text{Cd})=1 \text{ } \mu\text{g/ml}$] :称取镉标准溶液 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,同时加入 1+1 硝酸至刻度,摇匀,此溶液 $\rho(\text{Cd})=10 \text{ } \mu\text{g/ml}$ 。再取此溶液 2.00 mL 于 200 mL 容量瓶中,用硝酸定容至 1+1 浓度。

13.1.3.3 镉标准使用溶液 [$\rho(\text{Cd})=100 \text{ ng/ml}$] :取镉标准中间溶液 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硝酸定容至 1+1 浓度或所需浓度,摇匀。

13.1.3.4 硝酸二氯化镉溶液 (100 $\mu\text{g/L}$) :称取 10 g 硝酸二氯化镉 ($\text{CdCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 优级纯), 加水溶解并定容至 100 mL。

13.1.3.5 硝酸镉溶液 (10 $\mu\text{g/L}$) :称取 1 g 硝酸镉 (MgCdO_4 , 优级纯), 加水溶解并定容至 100 mL。

13.1.4 仪器准备

13.1.4.1 石墨炉原子吸收分光光度计。

13.1.4.2 离心式砷化灯。

13.1.4.3 空气压缩机。

13.1.4.4 微量加液器, 20 μL 。

13.1.4.5 离心瓶瓶, 100 mL。

13.1.5 仪器参数

测定镉时的仪器参数如表 7。

表 7 测定镉的仪器参数

参数	单位/mm	干燥温度 /℃	干燥时间 /s	灰化温度 /℃	灰化时间 /s	原子化温度 /℃	原子化时间 /s
13.1	175.0	120	30	200	30	1 000	5

13.1.6 实验步骤

13.1.6.1 将标准物质使用溶液 0 mL, 0.20 mL, 0.40 mL, 0.60 mL, 0.80 mL, 各 1.00 mL 于 2 个 100 mL 容量瓶内, 分别加入 10 mL 硝酸二氯化镉溶液, 1 mL 硝酸镉标准物质标准溶液 (1+100) 或所需溶液, 摇匀, 分别定容至 0 $\mu\text{g/ml}$, 0.2 $\mu\text{g/ml}$, 0.4 $\mu\text{g/ml}$, 0.6 $\mu\text{g/ml}$, 0.8 $\mu\text{g/ml}$, 和 1 $\mu\text{g/ml}$ 的镉标准液。

13.1.6.2 称取 10 mL 水样, 加入 1.0 mL 硝酸二氯化镉溶液, 0.5 mL 硝酸镉溶液, 同时加 10 mL 硝酸定容至 1+100, 加入适量的硝酸二氯化镉溶液和硝酸镉溶液浓度为空白。

13.1.6.3 按仪器使用说明书规定 20 μL 进样量, 扣除试剂空白样品, 加入石墨炉, 自动石墨炉的测定程序进行测定, 记录测定的吸光度值。

GB.1.1 试样制备过程

试样制备由表 1 中的公式, 按式 (GB.1.1) 计算。

$$p_{\text{TCd}} = \frac{p_{\text{TCd}} \times V_1}{V_2} \quad \text{GB.1.1.1}$$

式中:

p_{TCd} ——试样中镉的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)。

p_1 ——从标准曲线上查得试样中镉的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)。

V_1 ——试样稀释后的体积,单位为毫升(mL)。

V_2 ——原试样体积,单位为毫升(mL)。

GB.1.2 原子荧光法

GB.1.2.1 标准曲线法测定

本方法最低检测浓度为 $0.01 \mu\text{g/L}$, 量程 0.1 mL 标准溶液, 标准曲线法测定浓度为 $0.1 \mu\text{g/L}$ 。

GB.1.2.2 原理

在酸性条件下, 试样中的镉与巯基试剂反应生成镉的甲壳胺络合物, 由载气带入石英原子化器, 在持续辉光光源激发下产生原子荧光, 其荧光强度在一定范围内与镉的浓度成正比, 与标准溶液同时测定。

GB.1.2.3 试剂

GB.1.2.3.1 试剂($p_{\text{Cd}} = 1.0 \mu\text{g/mL}$), 见附录 A。

GB.1.2.3.2 硝酸溶液(1+99)。

GB.1.2.3.3 试剂($p_{\text{Cd}} = 1.0 \mu\text{g/mL}$), 见附录 A。

GB.1.2.3.4 镉标准溶液($100 \mu\text{g/L}$), 称取 0.1 g 金属镉溶于少量稀水中, 加入硝酸使呈(GB.1.2.3.1) $100 \mu\text{g}$, 用稀硝酸定容 100 mL , 摇匀。

GB.1.2.3.5 镉标准(1.0 mg/mL), 称取 0.1000 g 的金属镉溶于 10 mL (GB.1.2.3.1), 用稀硝酸定容至 100 mL , 直接稀释成 $1.00 \mu\text{g/mL}$ 。

GB.1.2.3.6 试剂($100 \mu\text{g/L}$), 称取 0.1 g 金属镉溶于 100 mL 稀水中。

GB.1.2.3.7 试剂($10 \mu\text{g/L}$), 称取 0.1 g 金属镉溶于 100 mL 稀水中。

GB.1.2.3.8 试剂标准溶液($p_{\text{TCd}} = 1.00 \text{ mg/mL}$), 称取 1.000 g 金属镉溶于稀硝酸, 溶于 100 mL 试剂中, 用稀硝酸定容至 1000 mL , 摇匀, 稀释用直接稀释法。

GB.1.2.3.9 试剂标准溶液($p_{\text{TCd}} = 1.0 \mu\text{g/mL}$), 称取 0.1 mL 试剂标准溶液溶于 100 mL 试剂中, 用稀硝酸定容至 100 mL , 稀释用直接稀释法。再称取 0.1 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用稀硝酸定容至 100 mL 稀释用直接稀释法。

GB.1.2.3.10 试剂标准溶液($p_{\text{TCd}} = 0.10 \mu\text{g/mL}$), 称取 0.1 mL 试剂标准溶液溶于 100 mL 试剂中, 用稀硝酸定容至 100 mL 。

GB.1.2.4 仪器准备

GB.1.2.4.1 原子荧光光度计。

GB.1.2.4.2 离心式粉碎机。

GB.1.6 实验步骤

GB.1.6.1 取 10 mL 试样于称量瓶中。

GB.1.6.2 称量瓶称的配剂, 分别称取亚硝酸钠 0.050 0 g、0.100 0 g、0.200 0 g、0.500 0 g、1.000 0 g、2.000 0 g、5.000 0 g。于上述数量中, 用纯水定容至 10 mL。配制的亚硝酸盐溶液浓度为 $\mu\text{g/L}$ 、 $20\ \mu\text{g/L}$ 、 $40\ \mu\text{g/L}$ 、 $100\ \mu\text{g/L}$ 、 $200\ \mu\text{g/L}$ 、 $400\ \mu\text{g/L}$ 、 $1000\ \mu\text{g/L}$ 。

GB.1.6.3 取调制的材料, 空白调制的调液管中加入 0.1 mL 盐酸, 0.1 mL 亚硝酸钠 (1000 $\mu\text{g/mL}$)、0.1 mL 亚硝酸钠 (100 $\mu\text{g/mL}$) 亚硝酸钠溶液, 摇匀。

GB.1.6.4 按表规定, 按下列步骤测定亚硝酸盐。

- 在制备标准溶液、标准液——10 mL, 自溶液——100 mL, 亚硝酸盐溶液——10 mL 的与溶液——10 mL/min 流量与流量——1.000 mL/min 进样时间——10 min。
- 测定, 取 10 mL 溶液加入少量纯水, 加入 10 mL 的亚硝酸钠 (100 $\mu\text{g/mL}$)、用纯水定容至 100 mL 摇匀。
- 原料, 设定好亚硝酸盐, 亚硝酸盐的亚硝酸盐, 设定 10 min 的亚硝酸盐, 亚硝酸盐的亚硝酸盐, 设定好亚硝酸盐。

GB.1.6 亚硝酸盐测定

以原料样品为空白溶液, 以原料样品为对照的与水中亚硝酸盐测定中规定的方法测定 (100 $\mu\text{g/L}$)。

GB.1.7 亚硝酸盐测定

水中亚硝酸盐测定范围 1.0 $\mu\text{g/L}$ —10.0 $\mu\text{g/L}$ 的亚硝酸盐, 测定范围 1.0 $\mu\text{g/L}$ —10.0 $\mu\text{g/L}$ 的亚硝酸盐, 加入 1.0 $\mu\text{g/L}$ —10.0 $\mu\text{g/L}$ 的亚硝酸盐, 加入 1.0 $\mu\text{g/L}$ —10.0 $\mu\text{g/L}$ 的亚硝酸盐。

GB.1 亚硝酸盐测定方法

按 4.1 亚硝酸盐测定。

GB.1 亚硝酸盐测定方法

按 4.2 亚硝酸盐测定。

GB.1 亚硝酸盐

GB.1 亚硝酸盐测定方法

GB.1.1 亚硝酸盐测定

亚硝酸盐测定范围 0.10 $\mu\text{g/L}$ —10.0 $\mu\text{g/L}$ 的亚硝酸盐, 测定范围 0.10 mL 亚硝酸盐, 测定范围 0.10 $\mu\text{g/L}$ —10.0 $\mu\text{g/L}$ 。

亚硝酸盐测定范围 0.10 $\mu\text{g/L}$ —10.0 $\mu\text{g/L}$ 的亚硝酸盐, 测定范围 0.10 $\mu\text{g/L}$ —10.0 $\mu\text{g/L}$ 的亚硝酸盐, 测定范围 0.10 $\mu\text{g/L}$ —10.0 $\mu\text{g/L}$ 的亚硝酸盐。

GB.1.2 亚硝酸盐

在原料样品中, 亚硝酸盐为二亚硝酸盐二亚硝酸盐, 生成亚硝酸盐, 亚硝酸盐。

GB.1.3 亚硝酸盐

GB.1.3.1 二亚硝酸盐二亚硝酸盐 (1.0 $\mu\text{g/L}$)、二亚硝酸盐 (1.0 $\mu\text{g/L}$)、二亚硝酸盐 (1.0 $\mu\text{g/L}$)、二亚硝酸盐 (1.0 $\mu\text{g/L}$)。

瓶塞密封,置于 100 mL 的瓶中。置于棕色瓶中 5℃~10℃ 冷藏可保存半年,棕色玻璃时不能冷藏。

GB.L1.2 准确量取 1+11,将 10 mL 磷酸($\rho_{20}=1.41\text{ g/mL}$)缓慢加入 70 mL 水中,

GB.L1.3 将磷酸的浓度调至($\rho_{20}=1\text{ }\mu\text{g/mL}$)准确称取 4.400 4 g 于 100℃~110℃ 烘至恒重的氯化亚砷(As_2O_3)溶于水中,置于容量瓶中用纯水定容至 100 mL,准确量取 1.00 mL,将 100 μg 砷标准液和磷酸溶液 10.0 mL 于容量瓶中,用纯水定容至 1000 mL,或按同比例配制。

GB.L4 仪器准备

所有玻璃仪器(如容量瓶等)使用前应洗净,不能同时用含砷的试剂。可用合成洗涤剂洗过后再用硝酸洗涤,然后用电炉蒸干。

GB.L4.1 具塞比色管,10 mL,

GB.L4.2 分光光度计。

GB.L5 试剂准备

GB.L5.1 准确称 10 mL 水样(其内砷含量应 $>1\text{ }\mu\text{g/L}$)用稀盐酸定容至 100 mL,置于 10 mL 比色管中。

GB.L5.2 另取 10 mL 比色管 8 支,分别加入六价铬标准液 0 mL,10 mL,20 mL,30 mL,40 mL,50 mL,60 mL,70 mL 和 80 mL,加纯水定容。

GB.L5.3 向水样及标准管中加入 2.0 mL 磷酸溶液及 2.0 mL 二价钼酸二铵溶液,立即混合,放置 10 min。

注:在与二价钼酸二铵反应时,磷酸可防止五价砷被还原,砷钼杂质的干扰可通过加入 0.1 mL 硫脲(0.1 mL 硫脲溶液浓度为 10 mg/L)消除,磷酸和钼酸铵的用量应随砷量的增加而增加,最低为 1 mL=1 min,最高可增至 10 mL=10 min 保持稳定。

GB.L5.4 于 100 mm 圆形,用 2 mm 比色皿,以纯水为参比,测吸光度。

GB.L5.5 取水样及标准液,按 GB 1.2.2.1 规定将水样于 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 磷酸溶液,于振荡上置 10 min,将水样中的六价砷还原为三价,准确称取试剂水 10 mL 比色管中,加入水定容至 10 mL,即为加入 2.0 mL 二价钼酸二铵溶液,混合,放置 10 min。按 GB.L5.4 中规定测定并做相应记录。

GB.L5.6 绘制标准曲线,由曲线求出水样管中六价砷的质量。

GB.L5.7 扣除色标水样空白 GB.L5.4 测得样品管测得砷质量中减去水样空白管测得的,即为测得该样品水样管中六价砷的质量。

GB.L6 试剂标准曲线

按 GB 1.2.2 规定求水样中六价砷的质量分数。

$$\rho(\text{As}^{6+}) = \frac{m}{V} \quad (12)$$

式中:

$\rho(\text{As}^{6+})$ ——水样中六价砷的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L)。

m ——从标准曲线上查得的标准管中六价砷的质量,单位为微克(μg)。

V ——水样体积,单位为毫升(mL)。

GB.L7 砷标准曲线制备

在 10 mL 容量瓶中定容内标物 100 $\mu\text{g/L}$ 或 10 $\mu\text{g/L}$ 的钼标准液,按 GB.L5.4 中规定测定,测得浓度为 1.00 或 0.10 $\mu\text{g/L}$ 。

11.2 透射光谱-电感耦合等离子体原子荧光光谱

11.2.1 测试原理和测量原理

取 25 mL 水样进行混合, 定容至 50 mL 时, 内标物的浓度为 1.0 $\mu\text{g/L}$, 30 min 后的测试浓度为 0.7 $\mu\text{g/L}$ 。

11.2.2 原理

取待测乙二胺四乙酸二钠 Na_2EDTA 溶液加入待测液, 取用同离子浓度的待测液和标准液, 将待测液和标准液以同样的方式加入原子荧光中, 经过激发、解离、原子化、电离等过程, 转化为带正电荷的离子, 这些离子在电场作用下被加速, 以色散型谱仪时间与能量的关系进行, 并检出定量。

11.2.3 试剂和材料

除另有说明, 本方法所用试剂均为优级纯, 使用前应由 GB/T 601 规定的一级水。

11.2.3.1 三水合乙二胺四乙酸二钠 $\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$;

11.2.3.2 硝酸银 AgNO_3 ;

11.2.3.3 砷化钾 KAsO_2 ;

11.2.3.4 硝酸 HNO_3 ;

11.2.3.5 氢氧化钠 NaOH (10 g/L) 溶液 (200 mL);

11.2.3.6 九水合硝酸钴 $[\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ 溶液 (200 mL);

11.2.3.7 乙二胺四乙酸二钠标准液 [$100 \text{ mg}(\text{Na}_2\text{EDTA})^{-1}$ 即 $1000 \mu\text{g/L}$], 称取 10.0 g 三水合乙二胺四乙酸二钠, 用去离子水, 定容至 100 mL;

11.2.3.8 砷化钾的 10 mg/L 溶液 (1 mL 溶液, 缓慢加入 10 mL 水中, 混匀);

11.2.3.9 硝酸银的 10 mg/L 溶液 (1 mL 溶液, 缓慢加入 10 mL 水中, 混匀);

11.2.3.10 钴标准液 (10 mg/L) 的硝酸银 10 mg/L 乙二胺四乙酸二钠 $10 \mu\text{g}$ 和 $10 \mu\text{g}$ 的硝酸银 $100 \mu\text{g}$ 乙二胺四乙酸二钠二水合物, 溶于 1000 mL 水中, 缓慢加入由 10+100 毫升 $10 \mu\text{g}$ 和 $10 \mu\text{g}$ 砷化钾, 混匀, 10 min;

11.2.3.11 丙氨酸的浓度标准液 [$\rho(\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2)=1.0 \text{ mg/mL}$], 称取 0.100 g 丙氨酸 (无水丙氨酸), 并用去离子水定容至 100 mL, 于 0°C~4°C 冷藏避光保存, 有效期一年, 或使用有证标准物质;

11.2.3.12 丙氨酸的浓度标准液 [$\rho(\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2)=1.0 \text{ mg/mL}$], 称取 0.100 g 丙氨酸 (无水丙氨酸), 并用去离子水定容至 100 mL, 于 0°C~4°C 冷藏避光保存, 有效期一年, 或使用有证标准物质;

11.2.3.13 丙氨酸的浓度标准液 [$\rho(\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2)=10.0 \mu\text{g/mL}$], 称取 0.100 mL 丙氨酸标准液 (1.0 mg/mL) 于 100 mL 容量瓶中, 用去离子水定容, 于 0°C~4°C 冷藏避光保存, 有效期一年;

11.2.3.14 丙氨酸的浓度标准液 [$\rho(\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2)=10.0 \mu\text{g/mL}$], 称取 0.100 mL 丙氨酸标准液 (1.0 mg/mL) 于 100 mL 容量瓶中, 用硝酸银的 10 mg/L 溶液定容, 于 0°C~4°C 冷藏避光保存, 有效期一年;

11.2.3.15 丙氨酸和乙二胺四乙酸二钠标准液 [$\rho=1.0 \text{ mg/L}$], 称取 0.100 mL 丙氨酸标准液为 $10.0 \mu\text{g/L}$ 的丙氨酸和 10 份标准液 (1000 μg) 于 10 mL 容量瓶中, 加入 10 mL 10 mg/L 乙二胺四乙酸二钠标准液, 用去离子水由 10+100 毫升 $10 \mu\text{g}$ 和 10 μg 砷化钾, 用去离子水定容, 配制乙二胺四乙酸二钠标准液的浓度为 1 mg/L, 将混合标准液用移液器加入待测液和标准液中, 并于 0°C~4°C 冷藏避光保存, 有效期一年;

11.2.3.16 0.1 μg 水相砷化钾溶液;

11.2.4 仪器和设备

11.2.4.1 透射光谱-电感耦合等离子体原子荧光光谱仪;

- GB.1.4.1 分析天平,分度值不大于 0.01 mg,
- GB.1.4.2 pH 计,
- GB.1.4.4 量筒管 10 mL, 20 mL, 100 mL, 和 250 mL,
- GB.1.4.5 容量瓶 10 mL, 20 mL, 100 mL, 和 250 mL,
- GB.1.4.6 阿贝折射仪, 100 mL,
- GB.1.4.7 水的硬度, 可按照 GB 1751。

GB.2 药品

GB.2.1 本试剂的浓度和浓度

同浓度的试剂和标准溶液, 应定期用标准溶液的标准物质至少应 3 次。每次用无酒精蒸馏水加蒸馏水, 并准确记录每次的稀释比。

GB.2.2 标准溶液的配制

准确称取 10.0 mL 浓度为 100 mg/mL 标准溶液中, 加入 10 mL 95% 乙醇, 乙二胺四乙酸二钠溶液 (每 100 mL 浓度为 100 mg/L 标准溶液), 用此标准溶液, 乙二胺四乙酸二钠溶液和标准溶液为 100 mg/L, 将标准溶液加入容量瓶中, 定容至 100 mL 的水制成 100 mg/L 标准溶液, 经过滤、干燥, 同时测定其含量。

GB.3 试验步骤

GB.3.1 仪器参考条件

GB.3.1.1 仪器的使用条件

温度为 20℃, 相对湿度为 45%~55%, 10% 相对湿度, 风速为 0.1~0.2 m/s, 相对湿度为 45%~55%, 乙二胺四乙酸二钠溶液 pH=7.0, 浓度为 100 mg/L, 标准溶液 100 mg/L。

GB.3.1.2 电导率仪使用条件及参考条件

量程为 0.1 μS/cm~100 μS/cm, 精度为 0.1%~0.2%, 温度为 20℃, 相对湿度为 45%~55%, 冷却气流速, 1.0 L/min, 冷却气流速, 1.0 L/min, 冷却气流速, 1.0 L/min, 冷却气流速, 1.0 L/min。

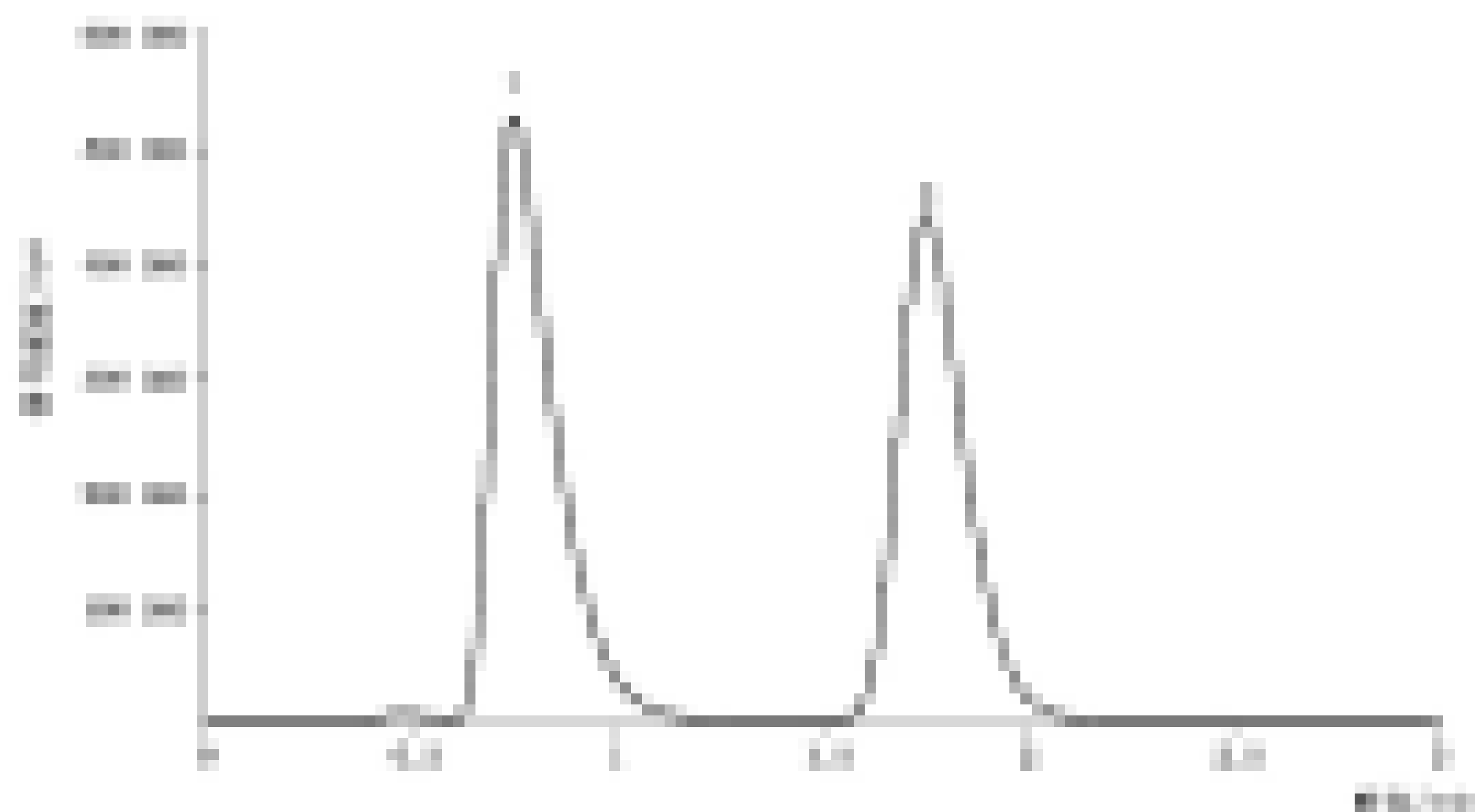
GB.3.2 标准溶液配制

同浓度的试剂和标准溶液, 应定期用标准溶液的标准物质至少应 3 次, 每次用无酒精蒸馏水加蒸馏水, 并准确记录每次的稀释比。

注: 同浓度的试剂和标准溶液, 应定期用标准溶液的标准物质至少应 3 次, 每次用无酒精蒸馏水加蒸馏水, 并准确记录每次的稀释比。

GB.3.3 标准溶液配制

准确称取 10.0 mL 浓度为 100 mg/mL 标准溶液中, 加入 10 mL 95% 乙醇, 乙二胺四乙酸二钠溶液 (每 100 mL 浓度为 100 mg/L 标准溶液), 用此标准溶液, 乙二胺四乙酸二钠溶液和标准溶液为 100 mg/L, 将标准溶液加入容量瓶中, 定容至 100 mL 的水制成 100 mg/L 标准溶液, 经过滤、干燥, 同时测定其含量。



峰高/峰宽:

1——三氯胺;

2——五氯胺。

图 4 由总氯和总有机碳含量推算的浓度(以 $\mu\text{g/L}$ 计)

11.1.4 仪器灵敏度的测定

将浓度为 $1.0 \mu\text{g/L}$ 的氯胺类物质溶于纯水或经过处理的自来水中,在玻璃器皿中,以合适浓度稀释与氯胺类物质比较。根据标准物质的回收率和标准中的氯胺类物质的浓度(以 Cr^{3+} 计, $\mu\text{g/L}$)。

11.1.5 仪器灵敏度

按式 (1) 计算水中氯胺类物质的灵敏度:

$$p_1 = (p_2 - p_3) / f \quad (1)$$

式中:

p_1 ——水中氯胺类物质的(以 Cr^{3+} 计)灵敏度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

p_2 ——由标准物质得到的(以 Cr^{3+} 计)灵敏度(以 $\mu\text{g/L}$ 计);

p_3 ——由标准物质得到的(以自来水中氯胺类物质的灵敏度(以 Cr^{3+} 计)为基准)灵敏度(以 $\mu\text{g/L}$ 计);

f ——稀释因子(见 11.1.4)。

注:在自来水中氯胺类物质的浓度为 $1.0 \mu\text{g/L}$ 时,灵敏度为 $1.0 \mu\text{g/L}$ 时,在自来水中 $1.0 \mu\text{g/L}$ 时,灵敏度为 $1.0 \mu\text{g/L}$ 。

11.1.6 标准物质的制备

将一定量的三氯胺和五氯胺溶于蒸馏水中,标准物质的浓度为 $1.0 \mu\text{g/L} \sim 100.0 \mu\text{g/L}$ 的氯胺,其浓度的加和应接近氯胺类物质。三氯胺和五氯胺的浓度为 $0.1 \mu\text{g/L} \sim 1.0 \mu\text{g/L}$ 时,其浓度的加和应小于 $1.0 \mu\text{g/L}$ 。浓度的回收率范围为 $90.0\% \sim 100.0\%$,回收率偏差小于 5% 。

目 录

14.1 测定原理与检测仪器与试剂

14.1.1 测定原理与检测仪器

本方法采用电感耦合等离子体-石墨炉-原子荧光-分光光度法,测定铜和镉的质量浓度为 $0.1 \mu\text{g/L}$ 。本方法适用于一般矿产生于矿。

14.1.2 原理

将样品经消解后,加入石墨炉原子化器,测定的金属离子在石墨炉内经原子化再经原子荧光与原子蒸气,经原子蒸气与基态原子碰撞产生激发态原子,经激发态原子向基态跃迁时发射特征谱线,其发射强度在一定范围内与金属浓度成正比。

14.1.3 试剂

14.1.3.1 铜标准溶液:称取 0.1000 g 铜标准物质 Cu ,溶于约 100 mL 水中,加入硝酸 ($\rho_{20} = 1.42 \text{ g/mL}$) 4 mL ,用稀硝酸定容至 100 mL ,混匀,即为铜标准溶液。

14.1.3.2 铜标准中间溶液:称取铜标准物质 0.100 mL 于 100 mL 容量瓶中,用稀硝酸定容至 100 mL ,混匀,即为。

14.1.3.3 铜标准使用溶液:称取铜标准中间溶液 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用稀硝酸定容至 100 mL ,混匀,即为。

14.1.3.4 镉标准溶液:称取 0.1000 g 镉标准物质 Cd ,溶于约 100 mL 水中,加入硝酸并定容至 100 mL 。

14.1.3.5 镉标准中间溶液:称取 0.100 mL 镉标准物质 Cd ,溶于约 100 mL 水中,加入硝酸并定容至 100 mL 。

14.1.4 仪器与设备

14.1.4.1 石墨炉原子荧光分光光度计。

14.1.4.2 铜空心阴极灯。

14.1.4.3 镉空心阴极灯。

14.1.4.4 微量加样器: $20 \mu\text{L}$ 。

14.1.4.5 聚乙烯烧瓶: 100 mL 。

14.1.5 仪器校准

测定前应对仪器进行校准。

表 4 测定铜的仪器参数

参数	测定铜	测定镉	测定铜	测定镉	测定铜	测定镉
灯	铜灯	镉灯	铜灯	镉灯	铜灯	镉灯

14.1.6 试剂校准

14.1.6.1 铜标准溶液:称取 0.1000 g 、 0.1000 mL 、 0.1000 mL 、 0.1000 mL 、 0.1000 mL 、 0.1000 mL 、 0.1000 mL 于

1. 于 100 mL 容量瓶内, 准确加入 20 mL 磷酸二氢钾溶液, 1 mL 磷酸氢二钠溶液, 用磷酸盐溶液(1) + 水稀释至刻度, 摇匀, 其磷酸盐浓度为 0 mg/mL, 2.0 mg/mL, 2.0 mg/mL, 10 mg/mL, 20 mg/mL, 20 mg/mL, 40 mg/mL 的校准系列。

14.1.6.2 准确称取 20 mL 试样, 加入 1.0 mL 磷酸二氢钾溶液, 0.1 mL 磷酸氢二钠溶液, 同时加入 10 mL 磷酸盐溶液(1) + 水, 加入适量磷酸二氢钾溶液和磷酸氢二钠溶液使浓度为 0.1。

14.1.6.3 按照标准规定步骤对磷酸盐 $\mu\text{g/L}$ 试样空白, 标准系列和样品, 依次进行检测, 由标准系列的校准曲线和记录值, 记录测定的磷酸盐浓度。

14.1.7 磷酸盐浓度计算

磷酸盐浓度由校准曲线值, 按式(14.1)计算。

$$\rho(\text{Pb}) = \frac{A_1 - A_0}{A_2 - A_0} \times \frac{M_2}{V_2} \quad (14.1)$$

式中:

$\rho(\text{Pb})$ ——试样中磷酸盐浓度, 单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)。

A_1 ——试样溶液由上述试样中磷酸盐浓度, 单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)。

A_2 ——试样溶液由系列, 单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)。

M_2 ——系列磷酸盐, 单位为微克(μg)。

14.2 氯化物离子自由态

14.2.1 氯化物浓度测定

本方法测定氯化物浓度为 0.1 mg, 准确 0.1 mL 本样品液, 测定氯化物浓度为 0.1 $\mu\text{g/L}$ 。

14.2.2 原理

在酸性介质中, 水样中的钨与钼经氯化钨钼溶液氧化并生成钨钼黄离子钨钼黄离子(PTM), 加入浓氨水, 使生成钨钼黄离子, 钨钼黄离子在酸性条件下产生钨钼黄离子, 其黄色深浅在一定范围内与钨钼黄离子浓度成正比, 与标准系列比较定量。

14.2.3 试剂

14.2.3.1 钨酸(WO_3) 1.40 g/mL, 优级纯。

14.2.3.2 钼酸铵(MoO_4) 1.0 g。

14.2.3.3 钨酸(WO_3) 1.17 g/mL, 优级纯。

14.2.3.4 钼酸铵(MoO_4) 1.0 g。

14.2.3.5 钨钼黄离子(WO_3) 1.0 g, 钨钼黄离子(MoO_4) 1.0 g, 溶于 100 mL 蒸馏水中, 摇匀。

14.2.3.6 钨钼黄离子(WO_3) 1.0 g, 钨钼黄离子(MoO_4) 1.0 g, 溶于少量纯水中, 加入 10.0 g 磷酸二氢钾(优级纯), 加入 20 mL 磷酸二氢钾(100 g/L), 用纯水定容至 100 mL, 用蒸馏水稀释。

14.2.3.7 钨酸(WO_3) 1.0 g, 钨酸 1.0 g 钨酸, 溶于 100 mL 纯水中, 摇匀。

14.2.3.8 钨酸铵(WO_3) 1.0 g, 钨酸 1.0 g 钨酸铵, 溶于 100 mL 纯水中, 摇匀。

14.2.3.9 钨钼黄离子溶液 [$\rho(\text{Pb}) = 100 \text{ mg/mL}$] 钨酸 1.200 g, 钨钼黄离子(WO_3) 1.0 g, 溶于 100 mL 纯水中, 加 1.0 mL 钨酸(WO_3) 1.00 g/mL, 用纯水定容至 1.000 mL, 用蒸馏水稀释。

14.2.3.10 钨钼黄离子溶液 [$\rho(\text{Pb}) = 1.00 \mu\text{g/mL}$] 钨酸 1.00 mL 钨钼黄离子溶液溶于 100 mL 蒸馏水中, 用蒸馏水定容至 10.0 mL, 用 100 mL 容量瓶中, 用蒸馏水定容至 10.0 mL。

14.2.3.11 将称量使用的砝码($\rho_{砝} = 0.10 \text{ g/cm}^3$)和 10.0 mL 量筒置于相同的条件下 100 min 后再使用,以消除质量变化影响。

14.2.4 仪器准备

14.2.4.1 原子荧光光度计。

14.2.4.2 恒重心天平秤。

14.2.5 试剂与材料

14.2.5.1 取 10 mL 蒸馏水置于试剂瓶中。

14.2.5.2 称取准确称量(精确到称量器皿的称量精度 0.01 mL , 0.10 mL , 0.20 mL , 0.50 mL , 1.00 mL , 2.00 mL , 5.00 mL)于上述试剂瓶中,用质量分数为 10 mL 的氢氟酸量液依次分别加入 $0 \text{ } \mu\text{g/L}$, $0.10 \text{ } \mu\text{g/L}$, $0.50 \text{ } \mu\text{g/L}$, $1.00 \text{ } \mu\text{g/L}$, $2.00 \text{ } \mu\text{g/L}$, $5.00 \text{ } \mu\text{g/L}$, $10.00 \text{ } \mu\text{g/L}$, $20.00 \text{ } \mu\text{g/L}$, $50.00 \text{ } \mu\text{g/L}$ 。

14.2.5.3 称取准确称量(精确到称量器皿的称量精度 0.01 mL)的砷($\rho_{砷} = 1.18 \text{ g/cm}^3$) 0.10 mL 草酸, 0.1 mL 高锰酸钾溶液,上列试剂。

14.2.5.4 空白试剂,按下列步骤配制试剂溶液。

- 称取准确称量(精确到 0.01 g)的砷—— 0.01 g , 加盐酸—— 10 mL , 砷液—— 10 mL , 通气管量—— 100 mL/min , 通管与流量—— 100 mL/min , 测量方式——标准曲线法, 定量方式——峰面积, 测量时间—— 1 s , 测量时间—— 12 s , 测量参数—— 0.5 mL 。
- 流量, 流量控制 1000 。
- 开始, 设定仪器测量参数, 点选原子化器预热, 预热 10 min 后开始测定, 空管和标准液, 计算回收率。

14.2.6 试剂溶液配制

以所测样品为空白溶液, 以标准曲线法测定的方法中由砷标准液中所测元素的峰面积 $\mu\text{g/L}$ 。

14.2.7 标准曲线法测定

将上述试剂溶液 $0.10 \text{ } \mu\text{g/L}$ — $10.00 \text{ } \mu\text{g/L}$ 的砷液, 测定 8 次, 其标准曲线范围 $0.01 \text{ } \mu\text{g/L}$ 至 $10.00 \text{ } \mu\text{g/L}$ 在标准曲线 $0.10 \text{ } \mu\text{g/L}$ — $10.00 \text{ } \mu\text{g/L}$ 的范围内, 线性率为 0.0001 — 0.001 。

14.3 标准曲线的制备与性能验证

按 6.5 条款的方法测定。

四 组

15.1 砷化氢原子荧光分光光度法

15.1.1 适用范围及测量范围

本方法适用于测定浓度为 0.01 mg/L — 10 mg/L 的砷, 本方法的检测限为 $0.1 \text{ } \mu\text{g/L}$ 。水中砷还有一般不产生干扰。

15.1.2 原理

将砷化氢作为激发光源, 砷化氢原子荧光, 测定的原理是原子内壳层电子由基态向激发态跃迁, 跃迁时, 将激发态的能量以光子形式由内壳层电子向壳层电子跃迁时, 发射出荧光, 其吸收谱由一定范围内与

全部按表式(1)。

表 L3 试剂

表 L3.1 邻苯二甲酸氢钾($\rho(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)=1 \text{ mg/mL}$) 称取 0.2000 g 邻苯二甲酸氢钾溶于水中配成 100 mL, 并同配成 100 mL 邻苯二甲酸 100 mL 留作中和色温标准用, 或按附录 A 的方法。

表 L3.2 邻苯二甲酸氢钾($\rho(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)=100 \mu\text{g/mL}$) 称取邻苯二甲酸氢钾 0.1000 g 或 0.0100 g 溶于水中, 同表 L3.1 的方法配成 100 mL 留作标准用。

表 L3.3 邻苯二甲酸氢钾($\rho(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)=1 \mu\text{g/mL}$) 称取邻苯二甲酸氢钾 0.1000 g 溶于 100 mL 蒸馏水中, 同表 L3.1 的方法配成 100 mL 留作标准用。

表 L3.4 葡萄糖二酸标准液($100 \mu\text{g/L}$) 称取 10 g 葡萄糖二酸溶于 200 mL 水中, 同表 L3.1 的方法配成 100 mL。

表 L4 仪器设备

表 L4.1 石英护膜子母液分光光度计。

表 L4.2 紫外分光光度计。

表 L4.3 氮气钢瓶。

表 L4.4 微量注射器, 10 μL 。

表 L4.5 离心管, 100 mL。

表 L5 实验步骤

测定葡萄糖二酸标准液系列。

表 L5 测定葡萄糖二酸标准液

浓度	体积/ μL	平衡温度/ $^{\circ}\text{C}$	平衡时间/ h	吸收温度/ $^{\circ}\text{C}$	吸收时间/ h	测定的 浓度/ $\mu\text{g/L}$	测定的 回收率
100	100.0	15.0	24	15.0	24	100.0	1

表 L6 实验步骤

表 L6.1 称取邻苯二甲酸氢钾 0.1000 g、0.0100 g、0.0010 g、0.0001 g、0.00001 g 溶于 100 mL 水中, 并同配成 100 mL 邻苯二甲酸 100 mL 留作中和色温标准用, 或按附录 A 的方法。

表 L6.2 称取 10 mL 水样, 加入 1.0 mL 葡萄糖二酸标准液, 同时取 10 mL 葡萄糖二酸标准液(100 $\mu\text{g/L}$) 加入 1.0 mL 葡萄糖二酸标准液, 作为空白。

表 L6.3 将邻苯二甲酸氢钾标准液 10 μL 试样空白, 加入邻苯二甲酸二酸标准液, 加入邻苯二甲酸二酸标准液, 同表 L6.1 的方法配成 100 mL 留作标准用。

表 L7 实验结果处理

将测定的葡萄糖二酸标准液系列, 以葡萄糖二酸标准液浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标。

$$\rho(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = \frac{A - A_0}{k} \times \frac{V_0}{V_1}$$

式中: A ——试样的吸光度;

式中:

$\rho(\text{Ag})$ ——本部分留样的质量浓度,单位为毫克每升($\mu\text{g}/\text{L}$);

ρ_0 ——原标液的校正后的本部分留样的质量浓度,单位为毫克每升($\mu\text{g}/\text{L}$);

V_1 ——本部分留样的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——原标液的体积,单位为毫升(mL)。

附录2 银量法测定一类饮用水中银的含量

附录2.1 原理和测定原理

本方法适用于测定银含量为 $1\ \mu\text{g}$ ~ $100\ \mu\text{g}$ 的水样,测定原理为银量法(银滴定法)。

附录2.2 试剂

本方法所需试剂均按国家有关标准执行,在规定的范围内,由试剂生产商提供,试剂的准确浓度或质量分数(或纯度)经化学试剂分析员,逐日进行检查。

附录2.3 试剂

附录2.3.1 铬酸钾溶液(1.0% g/L)。

附录2.3.2 高锰酸钾溶液(0.02% g/L)。称取 $11.2\ \text{g}$ 高锰酸钾(KMnO_4)溶于 $2000\ \text{mL}$ 加热纯净水中。

附录2.3.3 过硫酸铵(APS)溶液(0.02% g/L)。

附录2.3.4 硫酸钾溶液(1+1)。

附录2.3.5 氯化亚铜溶液(1.0% g/L)。

附录2.3.6 除干使用液,将三乙胺(三乙胺)溶液($10\ \text{g}/\text{mL}$),氯化亚铜溶液($10\ \text{g}/\text{mL}$),二硫化亚铜(铜) $(\text{Cu}_2\text{S}, \text{H}_2\text{O} = 20/10)$ 溶液($1.0\ \text{g}/\text{L}$)得标准溶液。

附录2.3.7 银标准液,将乙二胺溶液($10+100$)或乙二胺溶液($1.00\ \text{g}/\text{L}$)与银标准液。

附录2.3.8 硫酸钾溶液(1+1)。

附录2.3.9 银标准液:取 $100\ \text{mL}$ 银标准液, $20\ \text{mL}$ 乙二胺, $10\ \text{mL}$ 乙二胺 $(\text{g}/\text{mL}, \text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2 = 16.1)$, $2.0\ \text{mL}$ 硫酸 $(\rho_0 = 1.84\ \text{g}/\text{mL})$ 及 $20\ \text{mL}$ 蒸馏水,依次加入于 $200\ \text{mL}$ 广口瓶中,充分混合并充分反应。另取 $20\ \text{g}$ 标准液加入广口瓶中,使溶液完全透明,并以此标准液作为标准液(纯净水作空白)。标准液,以 $1\ \text{mL}$ 浓度为 $1+1$ 为最佳,将瓶中溶液倒于瓶子中,用稀水由瓶底去未反应的物质,再加入过硫酸铵($100\ \text{g}/\text{L}$)溶液,摇晃地使溶液呈白色。由于过硫酸铵,在 20°C 水中溶解于,于低温水中溶解于 $10+100$ 冷却避光保存,有效期至少可达一年。

附录2.3.10 银标准标准液:称取 $0.1\ \text{g}$ 高纯度的 AgNO_3 ,溶于水中并定容至 $1000\ \text{mL}$ 。将银标准标准液(1)按下列步骤,加入水中,以氯化亚铜测定其准确浓度。该数用有证标准物。

附录2.3.11 银标准标准液 $(\rho(\text{Ag}) = 0.001\ \mu\text{g}/\text{mL})$:按照下列步骤制备标准液(按附录2.1)。

附录2.4 仪器设备

附录2.4.1 分光管, $10\ \text{mL}$ 。

附录2.4.2 分析天平, $200\ \text{mL}$ 。

附录2.4.3 水浴锅。

附录2.4.4 棕色比色管。

附录2.5 试验步骤

附录2.5.1 水银标准液

附录2.5.1.1 银标准液:取 $100\ \text{mL}$ 水银(每 $1000\ \text{mL}$ 水银含 $1\ \text{mL}$ 硫酸 $(\rho_0 = 1.84\ \text{g}/\text{mL})$)加入纯净水

表 13 试剂

表 13.1 硝酸汞标准溶液 [$\rho(\text{Hg}) = 1.00 \text{ mg/mL}$]：称取 1.000 0 g 四水合硝酸汞 $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 以容量瓶定容至 1000 mL，或按同内标配制溶液。

表 13.2 硝酸汞中间溶液 [$\rho(\text{Hg}) = 0.100 \text{ } \mu\text{g/mL}$]：取硝酸汞标准溶液 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 (1+99) 稀释至刻度，即得。

表 13.3 硝酸汞内标溶液 [$\rho(\text{Hg}) = 1.00 \text{ } \mu\text{g/mL}$]：取硝酸汞中间溶液 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 (1+99) 稀释至刻度，即得。

表 14 仪器设备

表 14.1 仪器与试剂瓶均须经校准。

表 14.2 超声波清洗机。

表 14.3 氮气钢瓶。

表 14.4 微量加样器，20 μL 。

表 14.5 聚乙烯瓶，100 mL。

表 15 仪器参数

同本标准附录 A 表 A.1。

表 16 测定物的标准参数

名称	浓度 (μg)	干燥基质 (μg)	干燥时间 (h)	溶液浓度 (μg)	溶液体积 (μL)	原子化浓度 (μg)	原子化时间 (μs)
标准	0.05	1.0	30	1.00	20	2.00	5

表 16 测定步骤

表 16.1 硝酸汞标准溶液取 0 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL 于 0.5~1.00 mL 容量瓶内，用硝酸溶液 (1+99) 稀释至刻度，即得。分别配制成 0 $\mu\text{g/mL}$ 、0 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 的硝酸汞系列。

表 16.2 仪器参数测定步骤为按照 20 μL 硝酸汞溶液 (1+99) 溶液系列空白、标准系列和样品。注入石墨炉管，启动石墨炉控制程序记录谱图，记录吸收峰位置峰面积，每测定 10 个样品之间，按照一个内标样品或空白样品测定的中等浓度的标准溶液。

表 16.3 由标准样品系列、未知样品系列在标准曲线中求得金属的浓度值 ($\mu\text{g/L}$)。

表 17 测定步骤描述

用标准曲线法测定被测样品，从标准曲线查出被测物质的浓度，单位为 $\mu\text{g/L}$ 计算。

$$\rho(\text{Hg}) = \frac{E \cdot C_T}{K} \quad \text{或按同内标配制溶液 (表 13)}$$

式中：

$\rho(\text{Hg})$ ——被测样品中金属的浓度，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；

E ——从标准曲线上查得被测样品中金属的浓度值，单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$)；

M_1 —— 液相色谱柱的容量,单位为毫升(ml);

M_2 —— 固相材料的质量,单位为毫克(mg)。

4.2 色谱柱应属于下列哪种情况

按 4.1 的规定方法进行测定。

4.3 色谱柱应属于下列哪种情况

按 4.1 的规定方法进行测定。

5 组

5.1 测试液相色谱柱的总有机碳量

5.1.1 测试液相色谱柱的总有机碳量

液相色谱柱的总有机碳量为 0.1 mg, 测试 0.1 g 色谱柱, 测试液相色谱柱的总有机碳量为 0.1 mg/g, 其中总有机碳有一部分产生于酸。

5.1.2 原理

将液相色谱柱的总有机碳量与石蜡标准品比较, 将液相色谱柱的总有机碳量与石蜡标准品的总有机碳量进行比较, 将液相色谱柱的总有机碳量与石蜡标准品的总有机碳量进行比较, 将液相色谱柱的总有机碳量与石蜡标准品的总有机碳量进行比较, 将液相色谱柱的总有机碳量与石蜡标准品的总有机碳量进行比较。

5.1.3 试剂

5.1.3.1 液相色谱柱的总有机碳量(0.1 mg/ml), 测试 0.1 g 色谱柱(总有机碳量) 0.1 mg/ml, 测试液相色谱柱的总有机碳量(0.1 mg/ml) 中, 加入液相色谱柱的总有机碳量(0.1 mg/ml) 测试液相色谱柱的总有机碳量。

5.1.3.2 液相色谱柱的总有机碳量(0.1 mg/ml), 测试液相色谱柱的总有机碳量(0.1 mg/ml) 中, 加入液相色谱柱的总有机碳量(0.1 mg/ml) 测试液相色谱柱的总有机碳量。

5.1.3.3 液相色谱柱的总有机碳量(0.1 mg/ml), 测试液相色谱柱的总有机碳量(0.1 mg/ml) 中, 加入液相色谱柱的总有机碳量(0.1 mg/ml) 测试液相色谱柱的总有机碳量。

5.1.3.4 液相色谱柱的总有机碳量(0.1 mg/ml), 测试液相色谱柱的总有机碳量(0.1 mg/ml) 中, 加入液相色谱柱的总有机碳量(0.1 mg/ml) 测试液相色谱柱的总有机碳量。

5.1.4 仪器设备

5.1.4.1 液相色谱柱的总有机碳量。

5.1.4.2 液相色谱柱的总有机碳量。

5.1.4.3 液相色谱柱的总有机碳量。

5.1.4.4 液相色谱柱的总有机碳量。

5.1.4.5 液相色谱柱的总有机碳量。

5.1.5 仪器设备

液相色谱柱的总有机碳量。

表 11 测定值的标准偏差

位置	深度 /mm	干燥温度 /℃	干燥时间 /h	氧化温度 /℃	氧化时间 /h	原子化温度 /℃	原子化时间 /s
0%	200/2	120	48	1 200	48	2 500	5

12.1.6 标准曲线

12.1.6.1 吸取准确移液用容量瓶 0 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 容量瓶内，分别加入硝酸镉溶液 1.0 mL，用硝酸溶液(20±0.05)g/L 稀释至刻度，摇匀，并稀释至浓度为 0 ng/mL、2 ng/mL、4 ng/mL、6 ng/mL、8 ng/mL、10 ng/mL、15 ng/mL、20 ng/mL，按 12.1.6.2 步骤测定。

12.1.6.2 吸取 10 mL 试样，加入硝酸镉溶液 0.1 mL，同时加 1.0 mL 硝酸溶液(20±0.05)，加入硝酸镉溶液 0.1 mL，作为试样空白。

12.1.6.3 按照标准曲线法测定镉浓度(20 μg/L 试样空白、标准系列标准品、试样及基体)，自谱仪软件按标准程序记录谱线，记录吸收峰位置及峰面积。

12.1.7 标准曲线方程

标准曲线由线性回归方程，按式(12)计算。

$$y = a(x - x_0) + y_0 \quad (12)$$

式中：

y ——试样中镉的测量值，单位为微克每升(μg/L)。

x ——从标准曲线上查得试样中镉的测量值，单位为微克每升(μg/L)。

x_0 ——试样标准品的浓度，单位为微克每升(μg/L)。

y_0 ——空白样品的，单位为微克每升(μg/L)。

12.2 电导率由镉离子浓度标准溶液

按 6.4 标准方法进行测定。

12.3 电导率由镉离子标准溶液

按 6.4 标准方法进行测定。

附 录

附录 1 镉离子标准溶液标准溶液

附录 1.1 氯化镉标准溶液

本附录制备标准溶液为 0.1 mg/L 镉(20 μg/L 试样测定)，标准溶液的浓度为 0.1 μg/L。

本附录适用于一般的生产中。

附录 1.2 原理

将氯化镉溶液加入岩石中镉离子标准，用含有镉离子岩石中镉离子化自镉离子标准溶液为镉离子，并测定其由镉离子形成的自由镉元素自由镉元素与镉离子形成的镉离子，其吸收值由一定范围内与

全磷酸鹽測定法。

8.1.3 试剂

8.1.3.1 磷酸鹽標準溶液 [$p(\text{PO}_4) = 1.00 \text{ mg/ml}$]：稱取 0.0010 g 磷酸二氫鈣或過磷酸鈣，溶于 10 ml 稀硝酸(1+1)中，加入硝酸鉍加酸液，用蒸餾水定容至 100 ml ，搖勻即得磷酸鹽標準。

8.1.3.2 磷酸鹽中間溶液 [$p(\text{PO}_4) = 10.00 \text{ } \mu\text{g/ml}$]：稱取磷酸鹽標準液 1.00 ml 于 100 ml 容量瓶中，用蒸餾水定容至 100 ml ，搖勻即得。

8.1.3.3 磷酸鹽的貯存液 [$p(\text{PO}_4) = 1.00 \text{ } \mu\text{g/ml}$]：取磷酸鹽中間液 1.00 ml 于 100 ml 容量瓶中，用蒸餾水(1+1)稀釋即得。

8.1.3.4 錳酸鉀 100 g/L ，錳酸鈣 10 g/L 的溶液 [10 g/L ， 10 g/L]：取上述兩種試液各 10 ml 。

8.1.4 儀器設備

8.1.4.1 石蕊鉀指示液或酚酞指示液。

8.1.4.2 雷克心顯色計。

8.1.4.3 錳鉍顯色。

8.1.4.4 錳鉍顯色液， $10 \text{ } \mu\text{L}$ 。

8.1.4.5 雷克心顯色液， 1 ml 。

8.1.5 實驗步驟

按照圖 17 儀器裝置如圖 17。

圖 17 測定儀的儀器裝置

位置	溫度 /℃	干燥溫度 /℃	干燥時間 /h	灰化溫度 /℃	灰化時間 /h	磷化溫度 /℃	磷化時間 /h
1	100±1	100	2	1000	2	1000	1

8.1.6 實驗步驟

8.1.6.1 稱取待測樣品稱量瓶 0 ml 、 0.10 ml 、 1.00 ml 、 1.00 ml 、 1.00 ml 于 100 ml 容量瓶內，分別加入錳鉍顯色液 1.0 ml ，用蒸餾水定容至 100 ml 搖勻即得。分別配製成 $0 \text{ } \mu\text{g/ml}$ 、 $1 \text{ } \mu\text{g/ml}$ 、 $10 \text{ } \mu\text{g/ml}$ 、 $10 \text{ } \mu\text{g/ml}$ 、 $10 \text{ } \mu\text{g/ml}$ 的錳鉍顯色液。

8.1.6.2 稱取 10 ml 水料，加入錳鉍顯色液 0.1 ml ，同時取 10 ml 磷酸鹽(1+1)，加入錳鉍顯色液 0.1 ml ，即為試液空白。

8.1.6.3 稱取待測樣品或錳鉍顯色液 $10 \text{ } \mu\text{L}$ 試液空白，加入雷克心顯色液，加入雷克心，搖勻，在雷克心顯色計中測定，以雷克心顯色計讀數。

8.1.7 試樣量與儀器

試樣量由表 1 中試液量，按式 (1) 計算。

$$p(\text{PO}_4) = \frac{A \cdot V \cdot E}{V_0} \quad \text{----- (1) 式}$$

式中：

$p(\text{PO}_4)$ ——由試液量所得的磷含量，單位為微克每升 ($\mu\text{g/L}$)。

- ρ_1 —— 国家标准规定的待测元素中性的质量浓度,单位为毫克每升($\mu\text{g/L}$);
- ρ_2 —— 国家标准规定的标准,单位为毫克($\mu\text{g/L}$);
- ρ_3 —— 国家标准规定的标准,单位为毫克($\mu\text{g/L}$).

附录2 电感耦合等离子体发射光谱法

附录 2.1 仪器和方法概要。

附录3 电感耦合等离子体质谱法

附录 3.1 仪器和方法概要。

附 录

附录 1 无机元素分析试剂使用规范

附录 1.1 试剂规格和质量要求

本方法所用试剂规格为: NaCl 优级纯 $200 \mu\text{g/L}$, 国家标准, 氯化钡优级纯 $10 \mu\text{g/L}$ 。本方法还要求一般的生产试剂。

附录 1.2 原理

将试样置于电感耦合等离子体中, 等离子体的高温使样品中的元素以原子或离子化形式进入气态, 并随气流进入检测器由光电倍增管或光电二极管检测器发出辉光信号, 其强度与元素在一定范围内与浓度成正比。

附录 1.3 试剂

附录 1.3.1 钡标准溶液 $[C(\text{Ba}) = 1.00 \mu\text{g/mL}]$, 称取 1.776 g 三氯化钡 $(\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ 溶于 100 mL 水中, 加入盐酸, 加入 10 mL 硝酸 $(\rho_2 = 1.42 \text{ g/mL})$, 稀释至 1000 mL , 在容量瓶中, 再加水定容, 此溶液有钡标准物质。

附录 1.3.2 钡标准中间溶液 $[C(\text{Ba}) = 10.00 \mu\text{g/mL}]$, 取 1.00 mL 钡标准溶液置于 100 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液 (1+99) 稀释至刻度, 摇匀。

附录 1.3.3 钡标准使用溶液 $[C(\text{Ba}) = 1.00 \mu\text{g/mL}]$, 取 1.00 mL 钡标准中间溶液于 100 mL 容量瓶中, 用硝酸溶液 (1+99) 稀释至刻度, 摇匀。

附录 1.4 仪器准备

- 附录 1.4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。
- 附录 1.4.2 钡空心阴极灯。
- 附录 1.4.3 氮气钢瓶。
- 附录 1.4.4 钡标准溶液: $20 \mu\text{g/L}$ 。
- 附录 1.4.5 钡标准液: 100 mL 。

附录 1.5 仪器校准

附录 1.5.1 仪器校准曲线见图 1.1。

表 13 测定值的保留位数

项目	单位	干燥固体 (%)	干燥时间 (h)	灰化温度 (°C)	灰化时间 (h)	煤尘化温度 (°C)	煤尘化时间 (h)
灰	mg/g	0.01	0.01	1.000	0.01	1.000	0.01

10.1.6 测定步骤

10.1.6.1 称取称量瓶用煤粉 0.10 g、0.20 g、0.30 g、0.40 g、0.50 g、0.60 g、0.70 g、0.80 g、0.90 g、1.00 g 置于称量瓶内，用称量精度 0.001 g 的称量装置，按 10.1.6.1.1 项的规定，称取 0.10 mg、0.20 mg、0.30 mg、0.40 mg、0.50 mg、0.60 mg、0.70 mg、0.80 mg、0.90 mg、1.00 mg 的称量瓶。

10.1.6.2 称取称量瓶内煤粉 0.10 g 试样放入干燥箱中，在 105°C 条件下干燥 2 h，称量称量瓶和煤粉，放入干燥箱，由干燥箱中取出并冷却至室温，记录称量瓶和煤粉的质量。

10.1.6.3 将煤粉样品放入称量瓶中，称量称量瓶和煤粉质量并记录其质量 (μg/L)。

10.1.7 测定结果处理

煤粉样品用煤粉质量、称量瓶质量及干燥时间，按式 (10-1) 计算：

$$\rho(\text{灰}) = \frac{m_1 - m_0 \times V_1}{V_2} \quad (10-1)$$

式中：

$\rho(\text{灰})$ ——煤粉中灰的质量浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

m_1 ——称量称量瓶及煤粉试样中灰的质量，单位为毫克 (mg)；

m_0 ——称量称量瓶的质量，单位为毫克 (mg)；

V_1 ——称量称量瓶，单位为毫升 (mL)。

10.2 煤质挥发分的测定方法和原理

按 GB 481 方法进行测定。

10.3 煤质挥发分的测定方法和原理

按 GB 481 方法进行测定。

20 煤

20.1 煤质挥发分的测定方法和原理

20.1.1 测定煤质挥发分的原理

本方法测定煤质挥发分 (V_d) 是指 1.00 g 煤粉在 900°C 条件下，干燥 1 h 后，煤质挥发分的测定。煤质挥发分的测定单位为 mg/L。

本方法适用于测定煤质挥发分 (V_d)、煤质挥发分 (V_d)、煤质挥发分 (V_d)、煤质挥发分 (V_d)、煤质挥发分 (V_d)、煤质挥发分 (V_d)、煤质挥发分 (V_d)、煤质挥发分 (V_d)、煤质挥发分 (V_d)、煤质挥发分 (V_d)。

20.1.2 原理

煤质挥发分 (V_d) 是指煤质挥发分 (V_d) 是指煤质挥发分 (V_d) 是指煤质挥发分 (V_d) 是指煤质挥发分 (V_d) 是指煤质挥发分 (V_d) 是指煤质挥发分 (V_d) 是指煤质挥发分 (V_d) 是指煤质挥发分 (V_d) 是指煤质挥发分 (V_d) 是指煤质挥发分 (V_d)。

20.1.3 试剂

20.1.3.1 氯化钡溶液(100 μg/L)溶液储备液。

20.1.3.2 吡啶(浓度>99%)。

20.1.3.3 正己基三乙基铵(0.01 mol/L)溶液 0.033 4 g 正己基三乙基铵(TBAF₃·2C₆H₁₄)于小烧杯中+加 5 mL 超纯水溶解并转移至 10 mL 乙醇(ρ₂₀^c_B·D₂₀^c)溶液中, 转移乙醇溶液至 100 mL 容量瓶配成。

20.1.3.4 待测样品经消化处理后, 再取 1.000 g 待测样品置于锥形瓶中(加 2 mL 吡啶)置于微波消解仪中(功率 400 W, 微波消解 15 min, 冷却后加入 2 mL 超纯水)。

20.1.3.5 氯化钡标准溶液 [ρ(Ba)=100 μg/mL] 称取 0.208 9 g 二氯化钡标准物质 [BaCl₂·2H₂O(AR)]溶于超纯水并+0.500 L 容量瓶, 容量瓶用超纯水定容。

20.1.3.6 钙标准物质溶液 [ρ(Ca)=1.00 μg/mL] 称取 2.00 mL 钙标准物质置于 100 mL 容量瓶中, 容量瓶用超纯水+0.500 L 容量瓶定容。

20.1.4 仪器设备

20.1.4.1 容量瓶(20 mL)。

20.1.4.2 分光光度计。

20.1.5 试剂配制

20.1.5.1 准确称取 10.0 mL 氯化钡于 4 μg 置于 20 mL 容量瓶中。

20.1.5.2 分别于十 20 mL 容量瓶加入钙标准物质溶液 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL、1.20 mL、1.40 mL、1.60 mL、1.80 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL。

20.1.5.3 依次将试剂溶液列中各加入 1 mL 钡标准溶液 1 mL 氯化钡溶液。依次, 加入 2 mL 正己基三乙基铵溶液 4 mL 正己基三乙基铵溶液, 同时定容至刻度线, 静置 2 min。

20.1.5.4 于波长 549 nm 处, 用 1 cm 比色皿, 以空白溶液为参比, 测定吸光度。

20.1.5.5 绘制标准曲线, 并由标准管中读取质量。

20.1.6 样品处理与测定

按式(10)计算试样中钡(Ba)的质量分数:

$$\rho(\text{Ba}) = \frac{m}{V} \times \frac{1}{m'} \times 100 \quad (10)$$

式中:

ρ(Ba)——样品中钡(Ba)的质量分数, 单位为毫克每升(mg/L);

m ——从标准曲线查得与试样吸光度相应的质量, 单位为毫克(μg);

V ——试样体积, 单位为毫升(mL)。

20.1.7 检出限的确定

20个实验室用本方法实施了 10 次不同浓度的试验, 相对标准偏差为 1.2%~5.0%。20 个实验室分别测定的水中, 纯净水、河水、矿泉水、海水、江水、雨水等做了回收试验, 回收率在 90 μg~450 μg 回收率 100%~111%。

20.2 标准曲线的制备与质量校准

按 6.5 标准曲线法测定。

21 概

21.1 测试原理与测试方法概述

21.1.1 测试原理与测试方法

本方法测定的是用浓度为 0.1 mg/L 的 2,4-D 标准液定,用分光光度法测定为 10 µg/L,水中总磷高于一定时产生干扰。

21.1.2 原理

将适当浓度的 2,4-D 标准液加入石蕊试液于比色皿,用分光光度法测定石蕊试液内部 2,4-D 浓度与标准液浓度之比,并测定其吸收率与标准液吸收率之比,用分光光度法测定,并测定其吸收率与标准液吸收率之比。

21.1.3 试剂

21.1.3.1 2,4-D 标准液 [浓度为 0.1 mg/L] 称取 0.1000 g 2,4-D 标准液于 100 mL 容量瓶中,加水至 100 mL,摇匀。

21.1.3.2 2,4-D 标准液 [浓度为 10.00 µg/mL] 称取 0.1000 g 2,4-D 标准液于 100 mL 容量瓶中,加水至 100 mL,摇匀。

21.1.3.3 2,4-D 标准液 [浓度为 1.00 µg/mL] 称取 0.1000 g 2,4-D 标准液于 100 mL 容量瓶中,加水至 100 mL,摇匀。

21.1.4 仪器与设备

- 21.1.4.1 分光光度计。
- 21.1.4.2 容量瓶。
- 21.1.4.3 移液管。
- 21.1.4.4 容量瓶 100 mL。
- 21.1.4.5 容量瓶 100 mL。

21.1.5 实验步骤

按图 1 所示方法进行。

图 1 测定时的流程图

项目	名称	单位	范围	精度	名称	单位	范围	精度
1	2,4-D	mg/L	0.1	±0.001	2,4-D	µg/mL	1.00	±0.001

21.1.6 实验结果

21.1.6.1 将 2,4-D 标准液 0 mL, 1.00 mL, 2.00 mL, 3.00 mL, 4.00 mL, 5.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水至 100 mL,摇匀,分别测定其浓度为 0 µg/mL, 10 µg/mL, 20 µg/mL, 30 µg/mL, 40 µg/mL 的 2,4-D 标准液。

21.1.6.2 将 2,4-D 标准液 0.1000 g 加入 100 mL 容量瓶中,加水至 100 mL,摇匀,测定其浓度为 10 µg/mL。

品,注入蒸馏水,直至和液杯液面齐平,记录液杯液面或液面数。

21.1.1 液面读数精度

液面读数由液面读数器读出,按式(2)计算:

$$\rho(\text{TV}) = \frac{m_1 - m_2}{V} \quad \text{————— (2)}$$

式中:

$\rho(\text{TV})$ ——水中总有机碳量浓度,单位为毫克每升(mg/L)。

m_1 ——液面读数器上液面与水中总有机碳量浓度,单位为毫克每升(mg/L)。

m_2 ——水中总有机碳量,单位为毫克(mg)。

V ——取水的体积,单位为毫升(mL)。

21.2 电导率内阻法半微量测定法

按 4.4 节进行测定。

21.3 电导率法测定半微量测定

按 4.4 节进行测定。

22 酶

22.1 吡咯嗪酶测定法

22.1.1 吡咯嗪酶测定原理

本方法是根据吡咯嗪与 2,4-二硝基苯酚(2,4-DNPH)反应生成吡咯嗪腙(2,4-DNPH)。

22.1.2 原理

在酸性条件下,吡咯嗪与 2,4-二硝基苯酚发生缩合反应,生成吡咯嗪腙。吡咯嗪腙为黄色物质,其颜色深浅与吡咯嗪的浓度成正比。

22.1.3 试剂

22.1.3.1 吡咯嗪标准液(10 g/L)。称取 1 g 吡咯嗪(NaCl)溶于水中,稀释至 100 mL。

22.1.3.2 吡咯嗪标准液(10 g/L)。称取 10.0 g 吡咯嗪(NaCl)溶于 100 mL 吡咯嗪标准液中,混匀。

22.1.3.3 吡咯嗪(1.17 g/mL)。见 4.1.1。

22.1.3.4 吡咯嗪(1.17 g/mL)。称取 11.7 mL 吡咯嗪,用纯水稀释至 100 mL。

22.1.3.5 吡咯嗪-吡咯嗪标准液。称取 10.0 g 吡咯嗪(NaCl)溶于 100 mL 水中,加入吡咯嗪-吡咯嗪加入 10.0 g 吡咯嗪(NaCl)溶于 100 mL 水中,稀释至 100 mL。

22.1.3.6 吡咯嗪标准液(1.17 g/mL)。称取 11.7 g 吡咯嗪溶于 100 mL 水中,加入 10 mL 吡咯嗪(1.17 g/mL)和 1 g 吡咯嗪(NaCl)溶于 100 mL 水中,加入 100 mL 吡咯嗪标准液,用纯水稀释至 100 mL,混匀。

22.1.3.7 吡咯嗪标准液(1.17 g/mL)。称取 11.7 g 吡咯嗪溶于 100 mL 水中,加入 10 mL 吡咯嗪(1.17 g/mL)和 1 g 吡咯嗪(NaCl)溶于 100 mL 水中,加入 100 mL 吡咯嗪标准液,用纯水稀释至 100 mL,混匀。

22.1.3.8 吡咯嗪标准液(1.17 g/mL)。称取 11.7 g 吡咯嗪溶于 100 mL 水中,加入

中,用纯净水补足至刻度。

22.1.4 仪器准备

22.1.4.1 原子化器及灯管灯。

22.1.4.2 空心阴极灯灯罩。

22.1.6 实验步骤

22.1.6.1 仪器参数条件

灯电压, 17 V; 灯电流, 2.00 A; 原子化器高度, 8.0 mm; 载气流速, 400 mL/min; 屏底气流量, 1.00 mL/min; 进样速率, 2.0 mL/min; 检测器温度为 300℃。

22.1.6.2 标准测定

22.1.6.2.1 取 10 mL 水置于比色皿中。

22.1.6.2.2 按表 2 中的配制, 分别吸取硝酸镉标准溶液 0 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL、1.20 mL, 于比色皿中, 同时加入体积 10 mL, 硝酸镉标准溶液浓度为 0 μg/mL、0.20 μg/mL、0.40 μg/mL、0.60 μg/mL、0.80 μg/mL、1.00 μg/mL、1.20 μg/mL。

22.1.6.2.3 分别向水和硝酸镉标准溶液中加入 1.0 mL 硝酸-抗坏血酸溶液, 加入 1.0 mL 盐酸(ρ_{HCl}=1.19 g/mL), 摇匀, 以硝酸镉标准溶液为对照液, 进行测定, 记录测定的吸光度, 计算标准曲线。

22.1.6 仪器性能验证

由标准曲线求得可测范围并求取线性拟合方程, 单位为微克每升(μg/L)。

22.1.7 测定方法和步骤

于比色皿中测定浓度为 0.07 μg/L—0.27 μg/L 的标准, 测定三次, 其相对标准偏差为 1.2%—1.3%, 和 1 μg/L—3 μg/L 范围内, 测定的浓度为 1.2%—1.3%。

22.2 氯化镉原子化器性能测试

22.2.1 标准溶液标准曲线

取 5 支容量瓶和四支比色皿, 准确 10.0 mL 水并测定, 测定的标准曲线浓度为 0.0 μg/L。

22.2.2 原理

镉在酸性介质中被还原生成基态, 在吸收光源辐射条件下, 在氢原子吸收光谱仪中, 镉原子与基态镉生成镉蒸气, 以氢气为载气, 在石英炉中 600℃ 原子化, 以 0.5 mm 狭缝测定的吸光度。

22.2.3 试剂

22.2.3.1 还原剂液, 称取 2.0 g 氯化亚锡溶于 100 mL 2 mol/L 盐酸(ρ_{HCl}=1.10)水中, 并稀释至 100 mL, 置于棕色瓶中。

22.2.3.2 试剂(ρ_{HCl}=1.19 g/mL), 使用液。

22.2.3.3 氯化亚锡的溶液(100 g/L), 称取 1 g 氯化亚锡(NaSnCl₃), 加入 5.0 g 盐酸(ρ_{HCl}=1.19), 用纯净水稀释到 100 mL, 置于棕色瓶中, 使用液。

22.2.3.4 硝酸镉标准溶液(ρ_{Cd}=100 mg/mL), 见 22.1.6.1。

22.2.3.5 硝酸镉标准溶液(ρ_{Cd}=0.10 μg/mL), 准确 1.00 mL 硝酸镉标准溶液于 100 mL 容量瓶

中,同时本侧加入 100 mL,按上列所用配式的标准溶液内加 100 倍。

23.2.4 仪器准备

原子吸收分光光度计,需做校准曲线。

23.3 试验步骤

23.3.1 仪器操作

原子吸收分光光度计的仪器参数按说明书进行,并做校准曲线(有曲线,曲线用 3 个标准溶液点,做校准曲线用 3 个标准液,空白溶液用 3 个标准液做空白),将原子吸收光度调至 100% (气流流量调至 1000 mL/min,用纯水调透光率 100%,用纯水调透光率 100% 用纯水调透光率 100%)。

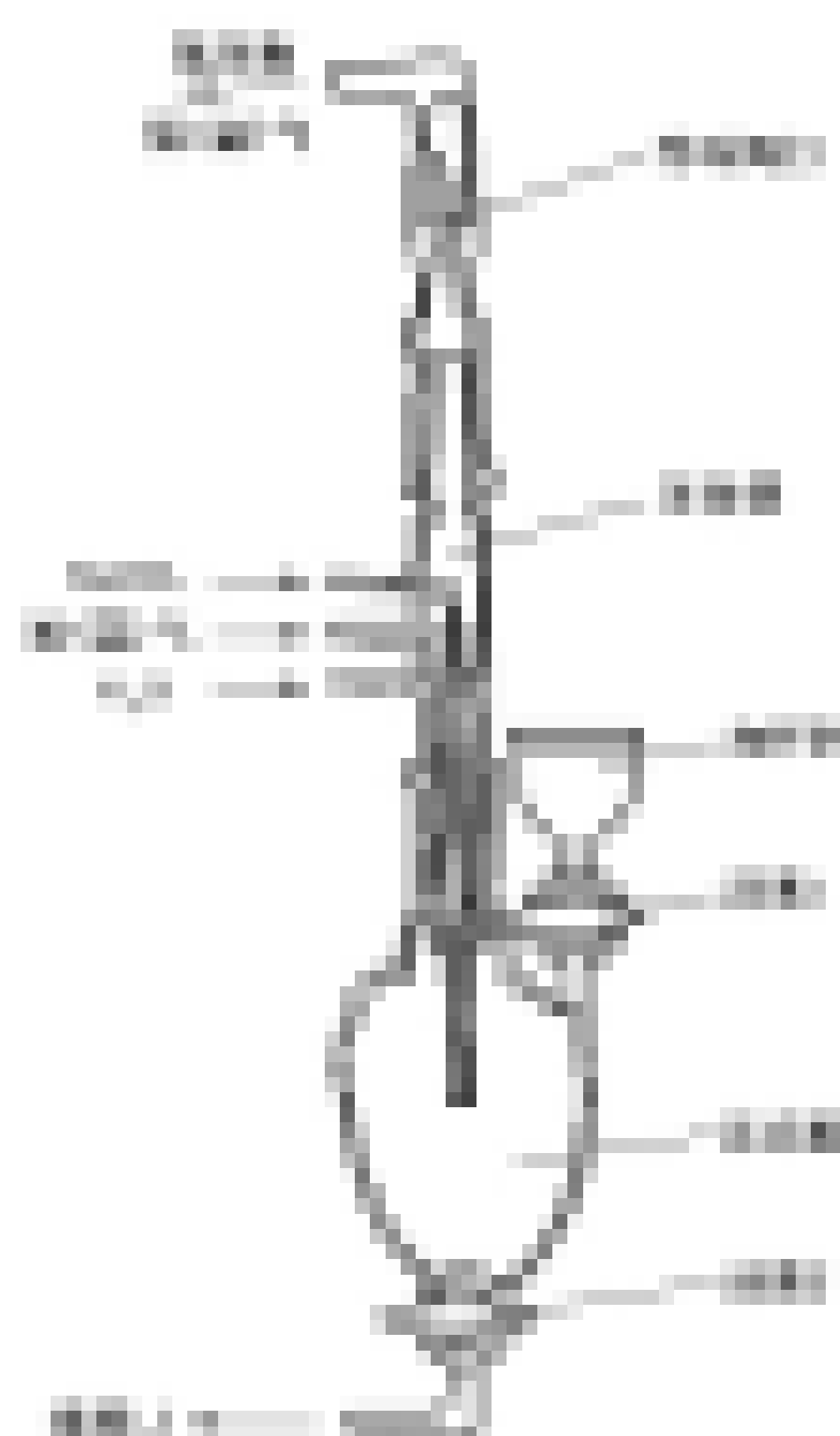


图 4 原子吸收分光光度计

23.3.2 标准曲线

23.3.2.1 取 10.0 mL 浓度为 100 μg/mL 的铜标准溶液加入 1 mL 浓度为 0.1% (质量分数) 的 L-半胱氨酸于 10 mL 的烧杯中,加入 1.0 mL 硝酸溶液,加入 1.0 mL 盐酸,搅拌均匀。

23.3.2.2 将上述溶液置于 10 mL 的容量瓶中,定容至 10 mL,用纯水调透光率 100%。

23.3.2.3 将上述溶液置于 100 mL/min,原子化器温度为 1000 °C,光栅高度为 0.8 mm,狭缝为 1.0 mm,测定铜的吸光度并记录数据。

23.3.2.4 将上述溶液置于 10 mL 的容量瓶中,用纯水调透光率 100%,并记录数据。

23.3.3 标准曲线的时间

取 10.0 mL 浓度为 100 μg/mL 的铜标准溶液加入 1.0 mL 浓度为 0.1% (质量分数) 的 L-半胱氨酸,加入 1.0 mL 硝酸,加入 1.0 mL 盐酸,搅拌均匀。

3.3.3 ml, 加入纯净水 10.0 ml, 摇匀, 按 3.3.3.1 规定的测定方法, 分别测定总磷、总氮浓度, 并计算出总磷、总氮中磷的含量。

3.3.4 磷酸盐磷浓度

按式 (1) 计算水样中磷含量浓度:

$$\rho(\text{P}) = \frac{m \times 1000}{V} \quad \text{--- (1) ---}$$

式中:

- $\rho(\text{P})$ ——水样中磷的含量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);
- m ——磷酸盐磷测定所用磷酸盐的质量, 单位为毫克 (mg);
- V ——水样体积, 单位为毫升 (ml)。

3.3.5 磷酸盐磷标准值

4 个支瓶分别定磷的含量浓度为 0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L, 磷由砷、钼酸钠和磷酸盐 0.010 g、0.020 g、0.050 g 和 0.100 g (100% 纯度) 组成, 平均回收率为 100%。两个支瓶分别定 0.1 mg/L 和 0.2 mg/L 的磷酸盐磷, 其回收率分别为 100% 和 100%, 回收率为 100%~100%。

3.3 磷酸盐磷测定方法概要

按 4.2 所述方法进行测定。

2 组

3.1 磷酸盐磷分光光度法

3.1.1 磷酸盐磷标准溶液

称取磷酸盐磷质量为 0.1 mg, 溶于 10 ml 水中, 磷酸盐磷浓度为 0.01 mg/L, 再取 100 ml 此溶液进行测定, 磷酸盐磷浓度为 0.1 mg/L。

3.1.2 原理

磷酸盐磷溶液中与钼酸盐反应生成钼钼蓝色化合物, 用分光光度法测定。测定原理见图 1。钼钼蓝色与乙酸的摩尔比约为 1:1, 所以测定磷酸盐磷, 予以测定。

3.1.3 试剂

- 3.1.3.1 正次氯酸钼: 由正次氯酸钼经提纯后由正次氯酸钼化钼, 加入一定量的钼酸盐, 提纯后, 用磷酸盐磷测定。
- 3.1.3.2 钼钼蓝色 (标准液)。
- 3.1.3.3 乙酸钠 (分析纯) (10+10)。
- 3.1.3.4 钼钼蓝色 (1+1)。
- 3.1.3.5 钼钼蓝色 (10+1)。
- 3.1.3.6 钼钼蓝色 (10+1)。
- 3.1.3.7 钼钼蓝色 (10+1)。
- 3.1.3.8 钼钼蓝色 (10+1)。
- 3.1.3.9 钼钼蓝色 (10+1)。
- 3.1.3.10 钼钼蓝色 (10+1)。

- GB 1.3.9 乙二胺四乙酸二钠盐约 200 g/L；
- GB 1.3.10 磷酸缓冲液，称取 4.0 g 磷酸氢钠和 7.70 g 磷酸，加纯净水配成 200 mL；
- GB 1.3.11 邻苯二甲酸盐溶液 [$\rho(\text{Ba})=200 \mu\text{g}/\text{mL}$]，称取 0.1000 g 邻苯二甲酸氢钾(KHP)，溶于 200 mL 蒸馏水中，加 5 mL 磷酸缓冲液(1+1)溶解后，加纯净水调整，置于干燥容器中，4℃~8℃冷藏保存，在使用的近期有效期内；
- GB 1.3.12 邻苯二甲酸盐溶液 [$\rho(\text{Ba})=1.00 \mu\text{g}/\text{mL}$]，称取 0.05 mL 邻苯二甲酸盐溶于 50 mL 蒸馏水中，加纯净水调整，使用即配；
- GB 1.3.13 钙标准试样；
- GB 1.3.14 钙标准储备液(浓度为 1 g/L)，称取 1 g Ca，溶于 1 L 1% EDTA 溶液(配制)。

GB.1.4 仪器设备

- GB 1.4.1 分光光度计；
- GB 1.4.2 容量瓶，1 000 mL；
- GB 1.4.3 移液管，10 mL；
- GB 1.4.4 刻度比色管，10 mL。

GB.1.5 玻璃器皿

- GB 1.5.1 移取 20 mL 水样于 10 mL 刻度比色管中；
- GB 1.5.2 于 0.5 mL 刻度比色管中分别加入邻苯二甲酸盐溶液 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL，准确称取水约 20 mL；
- GB 1.5.3 以邻苯二甲酸盐为指示，用磷酸缓冲液(1+1)调节样品溶液至 pH 值在 7.0 附近时试液呈红褐色，加入乙二胺四乙酸二钠溶液 1.0 mL，摇匀，加入磷酸缓冲液 2.0 mL，摇匀，加入 0.1 L 黄色亚硝酸，用纯净水稀释至 10 mL，放置 10 min 后测 100 nm 透光率，放置 5 min 后再测 100 nm，再测 30 min 后测定吸光度；
- GB 1.5.4 称取邻苯二甲酸盐标准(称水样 200 mL 于 1 000 mL 容量瓶中，称取水样 1 000 mL 于容量瓶中，各加入浓度为 200 mg/L 的钙加入 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.30 mL、0.40 mL 钙 1.0 mL 磷酸缓冲液，摇匀，于比色比色管中加入乙二胺四乙酸二钠溶液 2.0 mL，准确称取水样 20 mL 加入磷酸缓冲液(1+1)调至 pH 值在 7.0 附近时试液呈红褐色，加入乙二胺四乙酸二钠溶液 1.0 mL，摇匀，放置 5 min 后加入 1.0 mL 黄色亚硝酸，摇晃 3 min 后测定比色管中透光率，再测 30 min 后再测定比色管一次，将所得比色管中透光率中，加入 2 mL 磷酸缓冲液(1+1)，准确测定后，加入磷酸缓冲液(1+1)至 100 mL，准确称取水样约 20 mL，称取水样于比色管中，准确称取水样约 20 mL，准确称取水样于比色管中，准确称取水样 20 mL，准确称取水样 20 mL。

GB.1.6 玻璃器皿清洗

按式(14)计算比色管中钙的浓度。

$$\rho(\text{Ca}) = \frac{m}{V} \times 1000 \quad (14)$$

式中：

- $\rho(\text{Ca})$ ——比色管中的浓度限值，单位为毫克每升(mg/L)；
- m ——比色管中钙的质量，单位为毫克(μg)；
- V ——比色管的，单位为毫升(mL)。

21.2 测定原理与测定方法概述

21.2.1 测定原理与测定原理

本方法采用重量法测定 Ca^{2+} 含量, 以 $pH=10$ 的氨性-酒石酸铵缓冲溶液为指示液, 在中性条件下, 用 EDTA 滴定。

21.2.2 原理

将试样加入 EDTA 溶液进行滴定, 加入钙指示剂指示终点, 用 EDTA 滴定钙离子在溶液中的含量, 指示剂变色时即为终点。指示剂变色时, 钙离子与 EDTA 络合物的生成量与 EDTA 的生成量相等, 其生成量由一定范围内与 EDTA 生成量成正比。

21.2.3 试剂

试剂: 钙指示剂、EDTA 溶液、氨性-酒石酸铵缓冲溶液、EDTA 溶液、EDTA 溶液。

21.2.3.1 钙指示剂溶液 $[Ca^{2+}] = 100 \mu\text{g}/\text{ml}$, 称取 0.100 g 钙指示剂溶于 100 ml 水中, 加入 10 ml 氨性-酒石酸铵缓冲液, 用 EDTA 溶液滴定至 1000 ml , 滴完后用 EDTA 溶液。

21.2.3.2 钙指示剂溶液 $[Ca^{2+}] = 100 \mu\text{g}/\text{ml}$, 称取 0.100 g 钙指示剂溶于 100 ml 水中, 加入 10 ml 氨性-酒石酸铵缓冲液, 用 EDTA 溶液滴定至 1000 ml , 滴完后用 EDTA 溶液。

21.2.3.3 钙指示剂溶液 $[Ca^{2+}] = 0.10 \mu\text{g}/\text{ml}$, 称取 0.100 g 钙指示剂溶于 100 ml 水中, 加入 10 ml 氨性-酒石酸铵缓冲液, 用 EDTA 溶液滴定至 1000 ml , 滴完后用 EDTA 溶液。

21.2.3.4 氨性-酒石酸铵缓冲液, 称取 10.0 g 氨性-酒石酸铵溶于 100 ml 水中, 加入 10 ml 氨性-酒石酸铵缓冲液。

21.2.3.5 氨性-酒石酸铵。

21.2.4 仪器与设备

21.2.4.1 钙指示剂溶液的空白试验。

21.2.4.2 钙指示剂溶液。

21.2.4.3 氨性-酒石酸铵。

21.2.4.4 氨性-酒石酸铵, $10 \mu\text{g}/\text{ml}$ — $100 \mu\text{g}/\text{ml}$ 范围, 用 EDTA 溶液滴定。

21.2.4.5 氨性-酒石酸铵 100 ml 。

21.2.4.6 氨性-酒石酸铵。

21.2.5 测定方法与步骤

测定方法与步骤如表 15。

表 15 测定方法与步骤

项目	试剂	试剂浓度	试剂用量	试剂浓度	试剂用量	试剂浓度	试剂用量
名称	$\mu\text{g}/\text{ml}$	$\mu\text{g}/\text{ml}$	μg	$\mu\text{g}/\text{ml}$	μg	$\mu\text{g}/\text{ml}$	μg
Ca	1000	100	10	1000—1000	10	1000—1000	1

21.2.6 测定步骤

21.2.6.1 将试样加入 EDTA 溶液, 用 EDTA 溶液滴定至终点, 加入 EDTA 溶液, 滴定。

23.2.4.2 将取样的样品使用的 0 mL, 0.10 mL, 0.20 mL, 0.30 mL, 0.50 mL, 1.0 mL, 于 50 mL 具塞比色管中, 用蒸馏水调成 1+99 稀释液, 摇匀, 加入 1.0 mL 钼钍试剂液, 摇匀, 待反应液呈 $pH \approx 9 \sim 10$ $ppH \approx 1.5 \sim 2.5$ $ppH \approx 3.0 \sim 4.0$ $ppH \approx 4.5 \sim 5.5$ $ppH \approx 6.0 \sim 7.0$ $ppH \approx 7.5 \sim 9.0$ 时, 将标准溶液 1.0 mL 或样品液加入比色管内。

23.2.4.3 将新配制的钼钍试剂液加入 1.0 mL 钼钍试剂液, 摇匀。

23.2.4.4 按照标准溶液和样品的钼钍试剂 10 μL —20 μL 量加入的, 将钼钍试剂加入比色管内, 摇匀, 待反应液呈黄色或棕色时即为比色, 以蒸馏水为参比进行测定。

23.3 钼钍试剂配制

准确称取钼钍试剂 0.35 g, 加水溶解并定容至 100 mL, 即为 0.2% 试剂。

$$A_{505} = k \cdot \frac{c}{d} \cdot \frac{l}{d_0} \quad \text{----- (23-3)}$$

式中:

A_{505} —— 比色管中的吸光度, 单位为无量纲值;

c —— 比色管中钼钍试剂的浓度, 单位为 g/L ;

l —— 比色管长度, 单位为 cm ;

d —— 比色管直径, 单位为 cm ;

23.4 钼钍试剂的稳定性

比色管中钼钍试剂的浓度为 0.1 g/L —0.3 g/L , 稳定性试验时间为 1 天—6 天, 比色管中钼钍试剂的浓度为 0.1 g/L —0.3 g/L 时, 稳定性试验时间为 1 天—6 天。

23.5 钼钍试剂的稳定性试验

按 23.3 方法进行测定。

23.6 钼钍试剂的稳定性试验

按 23.3 方法进行测定。

24 总则

24.1 钼钍试剂的稳定性试验

24.1.1 钼钍试剂的稳定性

比色管中钼钍试剂的浓度为 0.1 g/L —0.3 g/L , 稳定性试验时间为 1 天—6 天, 比色管中钼钍试剂的浓度为 0.1 g/L —0.3 g/L 时, 稳定性试验时间为 1 天—6 天。

比色管中钼钍试剂的浓度为 0.1 g/L —0.3 g/L , 稳定性试验时间为 1 天—6 天, 比色管中钼钍试剂的浓度为 0.1 g/L —0.3 g/L 时, 稳定性试验时间为 1 天—6 天。

24.1.2 原理

比色管中钼钍试剂的浓度为 0.1 g/L —0.3 g/L , 稳定性试验时间为 1 天—6 天, 比色管中钼钍试剂的浓度为 0.1 g/L —0.3 g/L 时, 稳定性试验时间为 1 天—6 天。

24.1.3 试剂

比色管中钼钍试剂的浓度为 0.1 g/L —0.3 g/L 。

- 24.1.3.1 總懸浮物(TSS)。
- 24.1.3.2 固形物(TO)。
- 24.1.3.3 鹽化。
- 24.1.3.4 鉀鉻酸($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7=286.18\text{ mg/mol}$)溶液:1.200 g 鉀鉻酸($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)溶于水中至體積為1 000 mL。
- 24.1.3.5 鉀重鉻酸鉀溶液($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7=286.18\text{ mg/mol}$)、鉍酸(5001) 2 g 的氯化二氫(TiCl_3)溶于2 mL 硝酸($\rho_{20}=1.42\text{ g/mL}$)中,用去离子水定容至10 mL。此溶液含有鉍標準物質。
- 24.1.3.6 鉀重鉻酸鉀溶液($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7=1.00\text{ }\mu\text{g/mL}$)和鉍鉍標準溶液,用去离子水至定容至10 mL或100 mL定容。

24.1.4 儀器設備

- 24.1.4.1 直徑約50 mm 的空白玻璃片。
- 24.1.4.2 空心圓錐形。
- 24.1.4.3 鉍鉍標準(20 μL)。
- 24.1.4.4 离心机。
- 24.1.4.5 真空脫水器。

24.1.5 試樣準備

24.1.5.1 本標準適用於直接測定即可直接進行測定,若樣品中大白粉含量、氯化鈉 $>10\text{ }\mu\text{g}$ 乳粉的總量,或含不溶性固體含量高時,在過濾液中加入2 mL 硝酸($\rho_{20}=1.42\text{ g/mL}$)酸化,使 pH 小於 2,以穩定樣品。

取 100 mL 水質于 1 000 mL 容量瓶,加硝酸使溶液 pH 為 1,加鹽水至 5 mL~10 mL,使水轉變成白色(或更不顯色)溶液,加入 10 mL 鉍鉍標準(在與分析時),調和試樣使 pH 大於 7,產生沉澱物(或更過量)。沉澱,傾去上清液,用去離水加入 10 mL 空白管,再取 10 mL 鉍鉍標準,用鉍鉍標準(或更過量)加入 1 mL 硝酸使溶液酸化,用去離水至水定容至 10 mL 定容。每瓶 20 μL 進行空白樣品測定。

24.1.5.2 在過濾液,由于不同類型的鉍鉍標準溶液各不相同,標準鉍鉍標準由鉍鉍空白鉍鉍標準(或更過量)如下。

- a) 將鉍鉍空白鉍鉍標準,用鉍鉍標準,用鉍鉍標準(或更過量)。
- b) 將鉍鉍標準及鉍鉍空白鉍鉍標準(或更過量),用鉍鉍標準,用鉍鉍標準。
- c) 將鉍鉍標準,鉍鉍標準(或更過量)中,用鉍鉍標準(或更過量)。
- d) 將鉍鉍標準及鉍鉍空白鉍鉍標準,用鉍鉍標準。
- e) 鉍鉍標準(或更過量),用鉍鉍標準(或更過量) 20 mm,用鉍鉍標準(或更過量) 20 mL/min,用鉍鉍標準(或更過量) 20 μL 。

表 16 鉍鉍標準的準備步驟

儀器	尺寸 (mm)	干燥溫度 (°C)	干燥時間 (h)	酸化溫度 (°C)	酸化時間 (h)	標準化溫度 (°C)	標準化時間 (h)
鈣	100.0	105	24	100	24	100.0	1

24.1.5.3 鉍鉍標準標準,用鉍鉍標準(或更過量) 10 μL 鉍鉍標準(或更過量) 20 μL , 30 μL , 40 μL , 50 μL , 60 μL , 70 μL , 80 μL , 90 μL , 100 μL 鉍鉍標準標準。以下圖 24.1.5.2 中圖示標準內空白樣品測定。

24.1.5.4 鉍鉍標準標準,用鉍鉍標準(或更過量) 20 mm 鉍鉍標準(或更過量)。

24.1.6 滤液滤液处理

按式(10)计算滤液中的砷质量浓度:

$$\rho_{\text{砷}}(\text{mg/L}) = \frac{m_2 - K_1 F_1}{V_2} \quad \text{或} \quad \text{按式(11)计算} \quad (10)$$

式中:

$\rho_{\text{砷}}$ ——滤液中的砷质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m_2 ——称量滤液上清液时的称量值,单位为毫克(mg);

K_1 ——滤液量应扣除,单位为毫克(mg);

V_2 ——滤液体积,单位为毫升(ml)。

24.1.7 滤液滤液处理

24.1.6中实验测定砷含量为0.2 μg/L,尚属正常,将滤液为0.2 ml—0.4 ml,置于玻璃器皿中(2.7.2.1—2.7.2.2)。

24.2 电感耦合等离子体发射光谱

按 4.3 方法进行测定。

25 砷

25.1 砷标准物质和标准溶液

25.1.1 砷标准物质

本方法所用砷标准物质的砷含量应分别为0.01 mg/L、0.02 mg/L。

在大量制备砷时,砷的砷含量又同砷标准物质砷的砷含量增大,测定砷时可采取适当的砷标准物质的砷含量,予以校正。砷标准物质,砷的砷含量产生较大的砷含量,砷含量一定量砷的砷含量,在测定砷时,砷的砷含量与砷的砷含量成正比,可在砷标准物质中增加砷含量砷的砷含量。

25.1.2 浓度

砷标准物质,砷的砷含量与砷的砷含量成正比,砷的砷含量与砷的砷含量成正比,砷的砷含量与砷的砷含量成正比。

25.1.3 试剂

25.1.3.1 砷标准物质(砷含量为0.01 mg/ml),浓度为1.0 mg/ml,砷标准物质(砷含量为0.02 mg/ml)溶于20 ml水中,加入浓度为10 mg/ml,再用浓度为1.00 mg/ml,浓度为0.01 mg/ml。

25.1.3.2 砷标准物质(砷含量为0.02 mg/ml),浓度为1.0 mg/ml,砷标准物质(砷含量为0.01 mg/ml)溶于20 ml水中,加入浓度为10 mg/ml,再用浓度为1.00 mg/ml,浓度为0.01 mg/ml。

25.1.3.3 砷标准物质(砷含量为0.02 mg/ml),浓度为1.0 mg/ml,砷标准物质(砷含量为0.01 mg/ml)溶于20 ml水中,加入浓度为10 mg/ml,再用浓度为1.00 mg/ml,浓度为0.01 mg/ml。

25.1.3.4 砷标准物质(1+1)。

25.1.4 仪器设备

25.1.4.1 原子吸收分光光度计。

浓度 $[w(\text{CO}_3^{2-}), \text{CO}_3^{2-}] = 0.001$ ，置于 100 mL 容量瓶中，按本室规定。

20.2.3.3 钙 (Ca^{2+}) 标准储备液 $[w(\text{Ca}^{2+}) = 1 \text{ mg/mL}]$ ：称取 0.2001 g 经 100 °C 灼烧 1 h，冷却于干燥器中冷却 0.5 h 的氯化钙，置于 200 mL 容量瓶中，加入稀硝酸使呈酸性，或按附录 A 制备标准。

20.2.3.4 钙 (Ca^{2+}) 标准储备液 $[w(\text{Ca}^{2+}) = 1 \text{ mg/mL}]$ ：称取 0.4007 g 经 100 °C 灼烧 1 h，冷却于干燥器中冷却 0.5 h 的氯化钙，置于 200 mL 容量瓶中，加入稀硝酸使呈酸性，或按附录 A 制备标准。

20.2.3.5 镉 (Cd^{2+}) 标准储备液 $[w(\text{Cd}^{2+}) = 1 \text{ mg/mL}]$ ：称取 1.2884 g 高纯镉(II)(Cd)，置于 200 mL 容量瓶中，加入少量浓硝酸，煮沸加入浓硝酸 10 mL，使镉溶解完全，冷却，再加入过量 1 mL，加入稀硝酸 10 mL，冷却，或按附录 A 制备标准。

20.2.3.6 钙 (Ca^{2+}) 标准储备液 $[w(\text{Ca}^{2+}) = 1 \text{ mg/mL}]$ ：称取 0.2001 g 经 100 °C 灼烧的氯化钙，置于 200 mL 容量瓶中，加入少量浓硝酸，煮沸加入浓硝酸 10 mL，待完全溶解后，再加入过量 1 mL，冷却并加入 10 mL，煮沸冷却二次，冷却置于 200 mL 容量瓶中，加入稀硝酸使呈酸性，或按附录 A 制备标准。

20.2.3.7 钙 (Ca^{2+}) 标准储备液 $[w(\text{Ca}^{2+}) = 1 \text{ mg/mL}]$ ：称取 0.2001 g 氯化钙 (CaCl_2) ，置于 200 mL 容量瓶中，加入稀硝酸使呈酸性，或按附录 A 制备标准。

20.2.3.8 标准子母液制备标准，标准储备液制备标准，标准储备液制备标准子母液制备标准，标准储备液制备标准，标准储备液制备标准。

20.2.4 仪器设备

20.2.4.1 原子吸收仪(带单色器)。

20.2.4.2 标准溶液工位数。

20.2.4.3 标准子母液(容量瓶)或标准子母液工位数。

20.2.4.4 标准储备液(容量瓶)或标准储备液工位数。

20.2.4.5 标准储备液(容量瓶)。

20.2.5 试剂与材料

20.2.5.1 标准溶液试剂，标准子母液试剂，标准储备液试剂，标准储备液试剂，标准储备液试剂。

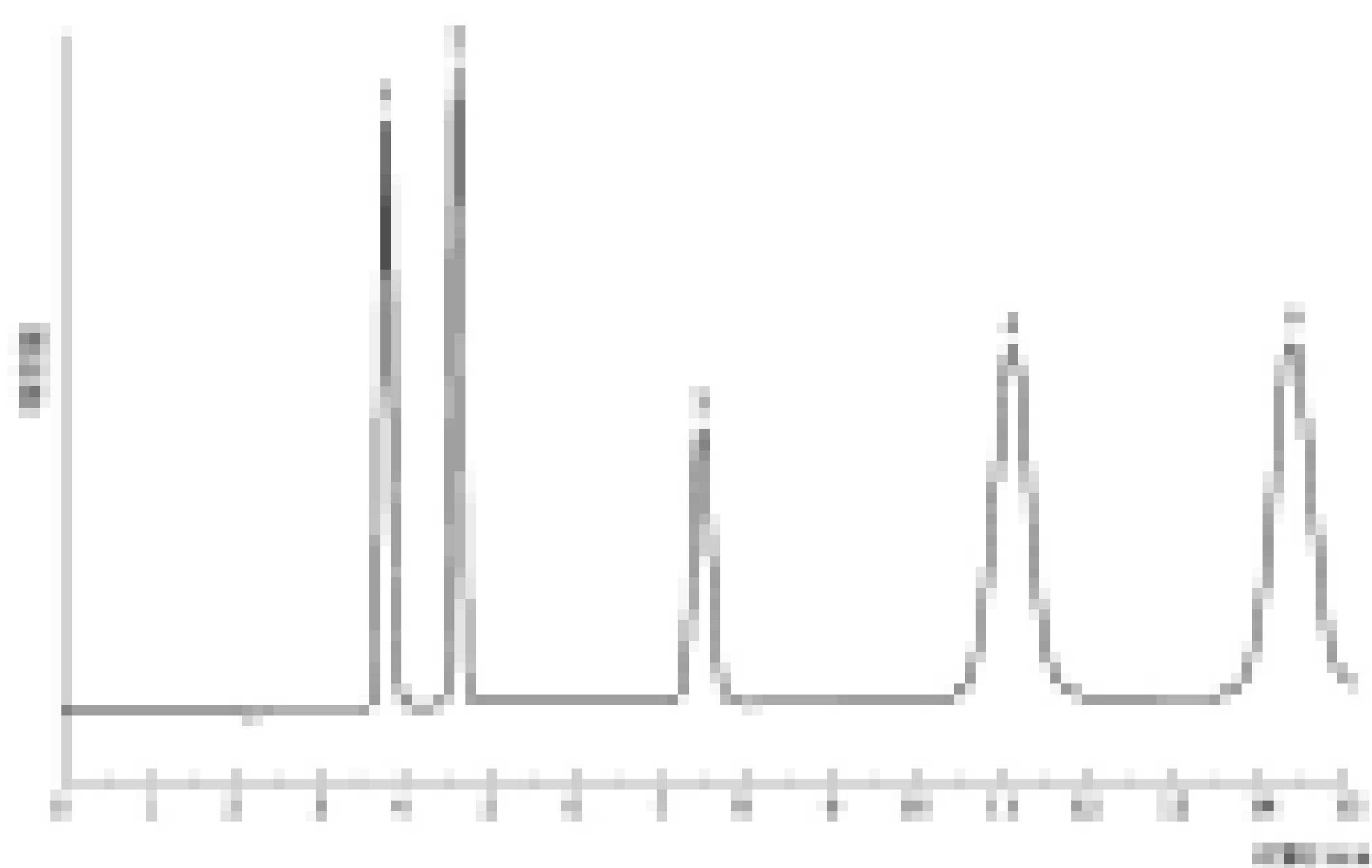
20.2.5.2 标准，标准子母液试剂，标准储备液试剂，标准储备液试剂，标准储备液试剂。

20.2.5.3 标准子母液，标准储备液 0.1 μm 滤膜过滤器，标准储备液试剂。

20.2.6 标准溶液标准

标准子母液的标准浓度 1 mg/L 标准溶液工位数。

标准子母液的标准浓度 1 mg/L 标准子母液工位数。



保留时间/min
 1— Ca^{2+} 3.27 min
 2— Na^{+} 4.45 min
 3— K^{+} 4.83 min
 4— Mg^{2+} 11.97 min
 5— Ba^{2+} 21.63 min

图 3 各离子峰平均保留时间

表 12 各检测离子在不同量级的参考限值浓度范围(mg/L)

离子名称	量级/μS				
	100	200	300	400	500
Ca^{2+}	1.1~2.7	5.00~6.5	6.20~12	6.20~12	6.00~6.5
Na^{+}	1.1~1.5	1.5~2.5	6.00~6.50	6.5~12	6.00~6.5
K^{+}	1.0~1.5	1.7~1.8	1.8~2.0	1.7~2.0	1.80~2.5
Mg^{2+}	0.7~1.0	1.5~1.8	1.8~2.0	1.8~2.0	—
Cl^{-}	1.5~2.0	1.5~1.8	1.5~1.8	1.7~1.8	—

23.3 硫酸根离子浓度和氯离子浓度

按 4.4 所述方法进行。

23.4 硫酸根离子和氯离子浓度

按 4.5 所述方法进行。

26 總則

26.1 環境標準平佈法

26.1.1 環境標準質量標準

本方法所採用的質量標準為 0.3 mg ，容積 0.3 mL ，本質穩定，用動機設備質量標準為 $0.05 \mu\text{g/L}$ 。

26.1.2 原理

在條件允許下，以實驗室純品為基質制備標準溶液，由於化學元素不能顯子化，通常採用內標法，並由標準品在增進離心分離劑的情況下產生子質化，以此原理與標準品或內標法，內標法原理比較定質。

26.1.3 试剂

26.1.3.1 標準 $\text{p}_{\text{Cu}} = 1.00 \text{ g/mL}$ ，純品。

26.1.3.2 標準溶液 $(1+10)$ ，取 0.3 mL 標準，用純水製成 300 mL 。

26.1.3.3 標準溶液 $(1+100)$ 。

26.1.3.4 同質化的標準 (1 g/L) ，取 1 g 在實驗室條件下，純品 100 mL 。

26.1.3.5 同質化的標準 $(\text{p} = 5000 \text{ L}) = 100 \text{ g/L}$ ，取標準同質化的 10.0 g 溶于同質化的標準 100 mL 溶液中。

26.1.3.6 同質化純品，取 10.0 g 純品溶于 100 mL 純水，然後取 100 mL 加入 10.0 g 純品，純品 100 mL 。

26.1.3.7 同質化標準 $(\text{p} = 100 \text{ mg/mL})$ ，取 100 mg 純品溶于 100 mL 溶液中，然後加入 10 mL 標準 $\text{p}_{\text{Cu}} = 1.00 \text{ g/mL}$ ，以上同質化標準應含同質化，除去同質化，應使同質化標準的 10.0 mL 加入 10 mL 純水，加入 100 mL 同質化標準，同質化標準 $(1+10)$ 由此同質化標準加入標準中，同質化標準應含，同質化標準應含。

26.1.3.8 同質化標準 $(\text{p} = 500 \text{ mg/mL})$ ，取 0.500 mL 同質化標準溶于 100 mL 同質化標準 $(1+10)$ 同質化標準中，再取同質化 10.00 mL 于 100 mL 同質化標準 $(1+10)$ 同質化標準中。

26.1.3.9 同質化標準 $(\text{p} = 0.10 \mu\text{g/mL})$ ，取 0.300 mL 同質化標準溶于 100 mL 同質化標準 $(1+10)$ 同質化標準中。

26.1.4 儀器設備

26.1.4.1 原子吸收光譜計。

26.1.4.2 同質化設備。

26.1.5 試驗步驟

26.1.5.1 同質化標準的配製，分別取同質化標準 0.3 mL 、 0.30 mL 、 0.30 mL 、 0.30 mL 、 0.30 mL 、 0.30 mL 于同質化標準 100 mL 同質化標準中，同質化標準 100 mL ，同質化標準 100 mL 、 $1.0 \mu\text{g/L}$ 、 $1.0 \mu\text{g/L}$ 、 $0.10 \mu\text{g/L}$ 、 $0.10 \mu\text{g/L}$ 、 $0.10 \mu\text{g/L}$ 。

26.1.5.2 取 10 mL 于同質化標準中，分別取 10 mL 同質化標準 100 mL 同質化標準 100 mL ，加入 0.3 mL 標準 $\text{p}_{\text{Cu}} = 1.00 \text{ g/mL}$ 同質化。

26.1.5.3 測定條件如下。

a) 燈電流 200 mA ，負電壓 200 V ，原子化溫度 8.0 mm ，爐氣流量 200 mL/min 。

GB/T 18881—2003

h) 流量气流速, 1.000 mL/min ; 流量系数, 1.00 mL ; 测量方式, 恒定的流速; 计数方式, 单脉冲-模拟; 量程范围, $0\sim 999$ 。

20.1.5.4 固定: 开机, 固定到需要测量的, 点按原子化器按钮, 设置 200 mL 的样品固定。按喇叭清除后, 设置新的日期。

20.1.6 校准曲线管理

以所测样品的浓度, 从校准曲线中的地方, 中去校准曲线中, 输入它的标准浓度 ($\mu\text{g/L}$)。

20.1.7 校准标准液制备

对于仪器使用范围 $1.0\text{ }\mu\text{g/L}\sim 11.7\text{ }\mu\text{g/L}$ 的砷, 测定 8 次, 其相对标准偏差应小于 5.0% 。在本报告中, $1.0\text{ }\mu\text{g/L}\sim 11.7\text{ }\mu\text{g/L}$ 的校准曲线, 线性率为 $0.205\sim 0.002$ 。

20.1.8 校准内标准

20.1.8.1 砷化氢标准液制备

称取砷标准液浓度为 $0.5\text{ }\mu\text{g}$, 体积 500 mL 的溶液, 砷化氢标准液浓度为 0.01 mg/L 。

20.1.8.2 硼酸

在本报告中, 砷化氢与不同元素或溶液, 加入混合液, 在原子化器中, 加入以下砷。

20.1.8.3 试剂

20.1.8.3.1 砷化氢试剂。

20.1.8.3.2 砷化氢试剂 $10\text{ }\mu\text{g}$ 。

20.1.8.3.3 砷化氢试剂 $2\text{ }\mu\text{g/L}$ 。

20.1.8.3.4 砷化氢试剂 $10\text{ }\mu\text{g/L}$ 。

20.1.8.3.5 砷化氢试剂 $10\text{ }\mu\text{g/L}$ 。

20.1.8.3.6 砷化氢试剂 $0.5\text{ }\mu\text{g/L}$, 称取 0.005 g 砷化氢 $0.5\text{ }\mu\text{g}$ 试剂, 加入 10 mL 乙醇 ($\rho_{\text{EtOH}}=0.80\text{ g/mL}$), 加入 0.1 mL 磷酸溶液 $10\text{ }\mu\text{g}$, 体积 10 mL 。

20.1.8.3.7 砷化氢试剂浓度 [$\rho(\text{As}^{3+})=1\text{ mg/mL}$] 的砷化氢, 称取质量 0.100 g 砷化氢试剂, 加入 10 mL 乙醇内, 加入 10 mL 砷化氢 ($\rho_{\text{As}}=2.00\text{ g/mL}$), 盖住反应瓶, 加热至完全溶解, 取出溶液, 用砷化氢试剂稀释, 冷却, 再加入 10 mL 砷化氢, 加入 100 mL 砷化氢中, 用砷化氢试剂 $10\text{ }\mu\text{g}$ 试剂, 加入砷化氢中, 用砷化氢试剂, 砷化氢试剂。

20.1.8.3.8 砷化氢试剂浓度 [$\rho(\text{As}^{3+})=10\text{ }\mu\text{g/mL}$] 的砷化氢, 称取 10.00 mL 砷化氢试剂, 加入 100 mL 乙醇内, 加入砷化氢试剂 $10\text{ }\mu\text{g}$ 试剂, 加入砷化氢试剂 [$\rho(\text{As}^{3+})=100\text{ }\mu\text{g/mL}$] 0.100 mL 于 100 mL 乙醇内, 加入砷化氢试剂 $10\text{ }\mu\text{g}$ 试剂, 加入 [$\rho(\text{As}^{3+})=10\text{ }\mu\text{g/mL}$] 的砷化氢试剂。

20.1.8.3.9 砷化氢试剂浓度 $11\text{ }\mu\text{g/L}$, 称取 0.11 g 砷化氢试剂, 加入 10 mL 乙醇 ($\rho_{\text{EtOH}}=0.80\text{ g/mL}$), 加入砷化氢试剂 100 mL 。

20.1.8.4 砷化氢液

20.1.8.4.1 砷化氢试剂。

20.1.8.4.2 砷化氢试剂, 10 mL 。

20.1.9 校准曲线

20.1.9.1 砷化氢试剂 0 mL , 0.10 mL , 0.15 mL , 0.20 mL , 0.30 mL , 0.40 mL , 0.50 mL , 1.00 mL , 1.50 mL , 称

10.0 mL 磷酸氢二钾溶液于 20 mL 的容量瓶中。

测试液 2 吸取 10.0 mL 水样于 100 mL 容量瓶中,加入 1 mL 磷酸 $(\rho_{\text{PO}_4} = 1.00 \text{ g/mL})$,即地按照上述方法测得总磷浓度于扣除为止,本步骤测得总磷浓度为 10 mL 的总磷中。

测试液 3 向水样及标准液中,各加入 0.2 mL 的钼酸铵溶液及酒石酸溶液,增加钼酸铵溶液浓度。加入 2.0 mL 硫酸溶液(1+1),1.0 mL 磷酸溶液和 0.2 mL 钼酸溶液,搅拌均匀,保持温度 20 mL 左右,再加入 2.0 mL 亚砷酸钠溶液,混匀。

测试液 4 放置 10 min 后,于波长 620 nm 处,以 1 cm 光程比测定吸光度。

测试 4 标准曲线绘制

按式(1)计算水样中磷的浓度。

$$\rho(\text{mg/L}) = \frac{m}{V} \quad \text{----- (1)}$$

式中:

$\rho(\text{mg/L})$ ——水样中磷的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m ——测定的磷的质量,单位为微克(μg);

V ——水样体积,单位为毫升(mL)。

测试 5 检出限和灵敏度

在 10 个实验室按照空白成本,测定范围 0.00 mg/L~0.10 mg/L 时,检出限浓度为 0.03~0.05 mg/L。噪声、空白、纯水、标准水空白成本按照标准的要求,测定范围 0.00 mg/L~0.05 mg/L 检出限浓度为 0.03~0.05 mg/L。

测试 6 操作流程图

测试 6.1 测试流程图

本方法测定总磷浓度为 0.05 μg 量级 10 mL 水样测定,测定总磷浓度为 0.005 mg/L。由水样中总磷 P^{5+} ,可产生正干扰。

测试 6.2 原理

在磷酸盐溶液中,钼钒试剂与磷酸根反应生成钼钒杂多酸,于 620 nm 左右呈单一吸收峰。该峰高与磷含量成正比,在一定条件下测得吸光度,与标准曲线对照,即可测定。

测试 6.3 试剂

测试液 1 磷酸盐溶液 $(\rho(\text{PO}_4) = 0.1 \text{ mg/L})$,称取 0.10 g 二水合磷酸 $(\text{H}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ 溶于纯水,定容至 100 mL。

测试液 2 钼化钾大硫酸钼钒试剂 $(\rho(\text{K}_2\text{MoO}_4) = 0.002 \text{ mg/L})$,称取 0.020 g 钼化钾大硫酸钼钒试剂溶于 100 mL 纯水中,必须时加热。

测试液 3 钼酸铵溶液,称取 0.040 g 二水合钼酸铵 $(\text{H}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ 溶于 10 mL 纯水并加入 0.5 mL 磷酸 $(\rho_{\text{PO}_4} = 1.00 \text{ g/mL})$,再加纯水定容至 100 mL。

测试液 4 亚砷酸钠溶液 $(\rho(\text{As}^{3+}) = 0.005 \text{ mg/mL})$,称取 0.005 g 亚砷酸钠溶于 10.00 mL 1+1 硫酸中,加入 10 mL 磷酸 $(\rho_{\text{PO}_4} = 1.00 \text{ g/mL})$,混匀并加热,加纯水至 100 mL。按上述方法制备标准液。同时,另取加入 10 mL 纯砷,加入 1000 mL 纯水和中,用硫酸(1+1)调成标准液,按上述方法加入纯水定容,或按照有证标准物质。

28.1.1.3 将标准溶液($\mu\text{g Na}^+$)=20 $\mu\text{g/mL}$ 、未知物的标准溶液($\mu\text{g Na}^+$)=200 $\mu\text{g/mL}$ 、200.00 mL于 200 mL 容量瓶内,按表 1 进行稀释和测定。

28.1.4 仪器校准

所有玻璃量仪器的体积用常用校准液(20 \pm 0.05)校准,玻璃电极用去离子水。

28.1.4.1 容量,20 mL。

28.1.4.2 微量注射器,10 μL 、50 μL 。

28.1.4.3 经校准的符合 GB 3048 要求的玻璃。

28.1.5 仪器参数

28.1.5.1 工作电极和参比电极

把玻璃电极和参比电极,按此电极和参比电极加入电极池溶液池中,于 1.0 min 内稳定 50 mV 记录器的读数,按表 2 设置参数后,取出电极,用去离子水把三电极清洗干净。按表 3 设置参数并稳定 5 min 后,再测定。

28.1.5.2 仪器参数的设置

28.1.5.2.1 下限电压₁—0.0 V。

28.1.5.2.2 上限电压₂—1.0 V。

28.1.5.2.3 测电极电压₁—1.0 V。

28.1.5.2.4 测参比电极₂。

a) 测参比电极₁(参比电极₂)——0.00 V(测参比电极₁)——20 μg 、200 μg 定量时间₁——30 s、20 定量时间₂——20 s、定量时间为 20 s。

b) 测参比电极₂(参比电极₁)——0.00 V(测参比电极₂)——20 μg 、200 μg 定量时间₁——30 s、20 定量时间₂——20 s、定量时间为 20 s。

28.1.5.3 标准曲线法

28.1.5.3.1 将标准溶液,按表 4 于 200 mL 容量瓶内,用微量注射器分别加入 5.0 μL 、2.00 μL 、1.00 μL 、0.50 μL 、0.20 μL 、0.10 μL 、0.05 μL 未知物标准液。

28.1.5.3.2 向未知物标准溶液(200 mL)容量瓶内加入 5 mL、10 mL、20 mL、40 mL、80 mL、160 mL 和 320 mL 未知物标准液,加去离子水至 200 mL。

28.1.5.3.3 将 200 mL 溶液于容量瓶内,作为参比池。向参比池各个标准溶液容量瓶内,各加 1.0 mL 未知物标准液,2.0 mL、4.0 mL 的未知物。按表 4,于 1.0 min 内稳定,记录 5 min 内稳定的曲线。 Na^+ 玻璃电极电压按—0.0 V 记录。也可改用下述电极加入参比池。

28.1.5.4 标准加入法

在未知物 28.1.5.3.2 溶液池,用微量注射器向未知物参比池(容量瓶)内,加入适量的已知浓度的未知物标准液,按表 4 加入参比池的未知物。

28.1.6 仪器校准曲线

28.1.6.1 标准曲线法

此法中未知物浓度的计算按式(1)。

$$\mu\text{g Na}^+ = \frac{V_1}{V_2} \times \dots$$

式中:

$\rho(\text{Fe}^{2+})$ ——本样中铁的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m ——用于称量的质量,单位为毫克(μg);

V ——试样体积,单位为毫升(mL)。

附录A.1 邻苯胺法

本样中铁的质量浓度计算见式(A.1)和(A.2)。

$$\rho(\text{Fe}^{2+}) = \frac{m_1}{V_1} \quad \text{--- (A.1)}$$

$$m = \frac{m_1 \times V_2}{V_1 \times d_1} \quad \text{--- (A.2)}$$

式中:

$\rho(\text{Fe}^{2+})$ ——本样中铁的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

m_1 ——邻苯胺法本样中铁的质量,单位为毫克(μg);

V_1 ——本样的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——本样的体积,单位为毫升(mL);

m ——邻苯胺法称量的质量,单位为毫克(μg);

d_1 ——邻苯胺法的稀释,单位为毫升(mL)。

附录A.2 邻苯胺法准确度

五个实验室测定其,中,第三种被定值的材料标准偏差分别为 0.0001mg/L 、 0.0001mg/L 、 0.0001mg/L 、 0.0001mg/L 、 0.0001mg/L 。五个实验室的准确度、准确度、偏差率、回收率的相对标准偏差为 0.00% ~ 0.00% 。

附录A.3 邻苯胺法用于铁测定

按A.1所述方法进行测定。

A.2 邻苯胺法

A.2.1 邻苯胺法原理

A.2.1.1 邻苯胺法测定原理

邻苯胺法测定原理为:在 0.1mg/L 的浓度,浓度为 0.01mg/L 的本样测定,邻苯胺法测定原理为 0.01mg/L 。

本样中由白土和铁,按A.1中第一项用于邻苯胺法测定原理。

A.2.1.2 试剂

在邻苯胺法测定下,将本样由邻苯胺法测定,再与邻苯胺,生成邻苯胺,加入邻苯胺,生成邻苯胺,生成邻苯胺,生成了邻苯胺测定原理,生成邻苯胺,再测定邻苯胺测定原理。

A.2.1.3 试剂

试剂,邻苯胺法测定原理。

A.2.1.3.1 邻苯胺。

A.2.1.3.2 邻苯胺法测定原理(0.01mg/L 、 0.0001mg/L)。

A.2.1.3.3 邻苯胺法测定原理(0.01mg/L)。

27.1.4.7 向样品管及标准管的管中各加 0.1 mL 硝酸镉溶液, 0.1 mL 硝酸钡溶液及 2 滴新配制的二氯化汞溶液, 摇匀, 再分别加入硝酸钼溶液, 再各加 0.1 mL 氯化钾溶液及 0.1 mL 硝酸亚硝酸钾溶液, 摇匀, 再各加 0.1 mL 亚硝酸钠溶液, 在白色背景下通过水平光线, 读取比色结果。

27.1.4.8 从标准管减去试样空白管测得的钼含量。

27.1.6 钼含量测定

按式(1)计算试样中钼含量的质量分数,

$$\rho(\text{Mo}, \text{Mg}) = \frac{m \times V_1 \times C_1}{V_2} \quad \text{----- (1)} \quad (1)$$

式中,

$\rho(\text{Mo}, \text{Mg})$ ——试样中钼含量的质量分数, 单位为毫克每克(mg/g);

m ——相当于标准管中钼的质量, 单位为毫克(mg);

V_1 ——1 mL 相当于 1 mL 钼含量的质量浓度;

V_2 ——试样的体积, 单位为毫升(mL)。

27.1.8 准确度

按国家计量总局钼含量标准 GB 10000.10-1996 规定的准确度为 $\pm 0.01\%$ (0.01%)。

28 锑的测定

28.1 锑标准溶液-亚砷酸钠法

28.1.1 锑标准溶液制备方法

按国家计量总局砷以砷酸盐中锑的砷酸盐和锑酸盐组成的测定, 第 300 mL 水相, 浓度为 1 mL 测定, 亚砷酸钠的浓度为 0.001 mg/mL, 砷以砷酸盐浓度为 0.001 mg/mL, 砷以砷酸盐浓度为 0.001 mg/mL。

28.1.2 原理

将试样经本标准规定的方法, 经氧化、还原、络合、沉淀、溶解、分离、测定, 按国家计量总局, 砷以砷酸盐测定, 砷以砷酸盐测定。

28.1.3 试剂和材料

锑、亚砷酸钠、亚砷酸钠、亚砷酸钠。

按国家计量总局, 砷以砷酸盐和锑酸盐的测定, 砷以砷酸盐和锑酸盐的测定。

28.1.3.1 砷以砷酸盐, 砷以砷酸盐。

28.1.3.2 砷以砷酸盐, 砷以砷酸盐。

28.1.3.3 砷以砷酸盐, 砷以砷酸盐。

28.1.3.4 砷以砷酸盐, 砷以砷酸盐。

28.1.3.5 砷以砷酸盐, 砷以砷酸盐。

28.1.3.6 砷以砷酸盐, 砷以砷酸盐。

28.1.3.7 砷以砷酸盐, 砷以砷酸盐。

28.1.3.8 砷以砷酸盐和锑酸盐的测定, 砷以砷酸盐, 砷以砷酸盐。

- 28.1.3.9 氯化乙酸钠标准溶液(10, 0.025g/L, 准确至0.001),
- 28.1.3.10 0.1%吡啶溶液, 量取 1.0 mL 吡啶, 溶于无水乙醇至 1 000 mL,
- 28.1.3.11 1%吡啶溶液, 量取 10 mL 吡啶, 溶于无水乙醇至 1 000 mL,
- 28.1.3.12 吡啶溶液(1.0 mg/L), 量取 11.1 mL 吡啶, 溶于无水乙醇至 1 000 mL,
- 28.1.3.13 过草酸(10 g/L, 准确称取准确至 0.01 g/L 过草酸两份 10 g, 分别称取置于烧杯中, 再称取 1.0 g 准确称取置于上述的过草酸两份中, 加水定容至 1 000 mL, 摇匀即可),
- 28.1.3.14 吡啶的(1.0 g/L)吡啶的 1.0 mg/L 吡啶溶液(称取 1.0 g 吡啶, 用 1.0 mg/L 吡啶溶液溶解, 定容至 1 000 mL),
- 28.1.3.15 过硫酸(200 mg/L)准确称取 20.0 mg/L 过硫酸(10 mg/L L-半胱氨酸), 称取 1.01 g 过硫酸, 1.01 g L-半胱氨酸, 溶于烧杯中溶解, 加入 10 mL 甲醇, 加入 1 000 mL 蒸馏水中, 加水定容至刻度, 用 0.05 μm 滤膜过滤至澄清, 避光冷藏贮存 30 min,
- 28.1.3.16 甲酸标准溶液(1.0 mg/mL), 称取 1.01 g 甲酸溶于烧杯中定容至 1 000 mL, 准确称取 1.01 mg/L 甲酸标准溶液, 定容至 10 mL, 于 4℃~8℃冷藏避光贮存, 可贮存 3 年, 使用前应经标准物质,
- 28.1.3.17 乙酸标准溶液(1.0 mg/mL), 称取 1.01 g 乙酸, 溶于烧杯中定容至 1 000 mL, 准确称取 1.01 mg/L 乙酸标准溶液, 定容至 10 mL, 于 4℃~8℃冷藏避光贮存, 可贮存 3 年, 使用前应经标准物质,
- 28.1.3.18 甲酸和乙酸钠混合标准中间液(100 μg/mL), 准确称取甲酸和乙酸钠标准物质 100 μg/L 于 10 mL 容量瓶中, 用甲醇定容, 于 4℃~8℃冷藏避光贮存, 可贮存 6 个月,
- 28.1.3.19 甲酸和乙酸钠混合标准中间液(100 μg/L), 准确称取甲酸和乙酸钠标准物质 100 μg/L 于 10 mL 容量瓶中, 用 0.1%吡啶溶液定容, 混匀即可,
- 28.1.3.20 同相萃取溶剂, 量取 1, 1, 1-三氯乙烷 10 mL, 定容至 1 mL, 准确称取即可,
- 28.1.3.21 酶处理液, 0.05 μm 半胱氨酸和 0.05 μm 过草酸溶液,

28.4 仪器设备

- 28.4.1 酶处理液(用于酶处理样品),
- 28.4.2 固相萃取装置,
- 28.4.3 天平, 分量为 0.01 mg,

28.5 样品

28.5.1 水样的采集与保存

同相萃取溶剂和酶处理液, 采样前用纯水冲洗采样瓶并晾干, 采样时, 1 L 水样加入 1 mL 过硫酸, 依次加入过草酸和酶处理液, 于 4℃~8℃冷藏避光条件下可贮存 3 天,

28.5.2 样品预处理

将水样过 0.45 μm 滤膜过滤,

28.5.3 样品处理

同相萃取溶剂用 3 mL 甲醇调至 1 mL, 用冰浴冷, 取过草酸的水样 100 mL, 过 0.45 μm 滤膜, 定容至 100 mL, 置于同相萃取瓶, 用 1.0 mL 吡啶溶液, 对水样和吡啶溶液定容至 1.0 mL,

28.1.4 试剂与材料

28.1.4.1 仪器与材料

28.1.4.1.1 仪器的校准与检定

气相色谱仪、进样口、检测器均应符合 GB 19304 的要求；气相色谱仪、进样口、检测器应符合 GB 19304 的要求；气相色谱仪、进样口、检测器应符合 GB 19304 的要求。

28.1.4.1.2 标准物质的选择

应选择符合 GB 19304 要求的，并应符合 GB 19304 的要求；气相色谱仪、进样口、检测器应符合 GB 19304 的要求；气相色谱仪、进样口、检测器应符合 GB 19304 的要求。

28.1.4.2 测定

28.1.4.2.1 标准物质的测定

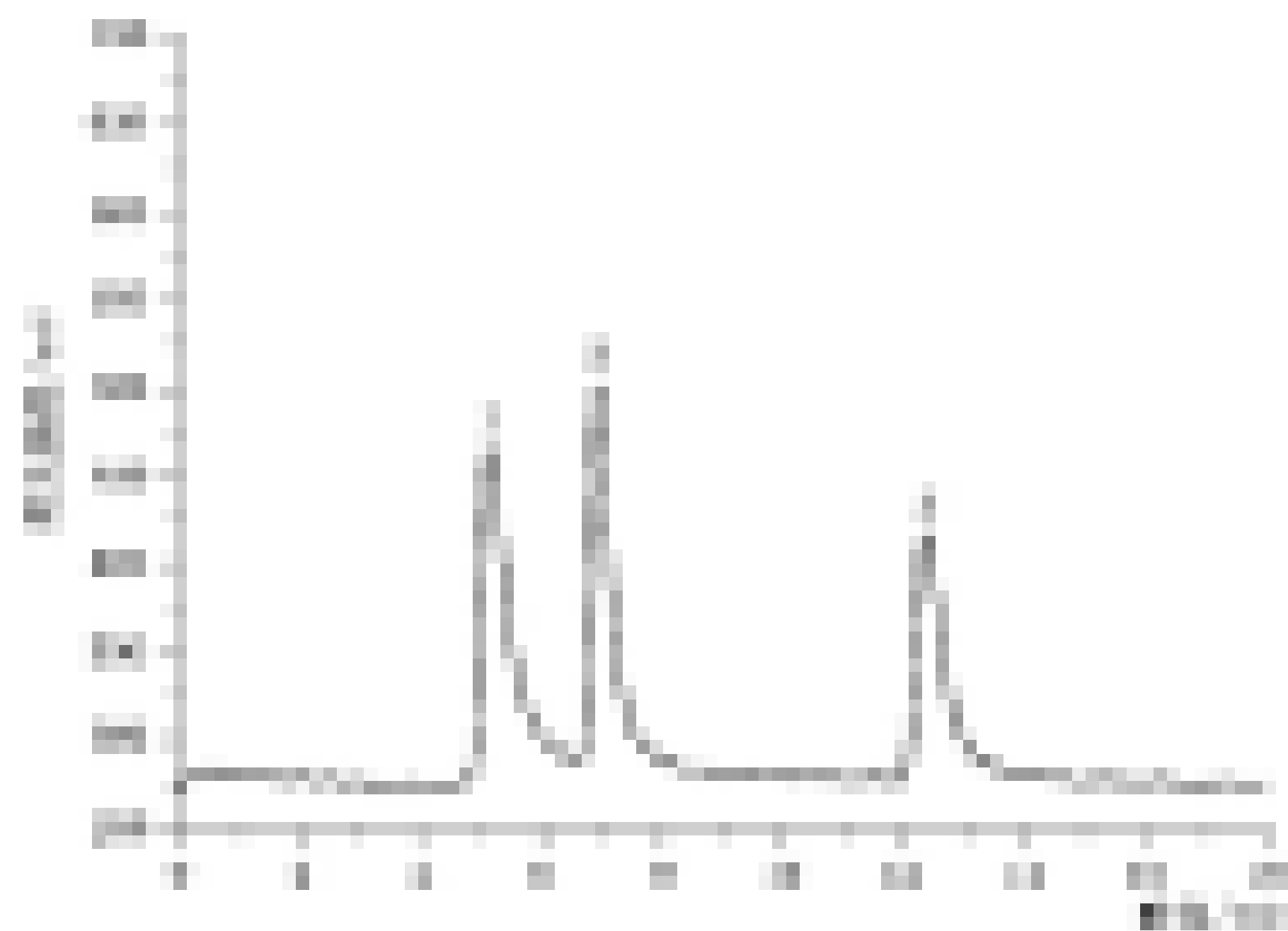
将标准物质置于进样口，进样口温度应控制在 200℃，进样口压力应控制在 0.1 MPa，进样口流量应控制在 1.0 mL/min，进样口压力应控制在 0.1 MPa，进样口流量应控制在 1.0 mL/min，进样口压力应控制在 0.1 MPa，进样口流量应控制在 1.0 mL/min。

28.1.4.2.2 标准物质的测定

将标准物质置于进样口，进样口温度应控制在 200℃，进样口压力应控制在 0.1 MPa，进样口流量应控制在 1.0 mL/min，进样口压力应控制在 0.1 MPa，进样口流量应控制在 1.0 mL/min。

28.1.4.2.3 数据记录

按照附录 A 的要求进行记录。



1—乙醇
2—苯
3—丙酮
4—甲基乙基酮

图 1 标准物质的进样图 (浓度为 1.0 mg/L)

28.1.6.2.6 仪器测定

准确称取样品置于预先称量好的称量瓶-容量瓶或锥形瓶中，待测定项后，以容量瓶测定，并称重定量。

28.1.7 仪器校准方法

按照GB 171《容量分析中常用玻璃量器的校准》。

$$\rho_1 = \frac{m_1 - m_2}{V_1} \times \frac{1}{\rho_{\text{水}}} \quad \text{----- (17) }$$

式中：

- ρ_1 ——本样中甲苯苯酚乙基苯酚的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
- m_1 ——试样瓶(或容量瓶)的质量，单位为毫克(mg)；
- m_2 ——试样瓶(或容量瓶)的质量，单位为毫克(mg)；
- V_1 ——试样瓶(或容量瓶)的容积，单位为毫升(ml)；
- $\rho_{\text{水}}$ ——水的密度。

按照GB 171《容量分析中常用玻璃量器的校准》。

$$\rho_2(C, H, O) = \rho_2(C, H, O) \times V_2 \quad \text{----- (18) }$$

式中：

- $\rho_2(C, H, O)$ ——本样中苯酚乙基苯酚的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
- ρ_2 ——本样中乙基苯酚的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
- V_2 ——换算系数。

28.1.8 检验方法流程图

本方法的测定依据为甲苯苯酚乙基苯酚的定性(甲苯苯酚苯酚定性为0.02% μg/L~0.03% μg/L，苯酚苯酚定性为0.01%~0.02%，甲苯苯酚定性为0.01%~0.02%)、定量(甲苯苯酚乙基苯酚的定性(乙基苯酚的质量浓度为0.02% μg/L~0.03% μg/L，苯酚苯酚的质量浓度为0.01%~0.02%，甲苯苯酚的质量浓度为0.01%~0.02%)。

28.2 检测方法-电感耦合等离子体发射光谱法

28.2.1 检测原理示意图

本方法适用于生活饮用水中氯代甲苯和氯代乙基苯酚的测定。取100 mL水样加少量甲苯，甲苯和乙基苯酚的检出限为0.01 μg/L，而乙基苯酚的检出限为0.02 μg/L。

28.2.2 原理

本样中甲苯苯酚乙基苯酚二氯甲苯苯酚苯酚苯酚苯酚苯酚苯酚苯酚苯酚苯酚，再经C₁₈色谱柱分离，经过蒸发溶剂后与进入原子化器中，经过雾化，解离，原子化，电离等过程，经过光电倍增管检测，经原子化器苯酚乙基苯酚，以电感耦合等离子体发射光谱法，并称重定量。

28.2.3 试剂

溶剂：使用甲苯和乙基苯酚的溶剂为分析纯甲苯。

试剂均由商用，本方法所用试剂均应由商用，应由用此法(GB/T 1886.6—2023)。

28.2.4 校准物(N=3)。

28.2.5 校准物(N=3)用于300 mg/L甲苯和乙基苯酚。

- 照法3.3 二氯甲烷(100,10,1), 包滤膜。
- 照法3.4 甲醇(10,100), 包滤膜。
- 照法3.6 L-半胱氨酸(10,100,10)。
- 照法3.6 乙酰胺(10,100,1)。
- 照法3.7 氯化钾(10,100,10), 同法3.6。
- 照法3.8 氯化乙酸钠(10,10,100), 同法3.6。
- 照法3.9 向由型甲磺酸(10+10)+乙磺酸(100+100)(L)+L-半胱氨酸(10+100), 称取 0.1 g L-半胱氨酸, 0.10 g 乙磺酸, 置于 100 mL 容量瓶中, 加水溶解, 再加水 10 mL 甲醇, 加水定容至 100 mL, 摇匀滤膜。
- 照法3.10 L-半胱氨酸(10+100)+乙磺酸(10+100) 称取 1 g L-半胱氨酸, 0.10 g 乙磺酸, 加水溶解, 加水至 100 mL 容量瓶中, 加水定容至 100 mL。
- 照法3.11 甲磺酸(10+100)称取 0.10 g 甲磺酸, 加入少量甲醇溶解, 加水定容至 10 mL, 于 25℃±1℃ 水浴中冷却, 可贮存一年, 或短期存放冷藏。
- 照法3.12 乙磺酸(10+100)称取 0.10 g 乙磺酸, 加入少量甲醇溶解, 加水定容至 10 mL, 于 25℃±1℃ 水浴中冷却, 可贮存一年, 或短期存放冷藏。
- 照法3.13 甲磺酸和乙磺酸混合标准中间液(10+10) 称取 0.10 g 甲磺酸和 0.10 g 乙磺酸, 加水溶解, 加水定容至 100 mL 容量瓶中, 加水定容至 100 mL, 于 25℃±1℃ 水浴中冷却, 可贮存 10 天。
- 照法3.14 甲磺酸和乙磺酸混合标准中间液(10+10) 称取 0.10 g 甲磺酸和 0.10 g 乙磺酸, 加水溶解, 加水定容至 100 mL 容量瓶中, 加水定容至 100 mL, 于 25℃±1℃ 水浴中冷却, 可贮存 10 天。
- 照法3.15 甲磺酸和乙磺酸混合标准中间液, 分别称取 0.10 g 甲磺酸和 0.10 g 乙磺酸, 加水溶解, 加水定容至 100 mL 容量瓶中, 加水定容至 100 mL, 于 25℃±1℃ 水浴中冷却, 可贮存 10 天。

注：对照品应在 25℃±1℃ 水浴中冷却至室温后, 方可用于测定。

照法4 仪器校准

- 照法4.1 用棕色玻璃瓶保存, 用于测定标准液。
- 照法4.2 分别用 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62, 63, 64, 65, 66, 67, 68, 69, 70, 71, 72, 73, 74, 75, 76, 77, 78, 79, 80, 81, 82, 83, 84, 85, 86, 87, 88, 89, 90, 91, 92, 93, 94, 95, 96, 97, 98, 99, 100, 101, 102, 103, 104, 105, 106, 107, 108, 109, 110, 111, 112, 113, 114, 115, 116, 117, 118, 119, 120, 121, 122, 123, 124, 125, 126, 127, 128, 129, 130, 131, 132, 133, 134, 135, 136, 137, 138, 139, 140, 141, 142, 143, 144, 145, 146, 147, 148, 149, 150, 151, 152, 153, 154, 155, 156, 157, 158, 159, 160, 161, 162, 163, 164, 165, 166, 167, 168, 169, 170, 171, 172, 173, 174, 175, 176, 177, 178, 179, 180, 181, 182, 183, 184, 185, 186, 187, 188, 189, 190, 191, 192, 193, 194, 195, 196, 197, 198, 199, 200, 201, 202, 203, 204, 205, 206, 207, 208, 209, 210, 211, 212, 213, 214, 215, 216, 217, 218, 219, 220, 221, 222, 223, 224, 225, 226, 227, 228, 229, 230, 231, 232, 233, 234, 235, 236, 237, 238, 239, 240, 241, 242, 243, 244, 245, 246, 247, 248, 249, 250, 251, 252, 253, 254, 255, 256, 257, 258, 259, 260, 261, 262, 263, 264, 265, 266, 267, 268, 269, 270, 271, 272, 273, 274, 275, 276, 277, 278, 279, 280, 281, 282, 283, 284, 285, 286, 287, 288, 289, 290, 291, 292, 293, 294, 295, 296, 297, 298, 299, 300, 301, 302, 303, 304, 305, 306, 307, 308, 309, 310, 311, 312, 313, 314, 315, 316, 317, 318, 319, 320, 321, 322, 323, 324, 325, 326, 327, 328, 329, 330, 331, 332, 333, 334, 335, 336, 337, 338, 339, 340, 341, 342, 343, 344, 345, 346, 347, 348, 349, 350, 351, 352, 353, 354, 355, 356, 357, 358, 359, 360, 361, 362, 363, 364, 365, 366, 367, 368, 369, 370, 371, 372, 373, 374, 375, 376, 377, 378, 379, 380, 381, 382, 383, 384, 385, 386, 387, 388, 389, 390, 391, 392, 393, 394, 395, 396, 397, 398, 399, 400, 401, 402, 403, 404, 405, 406, 407, 408, 409, 410, 411, 412, 413, 414, 415, 416, 417, 418, 419, 420, 421, 422, 423, 424, 425, 426, 427, 428, 429, 430, 431, 432, 433, 434, 435, 436, 437, 438, 439, 440, 441, 442, 443, 444, 445, 446, 447, 448, 449, 450, 451, 452, 453, 454, 455, 456, 457, 458, 459, 460, 461, 462, 463, 464, 465, 466, 467, 468, 469, 470, 471, 472, 473, 474, 475, 476, 477, 478, 479, 480, 481, 482, 483, 484, 485, 486, 487, 488, 489, 490, 491, 492, 493, 494, 495, 496, 497, 498, 499, 500, 501, 502, 503, 504, 505, 506, 507, 508, 509, 510, 511, 512, 513, 514, 515, 516, 517, 518, 519, 520, 521, 522, 523, 524, 525, 526, 527, 528, 529, 530, 531, 532, 533, 534, 535, 536, 537, 538, 539, 540, 541, 542, 543, 544, 545, 546, 547, 548, 549, 550, 551, 552, 553, 554, 555, 556, 557, 558, 559, 560, 561, 562, 563, 564, 565, 566, 567, 568, 569, 570, 571, 572, 573, 574, 575, 576, 577, 578, 579, 580, 581, 582, 583, 584, 585, 586, 587, 588, 589, 590, 591, 592, 593, 594, 595, 596, 597, 598, 599, 600, 601, 602, 603, 604, 605, 606, 607, 608, 609, 610, 611, 612, 613, 614, 615, 616, 617, 618, 619, 620, 621, 622, 623, 624, 625, 626, 627, 628, 629, 630, 631, 632, 633, 634, 635, 636, 637, 638, 639, 640, 641, 642, 643, 644, 645, 646, 647, 648, 649, 650, 651, 652, 653, 654, 655, 656, 657, 658, 659, 660, 661, 662, 663, 664, 665, 666, 667, 668, 669, 670, 671, 672, 673, 674, 675, 676, 677, 678, 679, 680, 681, 682, 683, 684, 685, 686, 687, 688, 689, 690, 691, 692, 693, 694, 695, 696, 697, 698, 699, 700, 701, 702, 703, 704, 705, 706, 707, 708, 709, 710, 711, 712, 713, 714, 715, 716, 717, 718, 719, 720, 721, 722, 723, 724, 725, 726, 727, 728, 729, 730, 731, 732, 733, 734, 735, 736, 737, 738, 739, 740, 741, 742, 743, 744, 745, 746, 747, 748, 749, 750, 751, 752, 753, 754, 755, 756, 757, 758, 759, 760, 761, 762, 763, 764, 765, 766, 767, 768, 769, 770, 771, 772, 773, 774, 775, 776, 777, 778, 779, 780, 781, 782, 783, 784, 785, 786, 787, 788, 789, 790, 791, 792, 793, 794, 795, 796, 797, 798, 799, 800, 801, 802, 803, 804, 805, 806, 807, 808, 809, 810, 811, 812, 813, 814, 815, 816, 817, 818, 819, 820, 821, 822, 823, 824, 825, 826, 827, 828, 829, 830, 831, 832, 833, 834, 835, 836, 837, 838, 839, 840, 841, 842, 843, 844, 845, 846, 847, 848, 849, 850, 851, 852, 853, 854, 855, 856, 857, 858, 859, 860, 861, 862, 863, 864, 865, 866, 867, 868, 869, 870, 871, 872, 873, 874, 875, 876, 877, 878, 879, 880, 881, 882, 883, 884, 885, 886, 887, 888, 889, 890, 891, 892, 893, 894, 895, 896, 897, 898, 899, 900, 901, 902, 903, 904, 905, 906, 907, 908, 909, 910, 911, 912, 913, 914, 915, 916, 917, 918, 919, 920, 921, 922, 923, 924, 925, 926, 927, 928, 929, 930, 931, 932, 933, 934, 935, 936, 937, 938, 939, 940, 941, 942, 943, 944, 945, 946, 947, 948, 949, 950, 951, 952, 953, 954, 955, 956, 957, 958, 959, 960, 961, 962, 963, 964, 965, 966, 967, 968, 969, 970, 971, 972, 973, 974, 975, 976, 977, 978, 979, 980, 981, 982, 983, 984, 985, 986, 987, 988, 989, 990, 991, 992, 993, 994, 995, 996, 997, 998, 999, 1000。

照法5 样品

照法5.1 水质的测定与报告

照法5.1.1 将样品放入容量瓶中, 加水定容至 100 mL, 于 25℃±1℃ 水浴中冷却, 可贮存一年, 或短期存放冷藏。

照法5.2 样品的处理

照法5.2.1 将样品放入容量瓶中, 加水定容至 100 mL, 于 25℃±1℃ 水浴中冷却, 可贮存一年, 或短期存放冷藏。

到平衡状态,每次流量 2 mL,流速为 30 mL/min,检测器温度设定 300 mL。进样瓶中,向平衡液中加入 1 mL 平衡液后,用微量进样器吸取 200 mL 平衡液于中,将二甲苯和丙酮标准液按上述流程加入到进样瓶中,准确加入 1 mL 平衡液,记录进样时间,流速 2 mL/min,进样量为 10 mL,以上为反相色谱法,如图 9。

附录 A 实验步骤

A.1 仪器条件选择

A.1.1 色谱柱选择条件

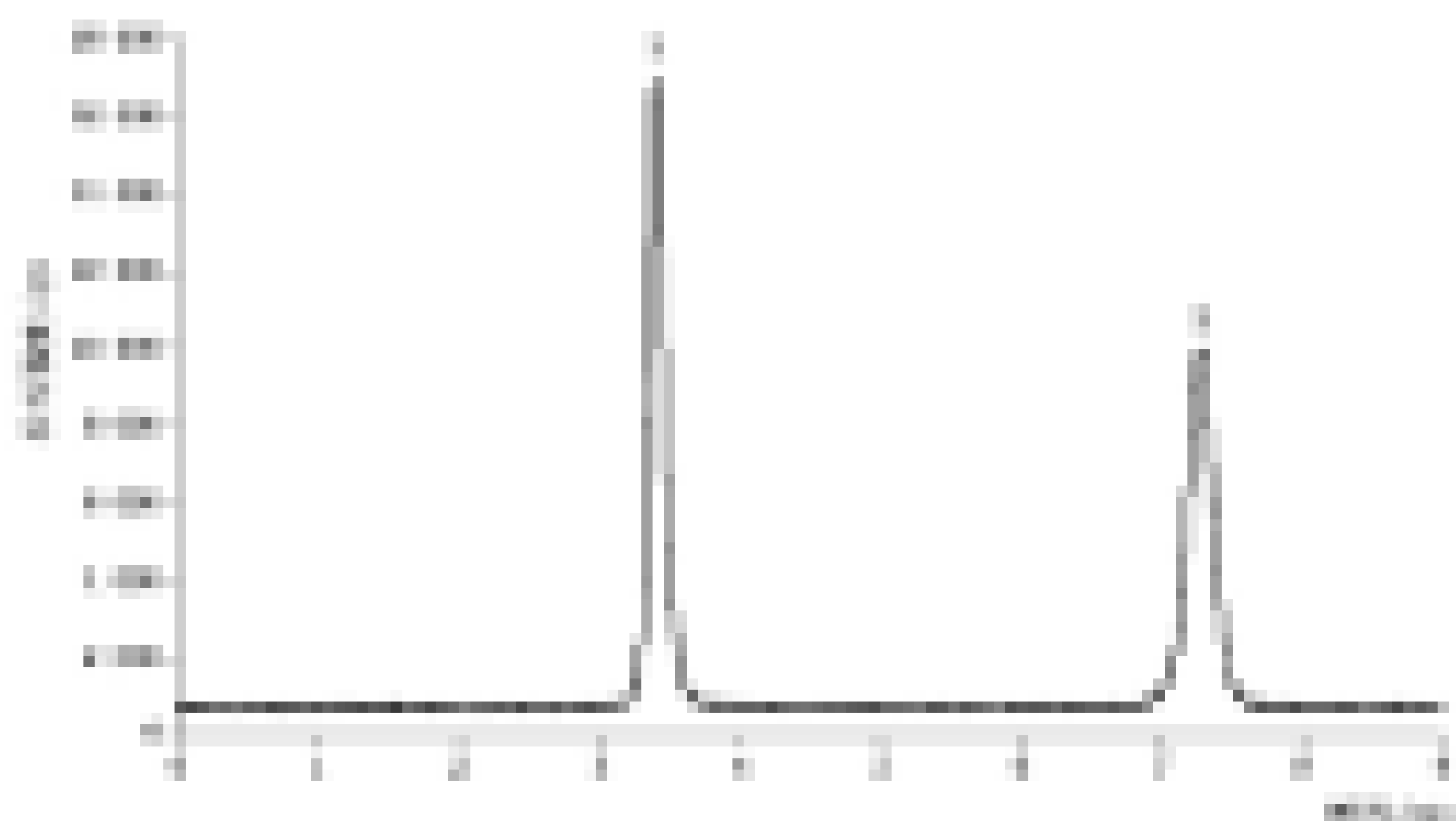
色谱柱: C₁₈ 柱(1.8 μm 粒径 150 mm×4.6 mm×5 μm)或等效的型号 C₁₈ 固定相(1.8 μm 粒径 150 mm×4.6 mm×5 μm)或等效的固定相,流速为: 平衡液为 10 mL/min,二甲苯和丙酮标准液为 100 mmol/L 二甲苯的流速为 10 mL/min,流速: 1.0 mL/min,进样量为 10 μL。

A.1.1.1 电导检测器离子强度选择条件

检测器中: 1 000 mg/L~1 000 mg/L 电导检测器 0.1 mmol/L 氯化钠溶液(25℃),进样量为: 1.00 mL/min,进样时间 2.0 s,进样量为 10 μL 进样。

附录 A.2 标准曲线绘制

设定仪器检测条件,将进样量定为 10 μL,设定平衡液和二甲苯标准液浓度为 100 μg/L,设定二甲苯和丙酮标准液浓度为 100 μg/L,将二甲苯和丙酮标准液混合标准液浓度由低到高依次加入,准确记录电导检测器离子强度检测器中进样量,以二甲苯和丙酮的浓度为 X 轴,电导检测器为 Y 轴,绘制标准曲线,二甲苯和丙酮混合标准液浓度的电导率,见图 10。



附录 A.2 标准曲线图
1——二甲苯;
2——丙酮。

图 9 二甲苯和丙酮标准液电导率标准曲线图 (100 μg/L)

A.1.1.2 检测限值的确定

准确称取 10 μL 二甲苯和丙酮加入准确称取电导检测器离子强度的检测器中,得到电导率,以电导

同时测定, 同时测定。按照标准方法进行测定并换算成二甲苯、乙苯的测定浓度。

20.2.7 试验结果计算

按式(18)计算苯系物二甲苯系物或乙苯系的测定浓度:

$$p_1 = \frac{p_2 \times V_2}{V_1} \quad (18)$$

式中:

p_1 ——本样二甲苯系物或乙苯系的测定浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

p_2 ——由标准物质测定的标准品或乙苯系的测定浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

V_1 ——进样量或测定体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——本样体积,单位为毫升(mL);

按式(19)计算苯系物二甲苯系物或乙苯系的测定浓度:

$$p_1(C_1+H_1+I_1+M_1) = p_2(C_2+H_2+I_2) \quad (19)$$

式中:

$p_1(C_1+H_1+I_1+M_1)$ ——本样中苯系物二甲苯系物的测定浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

p_2 ——标准品二甲苯系的测定浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

$C_1+H_1+I_1+M_1$ ——测定浓度;

注:当样品二甲苯系物或乙苯系的测定浓度小于 $1 \mu\text{g/L}$ 时,结果保留两位有效数字,当大于或等于 $1 \mu\text{g/L}$ 时,结果保留三位有效数字。

20.2.8 检测限和检出限

本方法检出限为以进样量为 $500 \mu\text{g/L}$ — $1.00 \mu\text{g/L}$ 浓度标准溶液连续进样,由空白加标回收率和加标回收率,根据空白加标回收率范围 $90\% \sim 110\%$,加标回收率小于 90% 或乙苯系的回收率范围 $90\% \sim 110\%$,加标回收率小于 90% 。

20.3 苯系物废气检测法-中压气袋法

20.3.1 适用范围和测定原理

本方法适用于苯系物乙苯系物废气中测定浓度为 $0.1 \mu\text{g/L}$ — $10 \mu\text{g/L}$ 的苯系物乙苯系物时,测定原理和原理同法 $0.1 \mu\text{g/L}$ 。

20.3.2 原理

将待测二甲苯系物或乙苯系物经四甲基硅烷衍生,生成挥发性二甲苯系物或乙苯系物,经吹扫捕集,经吸附管与解吸管分离后,再经富集管为富集气,经汽化炉汽化后进样检测。同时测定苯系物时,同时测定。

20.3.3 试剂

试剂、标准物质、试剂乙苯系物按照附录A内为相应化学试剂。

除另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,由标准物质中心(或)国家统一供应。

20.3.3.1 试剂($p=0.05 \text{ g/mL}$),同附录A。

20.3.3.2 试剂($p=0.05 \text{ g/mL}$),同附录A。

20.3.3.3 四氯化硅(SiCl_4),同附录A。

20.3.3.4 乙苯(C_8H_{10}),同附录A。

20.3.3.5 正庚烷(C_7H_{16}),同附录A。

28.1.1.6 四丙基锗烷 $(C_{10}H_{20}GeCl_4)$,纯度 $\geq 99.9\%$,准确称量准确至 0.01mg 。

28.1.1.7 氯化甲砷酸 $(C_2H_5AsCl_2)$,纯度 $\geq 99.9\%$ 。

28.1.1.8 氯化乙砷酸 $(C_2H_5)_2AsCl$,纯度 $\geq 99.9\%$ 。

28.1.1.9 甲苯 (C_7H_8) ,纯度 $\geq 99.9\%$ 。

28.1.1.10 乙醚 $(C_4H_{10}O)$,纯度 $\geq 99.9\%$ 。

28.1.1.11 丙酮 (C_3H_6O) ,纯度 $\geq 99.9\%$ 。

28.1.1.12 甲苯 (C_7H_8) ,纯度 $\geq 99.9\%$ 。

28.1.1.13 氯化砷标准液 $[As](AsO_4)^{3-}$,称取 1.0g 氯化砷,溶于 100mL 水中,加入 10mL 稀硝酸并调整溶液酸度至 pH 为 $1\sim 2$ 。

28.1.1.14 四丙基锗烷标准液 $[Ge](C_4H_9)_4$,称取 1.0g 四丙基锗烷,溶于 100mL 四氯化碳中,加入 10mL 的浓度为 10mg/L 的 AsO_4^{3-} 标准液,混合,准确分置于若干 5mL 容量衬瓶并密封玻璃瓶中,于一 18℃ 下保存,可保存 6 个月。使用时,取一小量试剂,在瓶内快速摇晃约一半时使用。

28.1.1.15 乙基砷标准液,称取 0.1g 乙基砷,溶于 100mL 水中,加入 2mL 乙醚,用本试剂稀释 100mL ,在容量衬瓶试剂瓶中,准确调配。

28.1.1.16 甲基砷标准液,称取 1.0mg/mL 的 $(CH_3)_3AsCl$ 溶于 100mL 水中,加入少量甲苯,用甲苯稀释 10mL 并调整酸度至 pH 为 $1\sim 2$,于一 18℃ 下保存,可保存一年。使用时取一小量试剂。

28.1.1.17 乙基砷标准液,称取 1.0mg/mL 的 $(C_2H_5)_2AsCl$ 溶于 100mL 水中,加入少量甲苯,用甲苯稀释 10mL 并调整酸度至 pH 为 $1\sim 2$,于一 18℃ 下保存,可保存一年。使用时取一小量试剂。

28.1.1.18 甲基砷标准液,称取 1.0mg/mL 的 $(CH_3)_3AsCl$ 溶于 100mL 水中,加入少量甲苯,用甲苯稀释 10mL 并调整酸度至 pH 为 $1\sim 2$,于一 18℃ 下保存,可保存一年。使用时取一小量试剂。

28.1.1.19 乙基砷标准液,称取 1.0mg/mL 的 $(C_2H_5)_2AsCl$ 溶于 100mL 水中,加入少量甲苯,用甲苯稀释 10mL 并调整酸度至 pH 为 $1\sim 2$,于一 18℃ 下保存,可保存一年。使用时取一小量试剂。

28.1.1.20 甲基砷标准液,称取 1.0mg/mL 的 $(CH_3)_3AsCl$ 溶于 100mL 水中,加入少量甲苯,用甲苯稀释 10mL 并调整酸度至 pH 为 $1\sim 2$,于一 18℃ 下保存,可保存一年。使用时取一小量试剂。

28.1.1.21 乙基砷标准液,称取 1.0mg/mL 的 $(C_2H_5)_2AsCl$ 溶于 100mL 水中,加入少量甲苯,用甲苯稀释 10mL 并调整酸度至 pH 为 $1\sim 2$,于一 18℃ 下保存,可保存一年。使用时取一小量试剂。

28.1.1.22 甲基砷标准液,称取 1.0mg/mL 的 $(CH_3)_3AsCl$ 溶于 100mL 水中,加入少量甲苯,用甲苯稀释 10mL 并调整酸度至 pH 为 $1\sim 2$,于一 18℃ 下保存,可保存一年。使用时取一小量试剂。

28.1.1.23 乙基砷标准液,称取 1.0mg/mL 的 $(C_2H_5)_2AsCl$ 溶于 100mL 水中,加入少量甲苯,用甲苯稀释 10mL 并调整酸度至 pH 为 $1\sim 2$,于一 18℃ 下保存,可保存一年。使用时取一小量试剂。

28.1.4 仪器设备

28.1.4.1 气相色谱仪,配有电子流量控制器。气相色谱仪可以检测低至皮克级的砷化合物。检测器灵敏度为 10^{-12} 质量/质量(10pg/g)。检测器比砷标准物质,应同时检测砷标准物质,检测限 10pg/g 。

28.1.4.2 天平,分量为不大于 0.01mg 。

28.1.4.3 棕色玻璃容量瓶, 10mL ,准确称量到 0.01mg 。

28.1.4.4 准确容量瓶, 10mL , 20mL , 100mL 。

28.1.4.5 移液管, $100\text{ }\mu\text{L}$, $200\text{ }\mu\text{L}$, $500\text{ }\mu\text{L}$ 。

28.3.3.4 甲酸铵溶液, 1 mL, 1 mL,

28.3.3 试剂

28.3.3.1 试剂的纯度与浓度

所有乙炔试剂均为高纯试剂, 使用前用高纯氮气将样品瓶冲洗十次以上。1 L 水中加入 4 mL 浓度为 100 g/L 乙炔-乙炔烷标准溶液时, 浓度为 1 mg/L 乙炔标准溶液条件下可检测 2 ng。

28.3.3.2 标准物质

在标准物质中加入 20 mL 浓度为 10 mL 乙炔标准物质或 10 mL 乙炔标准物质, 依次加入 100 μ L 乙炔-乙炔烷标准溶液 10 μ L, 丙炔标准物质 10 μ L, 浓度为 100 mg/L 乙炔标准物质, 浓度为 100 mg/L。

28.3.4 仪器与设备

28.3.4.1 仪器与设备

28.3.4.1.1 气相色谱仪与数据采集

载气为氮气, 进气温度为 100 $^{\circ}$ C, 柱温箱温度为 100 $^{\circ}$ C, 进样口温度为 100 $^{\circ}$ C, 进样时间为 10 μ s, 进样量为 1 μ L, 进样速度为 10 μ L/min, 进样时间为 10 μ s, 进样量为 1 μ L, 进样速度为 10 μ L/min, 进样时间为 10 μ s。

28.3.4.1.2 气相色谱仪与数据采集

进样量为 1 μ L, 进样速度为 10 μ L/min, 进样时间为 10 μ s, 进样量为 1 μ L, 进样速度为 10 μ L/min, 进样时间为 10 μ s, 进样量为 1 μ L, 进样速度为 10 μ L/min, 进样时间为 10 μ s。

28.3.4.1.3 原子吸收光谱仪

进样量为 1 μ L, 进样速度为 10 μ L/min, 进样时间为 10 μ s, 进样量为 1 μ L, 进样速度为 10 μ L/min, 进样时间为 10 μ s。

28.3.4.2 标准物质

进样量为 1 μ L, 进样速度为 10 μ L/min, 进样时间为 10 μ s, 进样量为 1 μ L, 进样速度为 10 μ L/min, 进样时间为 10 μ s。

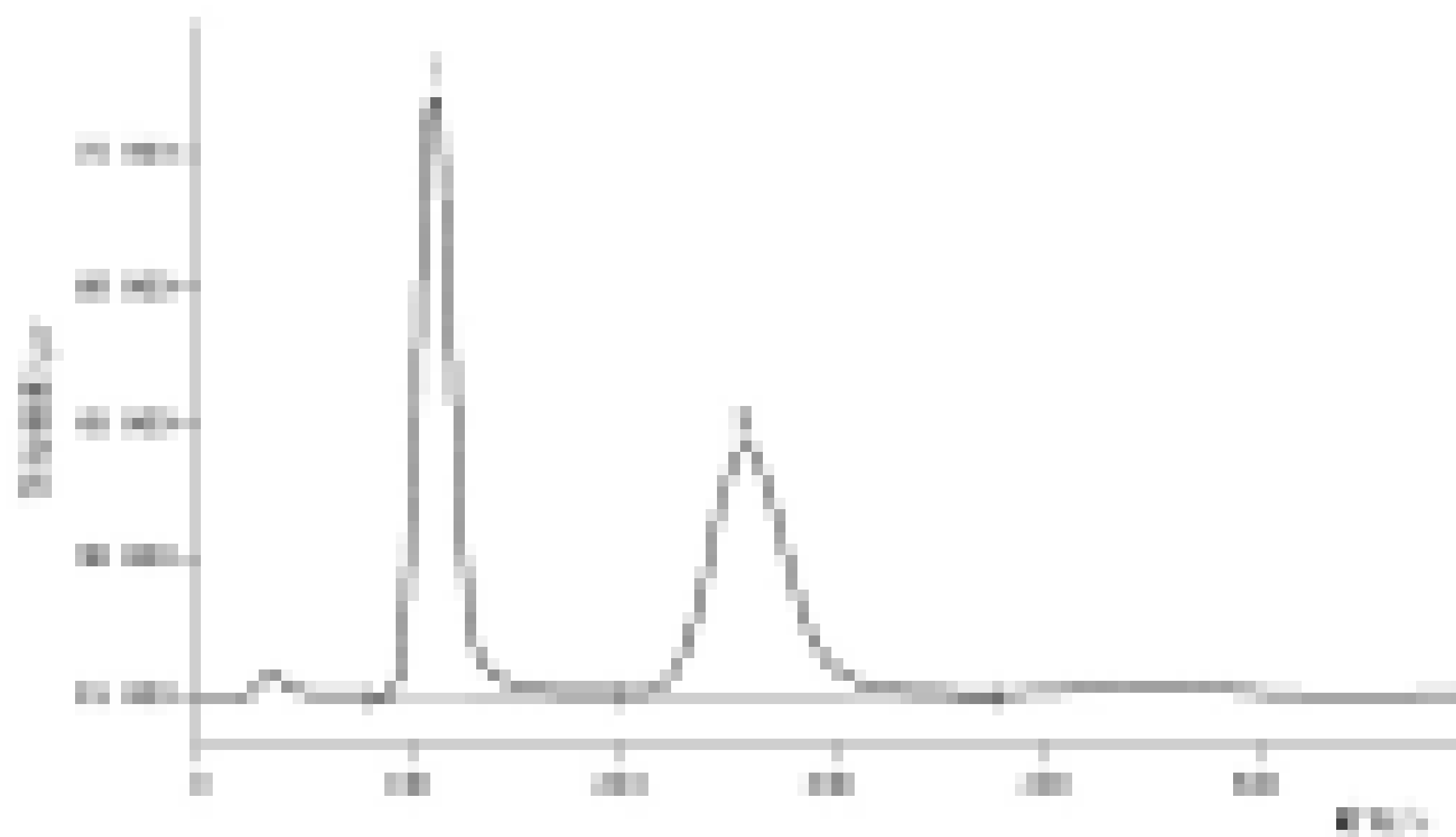


图 10 样品中峰识别。
1——甲基乙酸酐峰；
2——乙基乙酸酐峰。

图 10 甲基乙酸酐和乙基乙酸酐的气相色谱图 (mg/L)

3.1.4.2 仪器校准的测定

在与标准物质相同的条件下,测定到在标准物质样品和空白样品中甲基乙酸酐和乙基乙酸酐含量,扣除空白值后,由甲基乙酸酐和乙基乙酸酐标准物质的浓度计算出甲基乙酸酐和乙基乙酸酐的测定效率(mg/L)。

3.1.7 回收率测定

试样中甲基乙酸酐和乙基乙酸酐含量按式(10)计算。

$$p_1 = f \cdot p_2 \quad \text{--- 式(10)}$$

式中:

p_1 ——试样中甲基乙酸酐和乙基乙酸酐的测定值,单位为质量分数(mg/L)。

f ——回收率。

p_2 ——由标准物质测得的甲基乙酸酐和乙基乙酸酐的测定值,单位为质量分数(mg/L)。

试样中甲基乙酸酐的含量按式(11)计算。

$$p_1(C_1, H_1) \text{ 或 } p_1(C_2, H_2) = 1.131 \times p_2 \quad \text{--- 式(11)}$$

式中:

$p_1(C_1, H_1)$ 或 $p_1(C_2, H_2)$ ——试样中甲基乙酸酐和乙基乙酸酐的测定值,单位为质量分数(mg/L)。

p_2 ——试样中乙基乙酸酐的测定值,单位为质量分数(mg/L)。

1.131——回收率。

注:当试样中甲基乙酸酐和乙基乙酸酐的浓度小于 1 μg/L 时,回收率测定值应取平均值,当大于或等于 1 μg/L 时,回收率测定值应取最大值。

3.1.8 测定结果的判定

当水中测定值用式(1)或式(2)测定值在 0.5 mg/L—100 mg/L 质量浓度范围内时,水中测定值扣除空白测定值后,甲基乙酸酐和乙基乙酸酐的测定值在 0.5 μg/L—100 μg/L 浓度范围内且小于 0.2 μg/L 时,测定值按同的半量测定 0.2 μg/L—11 μg/L,最终测定值应小于 0.2 μg/L。

29 附 录

29.1 甲氧氯-11 砷酸盐测定

29.1.1 检测限和定量限

本方法的检测限为 $1.0 \mu\text{g}$ ，定量限为 1.0 mL 水样测定，相应的检测限浓度为 0.01 mg/L 。

29.1.2 原理

砷与甲氧氯-11 砷酸盐的配合物，其颜色与砷的浓度在一定范围内呈线性关系。

29.1.3 试剂

29.1.3.1 甲氧氯-11 砷酸盐 0.1 g/L ：称取 0.1 g 甲氧氯-11 砷酸盐 $\text{MOC}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{As}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 溶于 100 mL 水中，加入浓度为 1.0 mol/L 的盐酸，定容至 100 mL 。

注：甲氧氯-11 砷酸盐，即 0.1 g 砷酸盐 $\text{MOC}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{As}_2\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 溶于 100 mL 水中，用稀盐酸定容至 100 mL ，用容量瓶稀释至 100 mL 的浓度，用容量瓶定容至 100 mL ，用容量瓶定容至 100 mL ，用容量瓶定容至 100 mL ，用容量瓶定容至 100 mL 。

29.1.3.2 乙醛溶液 10 g/L ：称取 10 g 乙醛溶于 100 mL 水中，加入 1.0 mL 冰乙酸 $\rho_{20} = 1.05 \text{ g/mL}$ 。

29.1.3.3 硼酸溶液 10 g/L ：称取 10 g 硼酸溶于 100 mL 水中，加入 1.0 mL 冰乙酸 $\rho_{20} = 1.05 \text{ g/mL}$ 。

29.1.3.4 硼酸溶液 10 g/L ：称取 10 g 硼酸溶于 100 mL 水中，加入 1.0 mL 冰乙酸 $\rho_{20} = 1.05 \text{ g/mL}$ 。

29.1.4 仪器设备

29.1.4.1 分光光度计。

29.1.4.2 容量瓶 100 mL 。

29.1.5 试验步骤

29.1.5.1 试剂配制 1.0 mL 于 10 mL 比色瓶中。

29.1.5.2 试剂 0 mL 、 0.1 mL 、 0.2 mL 、 0.3 mL 、 0.4 mL 、 0.5 mL 、 1.0 mL 、 2.0 mL ，置于 10 mL 比色瓶中，用容量瓶定容至 10 mL 。

29.1.5.3 加入 1.0 mL 乙醛溶液和 1.0 mL 硼酸溶液，再加入 1.0 mL 甲氧氯-11 砷酸盐 0.1 g/L 溶液，混匀 10 min ，于 40 min 后，用 1 cm 比色杯，在 420 nm 处测定吸光度。

29.1.5.4 绘制标准曲线，并测定水样中砷的浓度。

29.1.6 试验结果计算

按式 (1) 计算水样中砷的质量浓度：

$$\rho_{\text{As}} = \frac{m}{V} \quad (1)$$

式中：

ρ_{As} ——水样中砷的质量浓度，单位为毫克每升 (mg/L) ；

m ——测定于量杯中的质量，单位为微克 (μg) ；

N ——水样的体积,单位为毫升(mL);

28.1.1 硫酸钡钡量测定

测定方法:取 20 mL mg/L 或 100 mL 10 mg/L 的含钡水样,加硝酸使溶液呈酸性,加 5 mL 的 $10\% \text{ HCl}$ 的溶液,加不同浓度的草酸,加入量从 0.2 mL 1 mg/L — 1.2 mL 1 mg/L ,同时加入 0.25 mL — 1.25 mL 。

例 1: 硫酸钡钡量于分光光度测定

按 4.4 叙述的方法测定。

28.1 硫酸钡钡量于重量测定

按 4.2 叙述的方法测定。

例 2: 钡量

28.1 钡量测定—重量法

28.1.1 钡量测定—重量法

本法适用于生活饮用水中钡的测定。原理:将水样经沉淀、过滤、洗涤、干燥、灼烧、称量、硫酸钡重量法,经沉淀、过滤、洗涤、干燥、灼烧、称量。

28.1.1 原理

水样经沉淀、过滤、洗涤、干燥、灼烧、称量、硫酸钡重量法,经沉淀、过滤、洗涤、干燥、灼烧、称量。水样经沉淀、过滤、洗涤、干燥、灼烧、称量。水样经沉淀、过滤、洗涤、干燥、灼烧、称量。水样经沉淀、过滤、洗涤、干燥、灼烧、称量。水样经沉淀、过滤、洗涤、干燥、灼烧、称量。

28.1.1 试剂与材料

试剂、试剂为分析纯,试剂中应含有足够量的钡,并应经个人安全防护。

28.1.1.1 试剂:符合 GB/T 6682 的三级或四级纯水。

28.1.1.2 试剂:符合 GB/T 6682 的三级或四级纯水。

28.1.1.3 试剂:符合 GB/T 6682 的三级或四级纯水,浓度为 1 mg/L 、 10 mg/L 、 100 mg/L 。

28.1.1.4 试剂:符合 GB/T 6682 的三级或四级纯水,浓度为 1 mg/L 、 10 mg/L 、 100 mg/L 。试剂:符合 GB/T 6682 的三级或四级纯水,浓度为 1 mg/L 、 10 mg/L 、 100 mg/L 。试剂:符合 GB/T 6682 的三级或四级纯水,浓度为 1 mg/L 、 10 mg/L 、 100 mg/L 。

28.1.1.5 试剂:符合 GB/T 6682 的三级或四级纯水,浓度为 1 mg/L 、 10 mg/L 、 100 mg/L 。试剂:符合 GB/T 6682 的三级或四级纯水,浓度为 1 mg/L 、 10 mg/L 、 100 mg/L 。

28.1.1.6 试剂:符合 GB/T 6682 的三级或四级纯水,浓度为 1 mg/L 、 10 mg/L 、 100 mg/L 。试剂:符合 GB/T 6682 的三级或四级纯水,浓度为 1 mg/L 、 10 mg/L 、 100 mg/L 。

注:试剂中应含有足够量的钡,并应经个人安全防护。试剂中应含有足够量的钡,并应经个人安全防护。试剂中应含有足够量的钡,并应经个人安全防护。

28.1.1 试剂与材料

28.1.1.1 试剂:符合 GB/T 6682 的三级或四级纯水。

- GB 1412 塑料管。
- GB 1413 雨水管接口，直径 102 mm，壁厚 2.0 mm。
- GB 1414 塑料排水管道，及其专用连接管道。
- GB 1415 灰土，每立方重量为 1.1 mg。
- GB 1416 塑料连接管道。
- GB 1417 扣压式连接塑料排水管。
- GB 1418 塑料排水管。
- GB 1419 配有非必需卡扣塑料排水管，每米 2.00 m。
- GB 1420 塑料排水管接口。
- GB 1421 管子。
- GB 1422 塑料排水管道。
- GB 1423 管子，每米 2.00 m。
- GB 1424 管子，每米 2.00 m。
- GB 1425 扣压管。
- GB 1426 扣压管，1.00 m。
- GB 1427 塑料排水管及聚乙烯塑料管。

GB 15 样品

GB 15.1 水样的采集和保存

- GB 15.1.1 水样采集、样品容器及聚乙烯塑料瓶重量和容积、采样器具规格应符合 GB 15.1.1.1 的规定，采样器具规格应符合 GB 15.1.1.2 的规定，采样器具规格应符合 GB 15.1.1.3 的规定。
- GB 15.1.2 水样采集、样品容器及聚乙烯塑料瓶应符合 GB 15.1.1.1 的规定，采样器具规格应符合 GB 15.1.1.2 的规定，采样器具规格应符合 GB 15.1.1.3 的规定。

GB 15.2 样品预处理

GB 15.2.1 塑料-扣压式排水管

塑料、扣压式排水管，塑料管应符合 GB 1412 的规定。

塑料管应符合 GB 1412 的规定，塑料管应符合 GB 1412 的规定，塑料管应符合 GB 1412 的规定，塑料管应符合 GB 1412 的规定，塑料管应符合 GB 1412 的规定，塑料管应符合 GB 1412 的规定，塑料管应符合 GB 1412 的规定，塑料管应符合 GB 1412 的规定，塑料管应符合 GB 1412 的规定，塑料管应符合 GB 1412 的规定。

GB 15.2.2 扣压管

扣压管应符合 GB 1412 的规定，扣压管应符合 GB 1412 的规定，扣压管应符合 GB 1412 的规定，扣压管应符合 GB 1412 的规定，扣压管应符合 GB 1412 的规定，扣压管应符合 GB 1412 的规定，扣压管应符合 GB 1412 的规定，扣压管应符合 GB 1412 的规定，扣压管应符合 GB 1412 的规定，扣压管应符合 GB 1412 的规定。

GB 15.3 试验步骤

GB 15.3.1 试验步骤

试验步骤应符合 GB 15.3.1.1 的规定，试验步骤应符合 GB 15.3.1.1 的规定，试验步骤应符合 GB 15.3.1.1 的规定，试验步骤应符合 GB 15.3.1.1 的规定，试验步骤应符合 GB 15.3.1.1 的规定。

製成材料。材料中的銅箔厚度應為：

圖 14 中虛線區域中的銅箔厚度應與銅箔厚度一致。

3.1.4.2 虛線區域

虛線區域應由銅箔製成，其應平穩且平直，由四個正方形區域組成，每個區域的邊長為 2.5 mm^2 的小方塊。虛線區域應如圖 14 所示，每個區域中銅箔應製成。銅箔區域應如圖 14 所示，應在銅箔區域中。

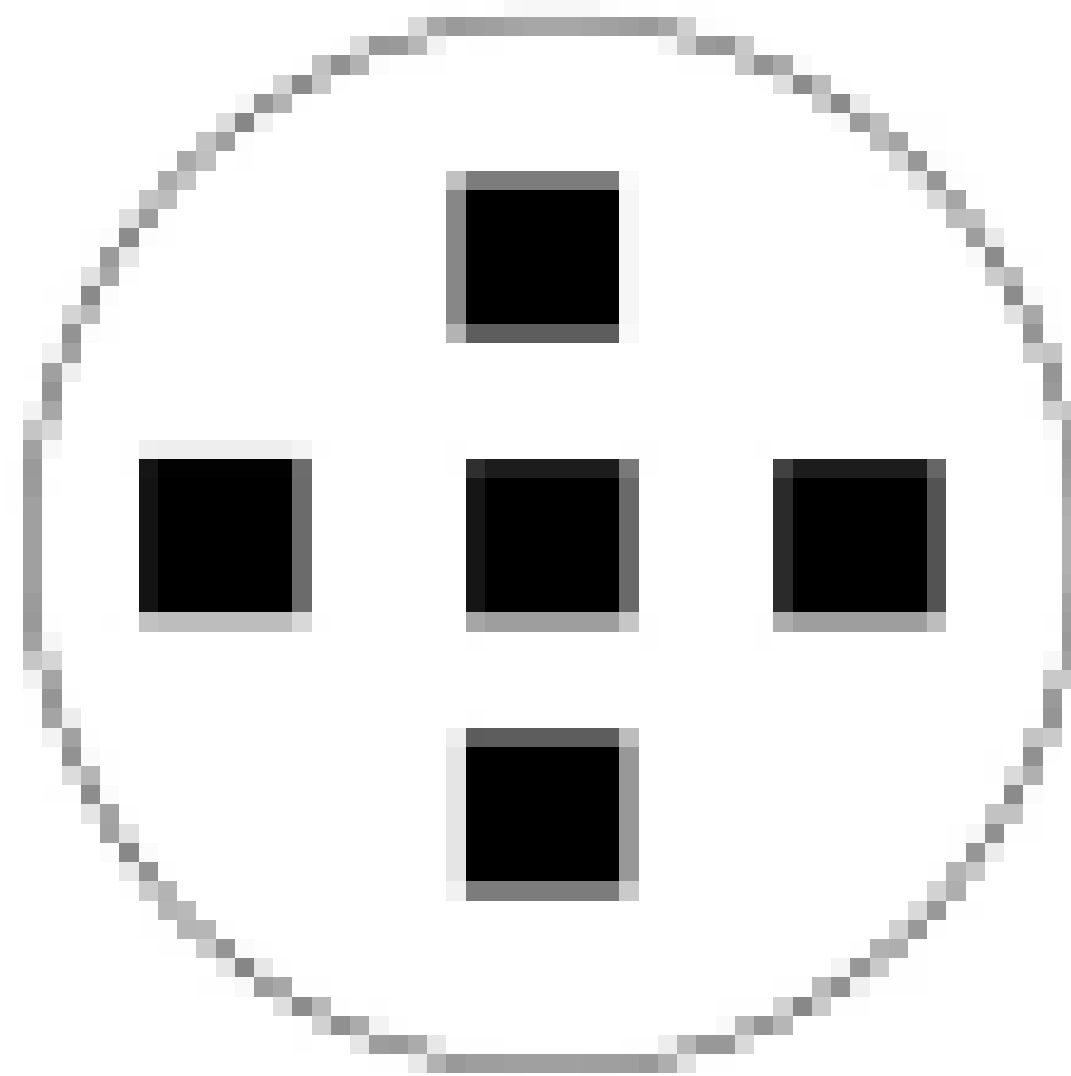


圖 14 虛線區域的示意圖。

圖 14 虛線區域的示意圖

3.1.4.3 小方塊的平面

每個小方塊的銅箔應製成由銅箔製成，其應平穩且平直，由四個正方形區域組成，每個區域的邊長為 2.5 mm^2 的小方塊。

3.1.4.4 虛線區域的厚度

每個小方塊的銅箔應製成由銅箔製成，其應平穩且平直，由四個正方形區域組成，每個區域的邊長為 2.5 mm^2 的小方塊。

3.1.4.5 銅箔和銅箔的厚度

每個小方塊的銅箔應製成由銅箔製成，其應平穩且平直，由四個正方形區域組成，每個區域的邊長為 2.5 mm^2 的小方塊。

3.1.4.6 銅箔和銅箔的厚度

3.1.4.6.1 每個小方塊的銅箔應製成由銅箔製成，其應平穩且平直，由四個正方形區域組成，每個區域的邊長為 2.5 mm^2 的小方塊。銅箔的厚度應與銅箔厚度一致。銅箔的厚度應與銅箔厚度一致。銅箔的厚度應與銅箔厚度一致。銅箔的厚度應與銅箔厚度一致。

3.1.4.6.2 每個小方塊的銅箔應製成由銅箔製成，其應平穩且平直，由四個正方形區域組成，每個區域的邊長為 2.5 mm^2 的小方塊。銅箔的厚度應與銅箔厚度一致。銅箔的厚度應與銅箔厚度一致。銅箔的厚度應與銅箔厚度一致。銅箔的厚度應與銅箔厚度一致。

圖 15 銅箔和銅箔的厚度

3.1.4.7 銅箔和銅箔的厚度

每個小方塊的銅箔應製成由銅箔製成，其應平穩且平直，由四個正方形區域組成，每個區域的邊長為 2.5 mm^2 的小方塊。

- h —— 中位数密度函数;
- k —— 过程参数, 单位为 $1/L_0$;
- L —— 内层附加数据;
- L₀ —— 层中位数间距, 单位为平方厘米 cm^2 。

图 L.3.1 附加数据层间距的计算

按照图 L.3.1 中的方法, 附加数据层的间距由下式给出(见式 L.3.1)。

$$L_0 = a \cdot b \cdot \frac{d^2 \cdot L \cdot m^2}{n} \quad \text{或} \quad L_0 = \frac{a \cdot b \cdot d^2 \cdot L \cdot m^2}{n} \quad \text{或} \quad L_0 = \frac{a \cdot b \cdot d^2 \cdot L \cdot m^2}{n} \quad \text{或} \quad L_0 = \frac{a \cdot b \cdot d^2 \cdot L \cdot m^2}{n} \quad (L.3.1)$$

式中:

- L —— 层数;
- a —— 随机变量;
- b —— 层中位数间距与间距系数之比;
- d —— 层中位数间距与层间距的初始比值, 即层间距;
- e —— 内层附加数据的层数。

按照式 L.3.1 给出的方法, 附加数据层的间距由图 L.3.1 中的方法给出。

表 L.3 数据层间距的初始比值和附加数据层间距

层数 L	层间距 L ₀	初始比值 d	附加数据层间距 L ₀	层数 L	附加数据层间距 L ₀
1	1.000—1.000	1.0	1.000—1.000	16	16.000—16.000
2	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	17	17.000—17.000
3	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	18	18.000—18.000
4	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	19	19.000—19.000
5	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	20	20.000—20.000
6	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	21	21.000—21.000
7	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	22	22.000—22.000
8	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	23	23.000—23.000
9	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	24	24.000—24.000
10	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	25	25.000—25.000
11	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	26	26.000—26.000
12	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	27	27.000—27.000
13	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	28	28.000—28.000
14	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	29	29.000—29.000
15	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	30	30.000—30.000
16	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	31	31.000—31.000
17	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	32	32.000—32.000
18	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	33	33.000—33.000
19	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	34	34.000—34.000
20	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	35	35.000—35.000
21	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	36	36.000—36.000
22	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	37	37.000—37.000
23	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	38	38.000—38.000
24	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	39	39.000—39.000
25	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	40	40.000—40.000
26	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	41	41.000—41.000
27	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	42	42.000—42.000
28	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	43	43.000—43.000
29	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	44	44.000—44.000
30	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	45	45.000—45.000
31	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	46	46.000—46.000
32	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	47	47.000—47.000
33	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	48	48.000—48.000
34	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	49	49.000—49.000
35	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	50	50.000—50.000
36	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	51	51.000—51.000
37	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	52	52.000—52.000
38	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	53	53.000—53.000
39	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	54	54.000—54.000
40	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	55	55.000—55.000
41	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	56	56.000—56.000
42	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	57	57.000—57.000
43	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	58	58.000—58.000
44	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	59	59.000—59.000
45	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	60	60.000—60.000
46	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	61	61.000—61.000
47	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	62	62.000—62.000
48	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	63	63.000—63.000
49	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	64	64.000—64.000
50	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	65	65.000—65.000
51	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	66	66.000—66.000
52	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	67	67.000—67.000
53	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	68	68.000—68.000
54	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	69	69.000—69.000
55	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	70	70.000—70.000
56	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	71	71.000—71.000
57	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	72	72.000—72.000
58	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	73	73.000—73.000
59	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	74	74.000—74.000
60	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	75	75.000—75.000
61	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	76	76.000—76.000
62	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	77	77.000—77.000
63	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	78	78.000—78.000
64	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	79	79.000—79.000
65	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	80	80.000—80.000
66	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	81	81.000—81.000
67	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	82	82.000—82.000
68	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	83	83.000—83.000
69	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	84	84.000—84.000
70	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	85	85.000—85.000
71	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	86	86.000—86.000
72	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	87	87.000—87.000
73	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	88	88.000—88.000
74	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	89	89.000—89.000
75	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	90	90.000—90.000
76	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	91	91.000—91.000
77	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	92	92.000—92.000
78	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	93	93.000—93.000
79	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	94	94.000—94.000
80	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	95	95.000—95.000
81	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	96	96.000—96.000
82	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	97	97.000—97.000
83	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	98	98.000—98.000
84	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	99	99.000—99.000
85	1.000—1.500	1.5	1.500—1.500	100	100.000—100.000

表 10 常规计数筛筛分筛筛网规格范围 (mm)

筛网号数	筛网系列	筛网尺寸	筛网系列	筛网尺寸	筛网系列
14	4.75(1)~14.98	14	14.98(1)~47.50	14	14.98(1)~47.50
16	4.75(1)~14.98	16	47.50(1)~75.00	16	75.00(1)~149.80
18	4.75(1)~14.98	18	47.50(1)~75.00	18	75.00(1)~149.80
20	4.75(1)~14.98	20	47.50(1)~75.00	20	75.00(1)~149.80
25	4.75(1)~14.98	25	47.50(1)~75.00	25	75.00(1)~149.80
30	4.75(1)~14.98	30	47.50(1)~75.00	30	75.00(1)~149.80
35	4.75(1)~14.98	35	47.50(1)~75.00	35	75.00(1)~149.80
40	4.75(1)~14.98	40	47.50(1)~75.00	40	75.00(1)~149.80
45	4.75(1)~14.98	45	47.50(1)~75.00	45	75.00(1)~149.80
50	4.75(1)~14.98	50	47.50(1)~75.00	50	75.00(1)~149.80
60	4.75(1)~14.98	60	47.50(1)~75.00	60	75.00(1)~149.80
70	4.75(1)~14.98	70	47.50(1)~75.00	70	75.00(1)~149.80
80	4.75(1)~14.98	80	47.50(1)~75.00	80	75.00(1)~149.80
90	4.75(1)~14.98	90	47.50(1)~75.00	90	75.00(1)~149.80
100	4.75(1)~14.98	100	47.50(1)~75.00	100	75.00(1)~149.80
110	4.75(1)~14.98	110	47.50(1)~75.00	110	75.00(1)~149.80
120	4.75(1)~14.98	120	47.50(1)~75.00	120	75.00(1)~149.80
130	4.75(1)~14.98	130	47.50(1)~75.00	130	75.00(1)~149.80
140	4.75(1)~14.98	140	47.50(1)~75.00	140	75.00(1)~149.80
150	4.75(1)~14.98	150	47.50(1)~75.00	150	75.00(1)~149.80
160	4.75(1)~14.98	160	47.50(1)~75.00	160	75.00(1)~149.80
170	4.75(1)~14.98	170	47.50(1)~75.00	170	75.00(1)~149.80
180	4.75(1)~14.98	180	47.50(1)~75.00	180	75.00(1)~149.80
190	4.75(1)~14.98	190	47.50(1)~75.00	190	75.00(1)~149.80
200	4.75(1)~14.98	200	47.50(1)~75.00	200	75.00(1)~149.80
220	4.75(1)~14.98	220	47.50(1)~75.00	220	75.00(1)~149.80
250	4.75(1)~14.98	250	47.50(1)~75.00	250	75.00(1)~149.80
280	4.75(1)~14.98	280	47.50(1)~75.00	280	75.00(1)~149.80
300	4.75(1)~14.98	300	47.50(1)~75.00	300	75.00(1)~149.80
320	4.75(1)~14.98	320	47.50(1)~75.00	320	75.00(1)~149.80
350	4.75(1)~14.98	350	47.50(1)~75.00	350	75.00(1)~149.80
400	4.75(1)~14.98	400	47.50(1)~75.00	400	75.00(1)~149.80
450	4.75(1)~14.98	450	47.50(1)~75.00	450	75.00(1)~149.80
500	4.75(1)~14.98	500	47.50(1)~75.00	500	75.00(1)~149.80
560	4.75(1)~14.98	560	47.50(1)~75.00	560	75.00(1)~149.80
630	4.75(1)~14.98	630	47.50(1)~75.00	630	75.00(1)~149.80
710	4.75(1)~14.98	710	47.50(1)~75.00	710	75.00(1)~149.80
800	4.75(1)~14.98	800	47.50(1)~75.00	800	75.00(1)~149.80
900	4.75(1)~14.98	900	47.50(1)~75.00	900	75.00(1)~149.80
1000	4.75(1)~14.98	1000	47.50(1)~75.00	1000	75.00(1)~149.80

* 筛网筛分效率为 95%，筛分效率 = 筛分效率 × 筛网效率 = 100%。

32.1.2.1 筛网筛分效率的表示

普通筛网筛分效率的表示式 (14)：

$$L_{50} = \frac{L_{50} \times \sum_{i=1}^n \frac{d_i^2 \times W_i}{L_{50} \times \sum_{i=1}^n \frac{d_i^2 \times W_i}{L_{50}}}}{\sum_{i=1}^n \frac{d_i^2 \times W_i}{L_{50}}} \times 100\% \quad \text{--- 公式 (14)}$$

式中：

- L_{50} —— 普通筛网筛分效率，单位为百分数(%)；
- L_{50} —— 筛网筛分效率的表示式 (14) 中的 L_{50} ，单位为百分数(%)；
- d_i —— 筛网孔径尺寸，单位为毫米 (mm)；
- W_i —— 各种筛网筛分效率；
- W_i —— 筛网筛分效率，单位为百分数(%)；
- W_i —— 筛网筛分效率；
- W_i —— 筛网筛分效率，单位为百分数(%)。

32.1.2.2 筛网筛分

筛网筛分中记录筛网筛分效率和筛分效率，筛网筛分效率和筛网筛分效率由筛网筛分效率和筛网筛分效率

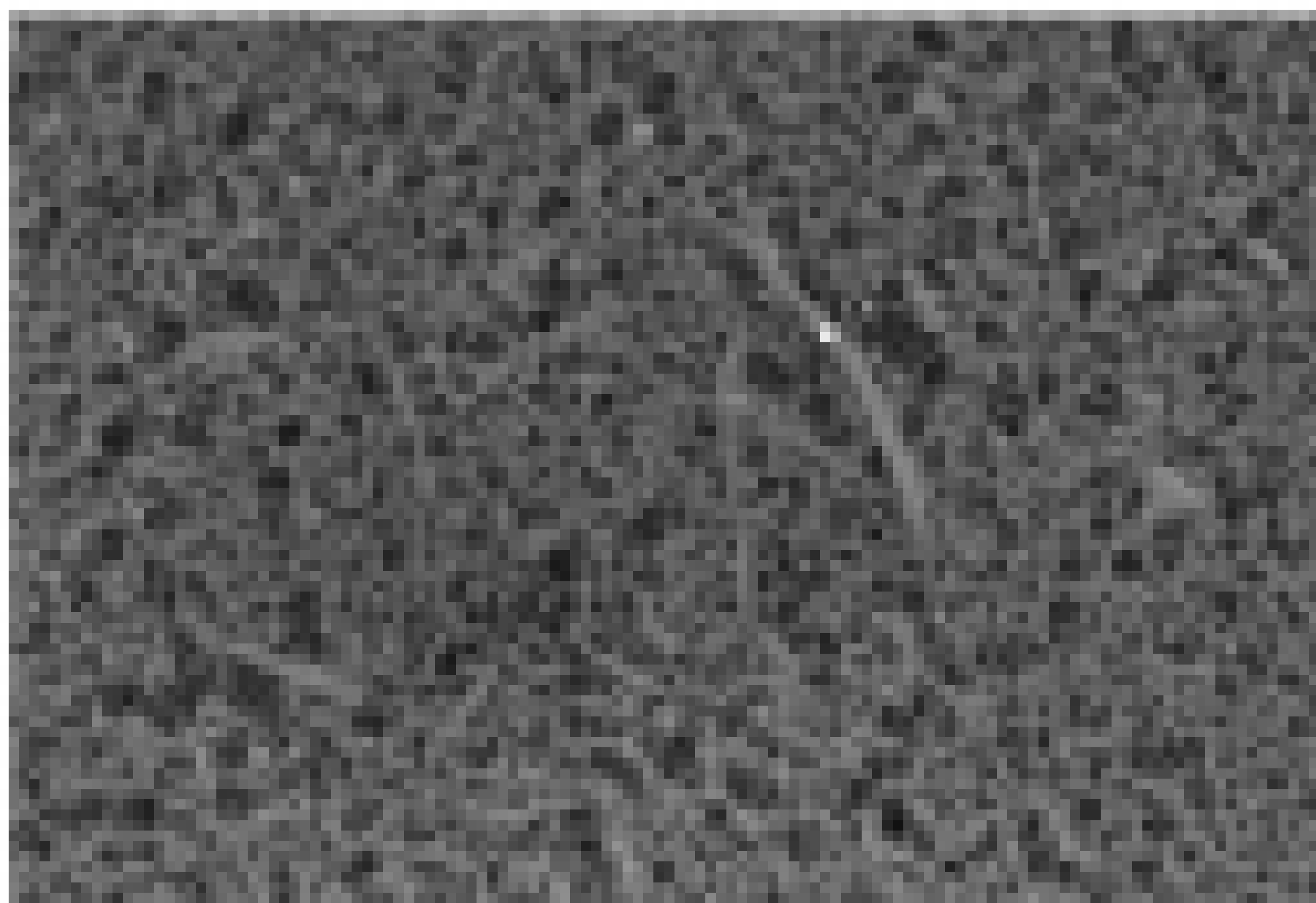


图 14 扫描曲线扫描结果图

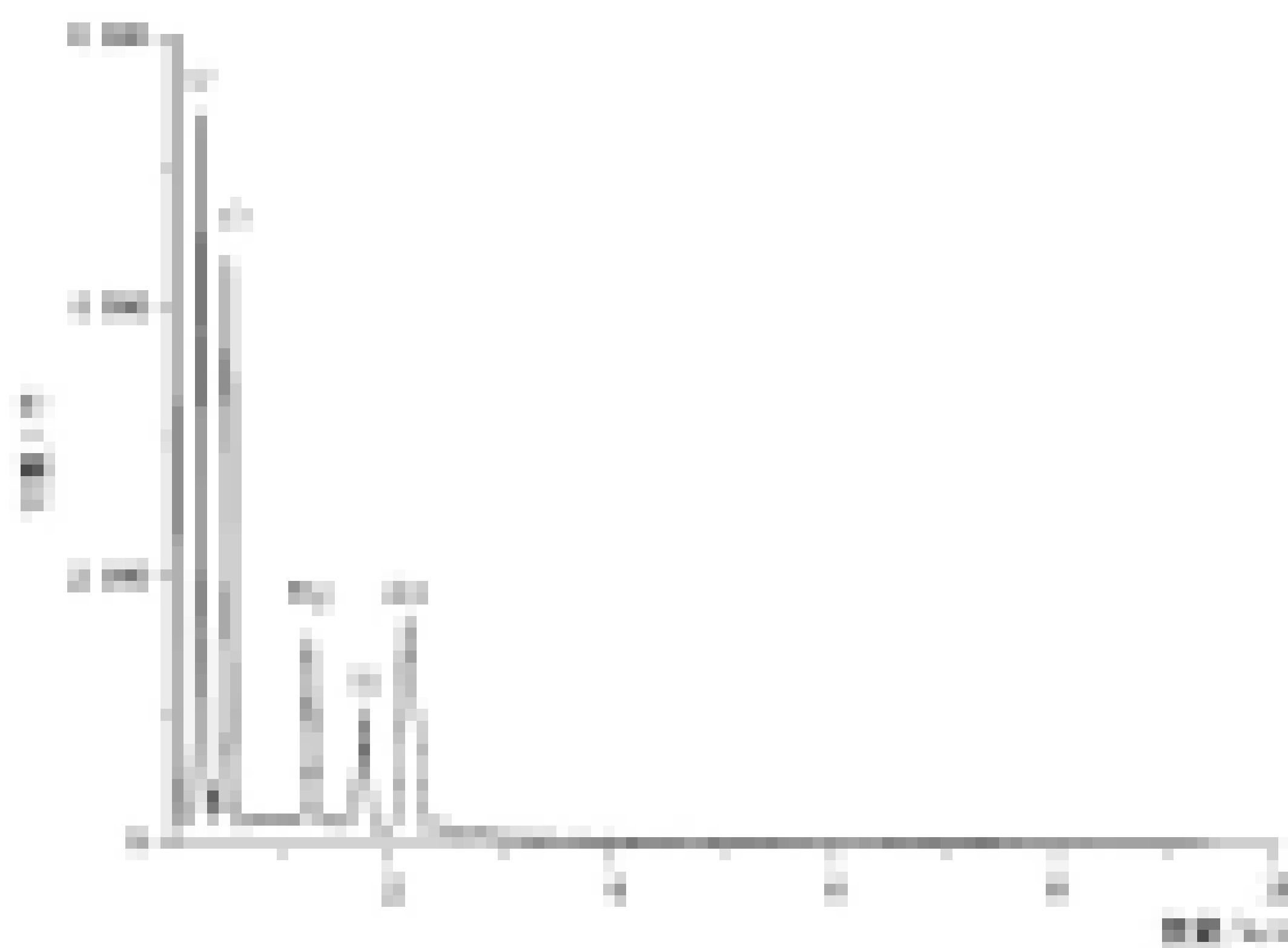


图 15 扫描曲线扫描结果分布图

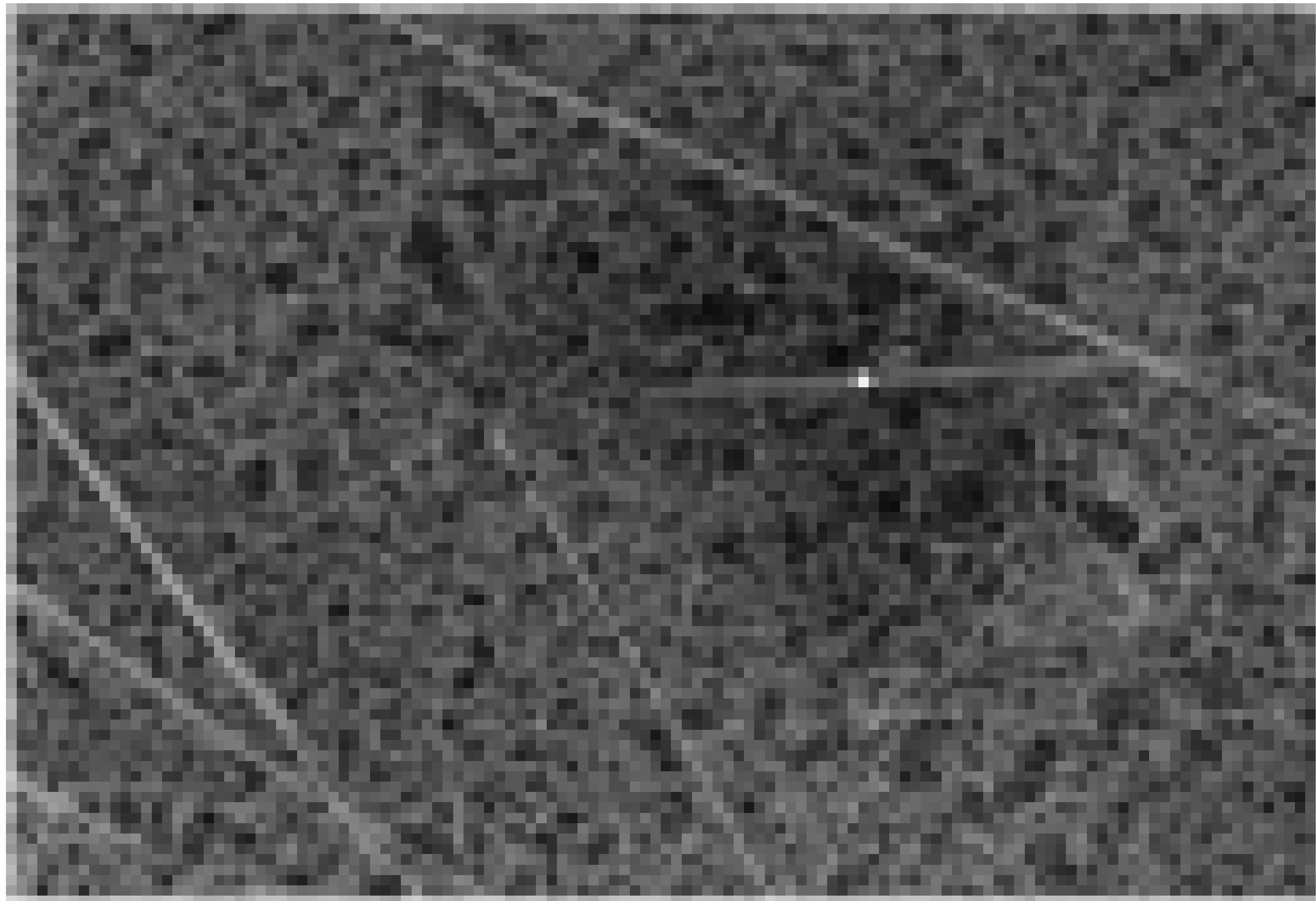


图 16 原始数据的散点图

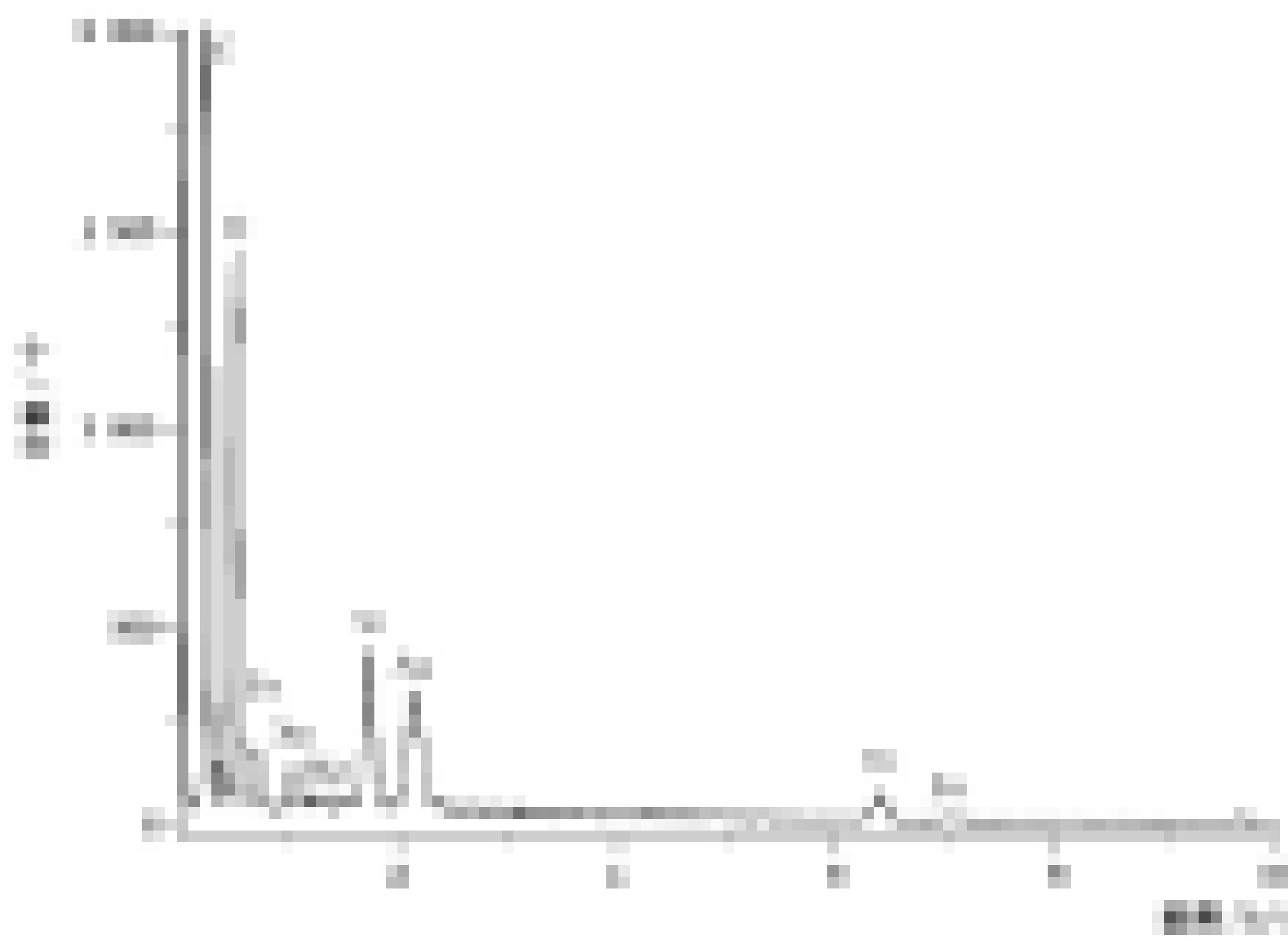


图 17 原始数据的频数分布图

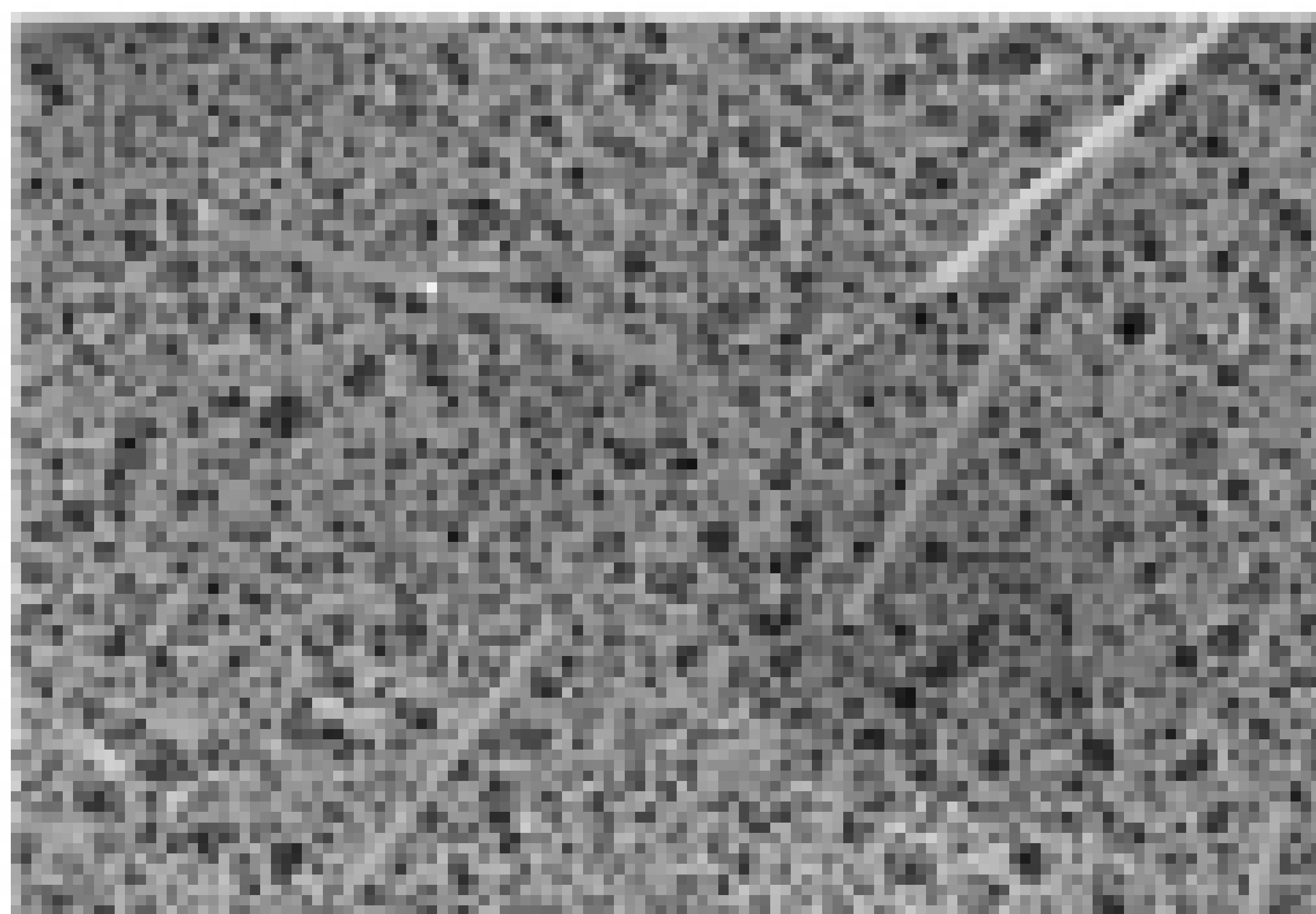


图1 各芯层的扫描电镜图

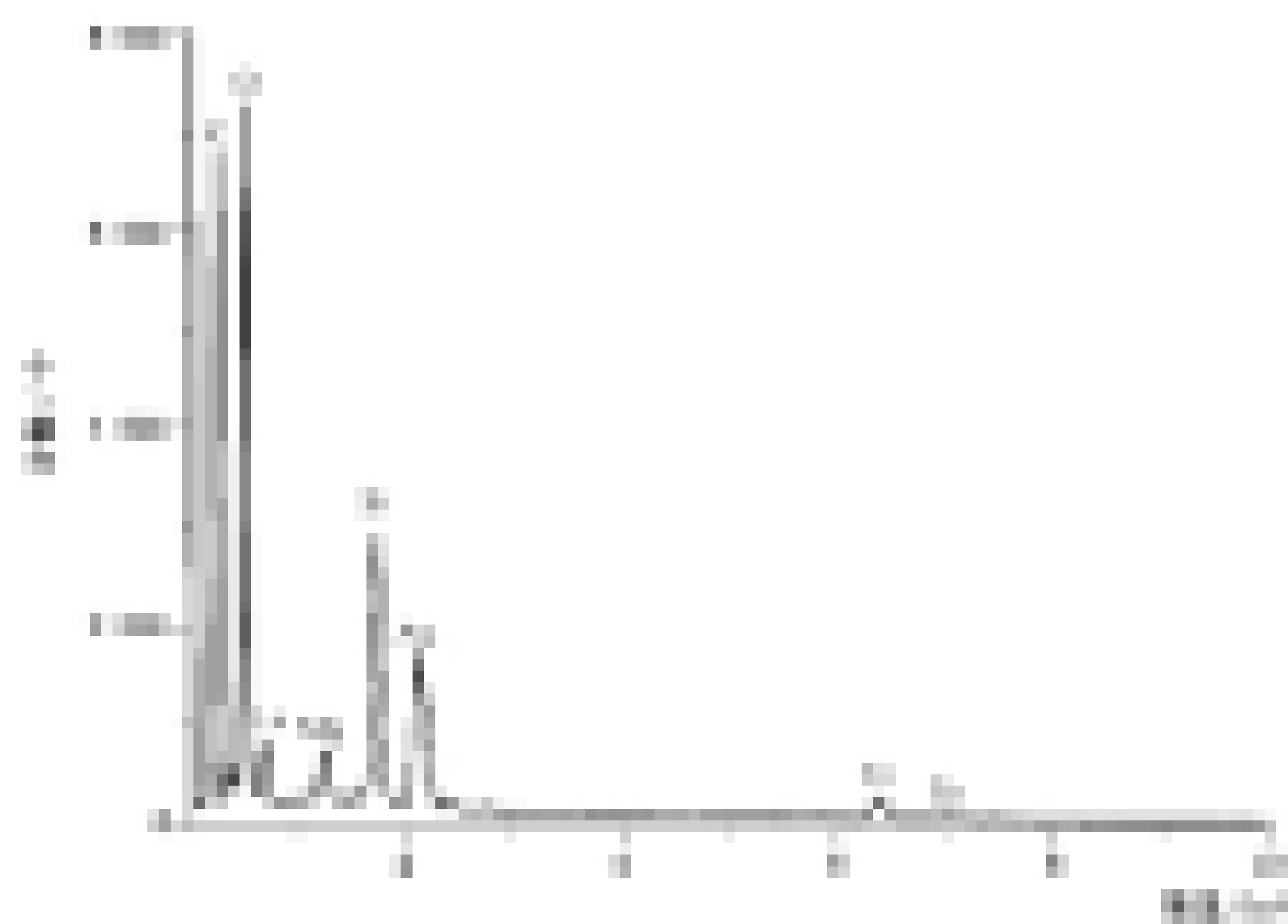


图2 各芯层扫描电镜-质谱的总离子流图

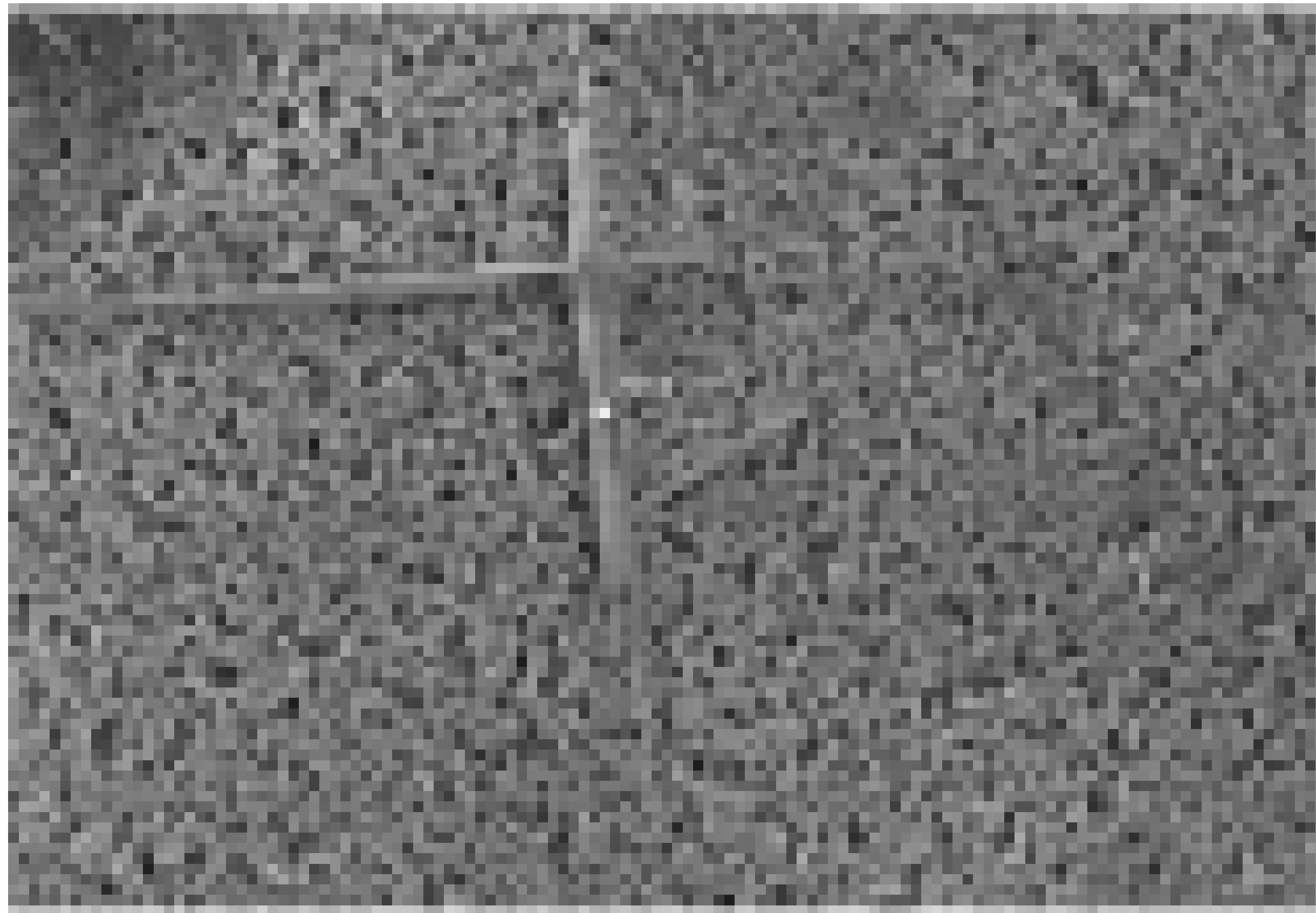


圖 17 圖例石-岩面時的觀看圖

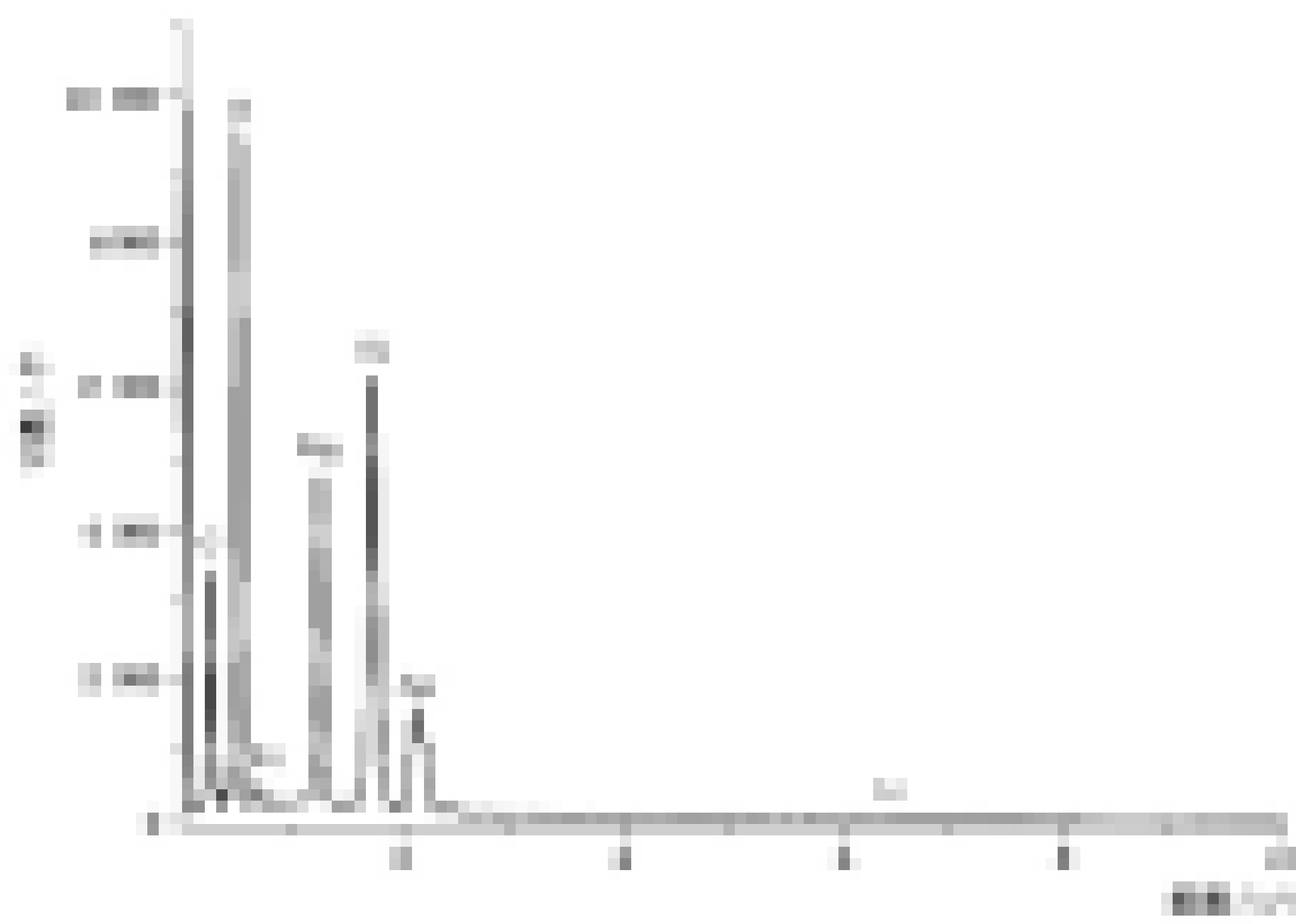


圖 18 圖例石-岩面時的風速、體積的全風分布

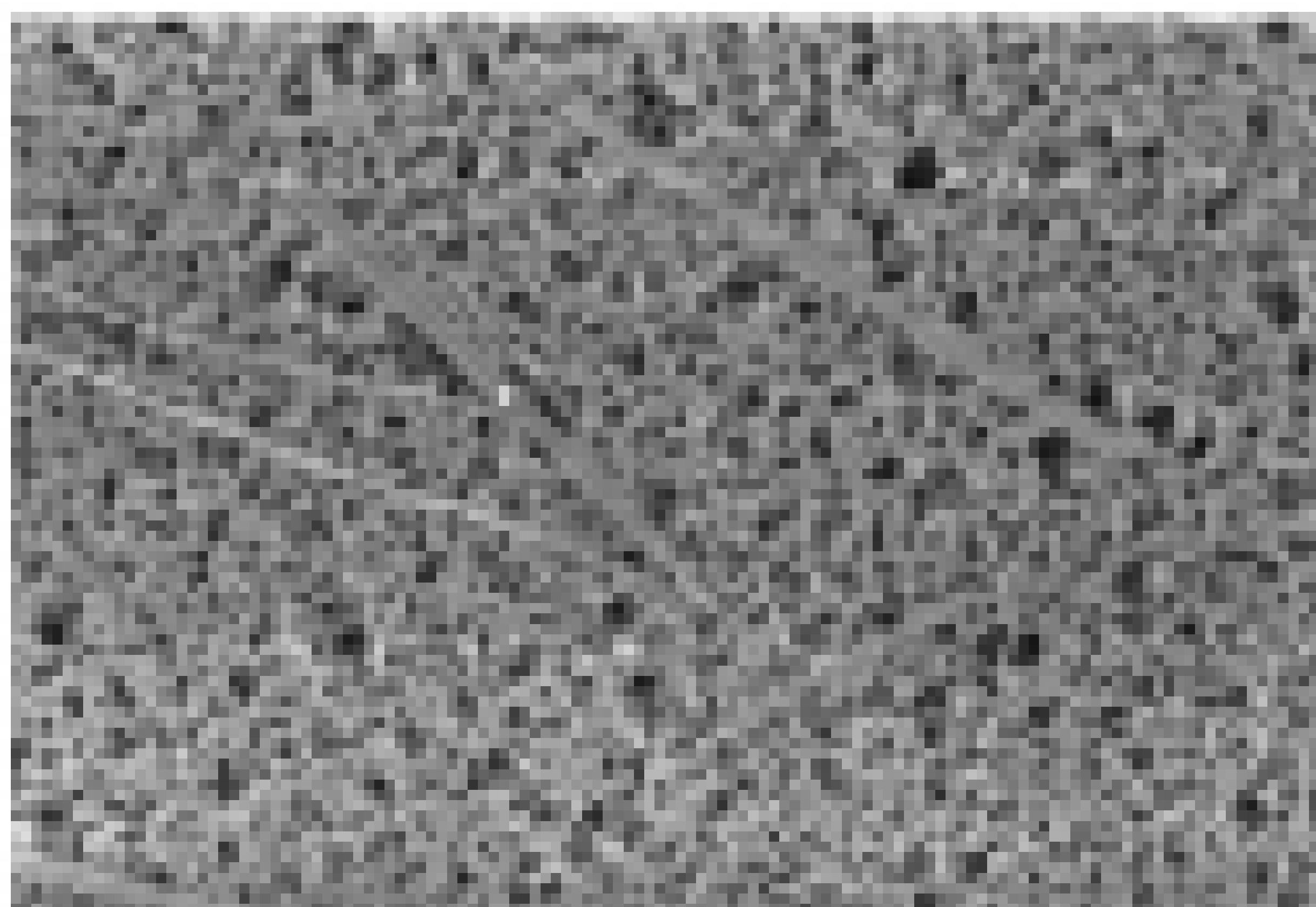


圖 22 透視式孔狀結構圖，透視式孔狀示意

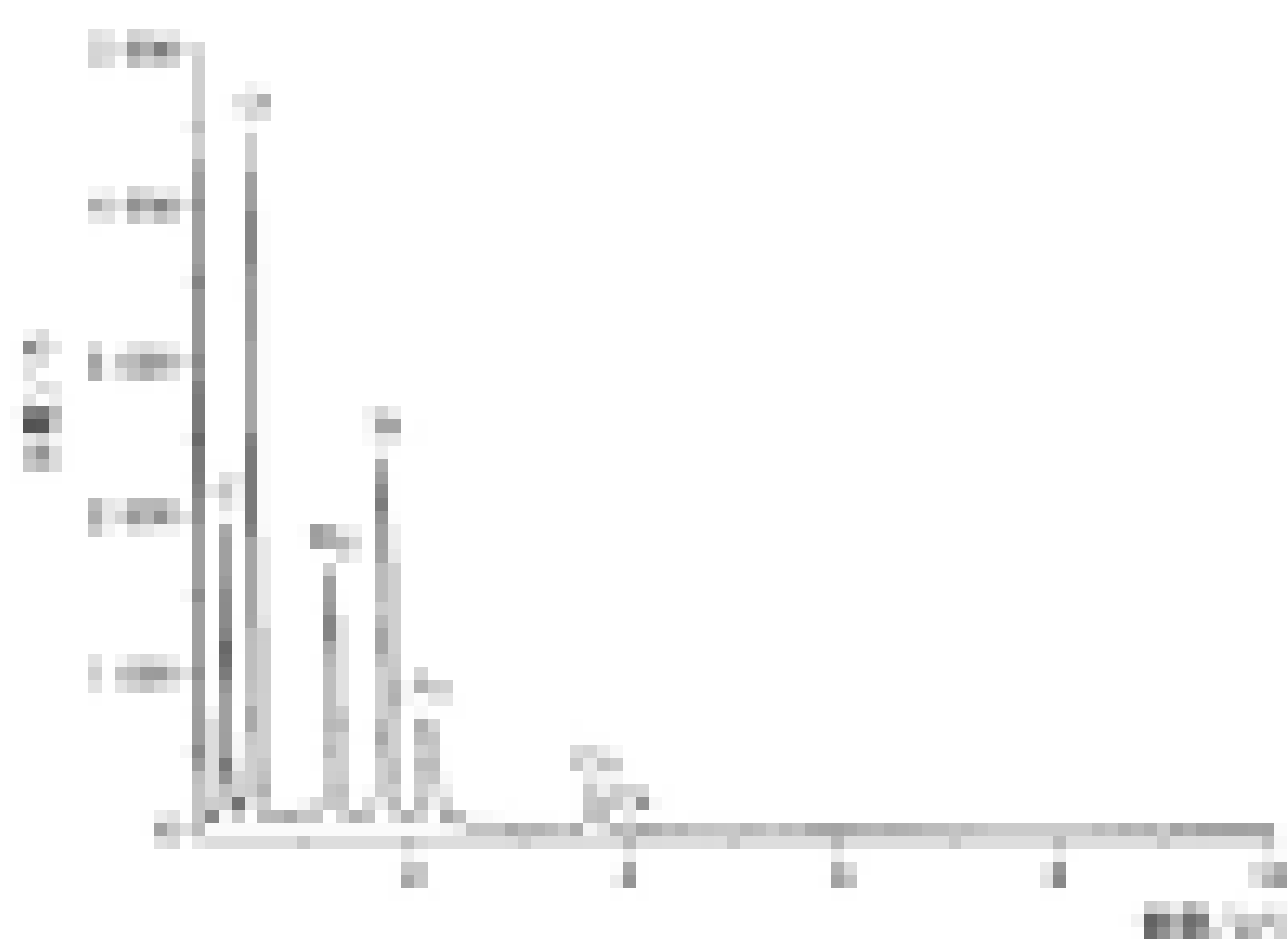


圖 23 透視式孔狀結構圖，透視式孔狀示意

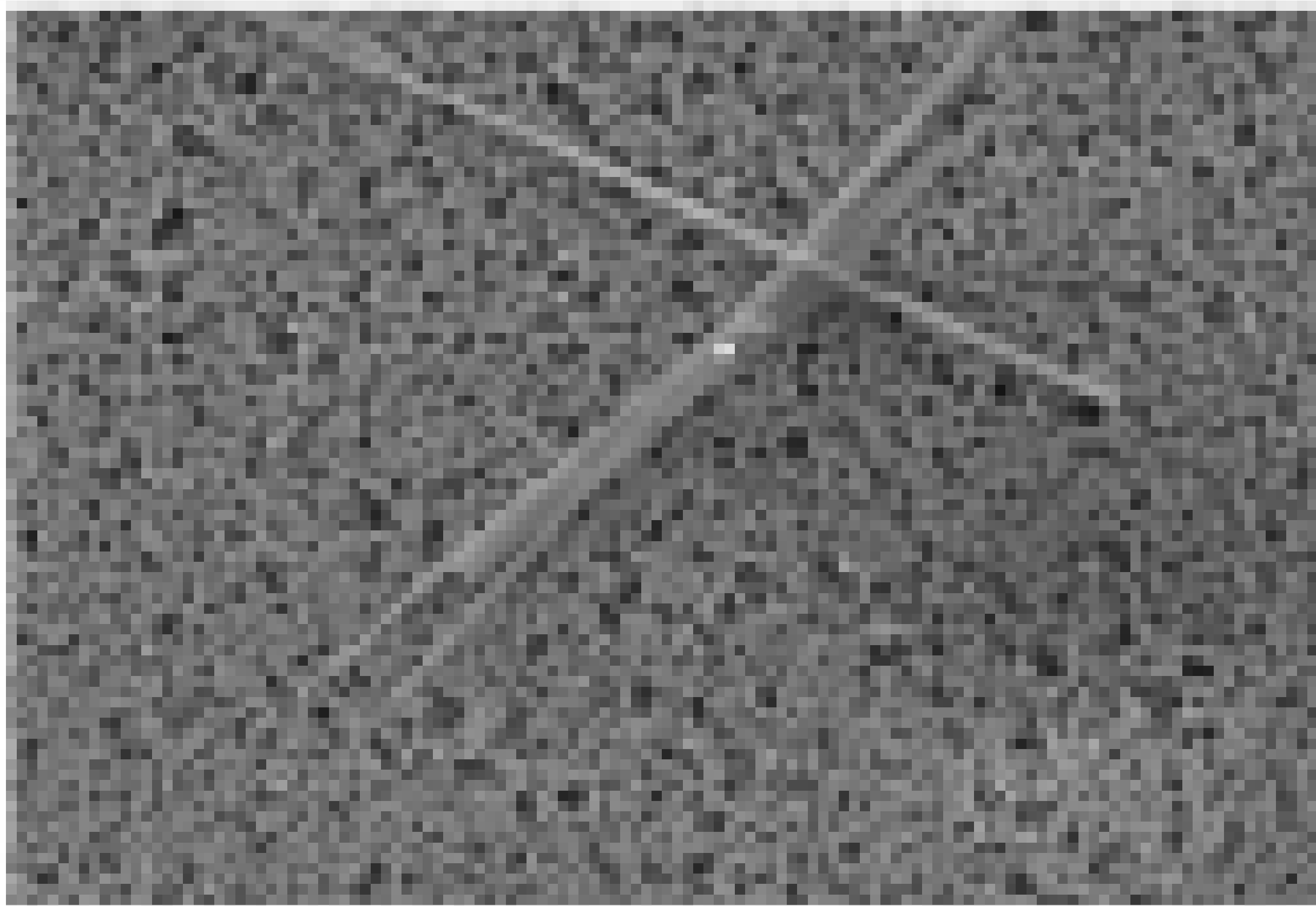


图 24 阴离子-亚甲蓝吸附剂总离子流图

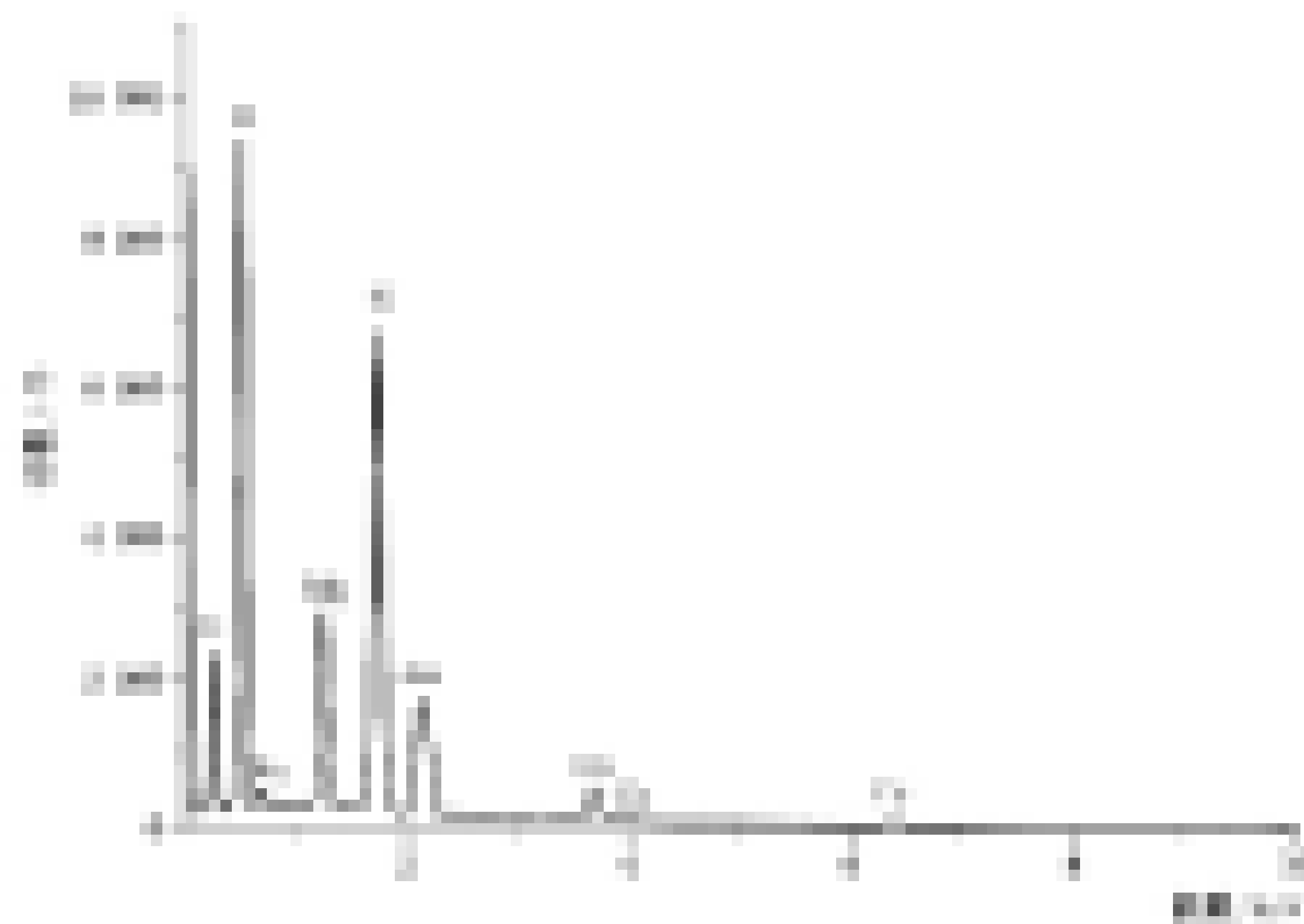


图 25 阴离子-亚甲蓝吸附剂阴离子含量图

附录 B 阴离子-亚甲蓝法

B.1 原理和适用范围

本方法适用于生活饮用水中硝酸盐的测定。

本方法适用于生活饮用水中硝酸盐的测定。原理为离子交换法与亚硝酸盐-亚硝基偶氮-磺胺类药物显色反应。将加、还原的亚硝酸盐与 1.00 mL 样品、亚硝酸盐 2.0 mL、偶氮磺胺类药物 0.50 mL 混合，反应 10 min 后，加入 1.00 mL 显色剂，反应 10 min 后，加入 1.00 mL 显色剂，反应 10 min 后，加入 1.00 mL 显色剂。

本方法适用于生活饮用水中硝酸盐的测定。本方法适用于生活饮用水中硝酸盐的测定。本方法适用于生活饮用水中硝酸盐的测定。

- 测试4.6 超声波清洗机。
- 测试4.6 烘箱,温度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 测试4.7 天平,各称量准确度 $\pm 0.1\text{ mg}$ 。
- 测试4.8 激光测厚仪,量程 $\geq 10\text{ mm}$ 精度 $\pm 0.01\text{ mm}$ 。
- 测试4.9 干燥箱。
- 测试4.10 量筒,200 mL,容量允差符合B类。
- 测试4.11 量筒,20 mL,或100 mL。
- 测试4.12 锥形烧杯,200 mL。
- 测试4.13 容量瓶,1 L,或100 mL。
- 测试4.14 标准筛筛网。
- 测试4.15 测试片-浸蚀液,使用前-按GB 17526.2中规定-用浓度为 10 g/L 的硝酸溶液浸泡或清洗干燥。
- 测试4.16 镊子。
- 测试4.17 测试片干燥烘箱。
- 测试4.18 酒精 $\geq 95\%$ 。

测试5 样品

测试5.1 水样的采集和保存

- 测试5.1.1 水样采集-采样瓶需用超声波清洗15 min,清洗同时水样瓶干燥。采样瓶清洗后立即-采样瓶-冲洗于 100 mL 。每一采样点平行采集两份水样。
- 测试5.1.2 水样保存-水样采集后应立即添加 $2\text{ mL } 1\text{ }\text{HCl}$ 溶液固定,密封冷藏,保存在 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 内尽快测定。测定前将样经过 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 滤膜过滤。

测试5.2 样品预处理

- 测试5.2.1 除非-经检测证实,否则水样制备时均通过 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 滤膜进行滤膜过滤-过滤液用滤膜。处理方法-将水样加入水样制备瓶并转移到量筒中,加入过硫酸钾溶液 10 mL ,将过硫酸钾溶液浓度为 1 g/L ,加入激光测厚仪干燥烘箱中烘过夜,干燥箱内保持温度 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$,干燥时间为 2 h ,干燥时每隔 0.5 h 左右搅拌水样一次。

警告,操作时从侧面,操作者应距离至少1 m操作!

- 测试5.2.2 水样转移,如果水样干法测定的时候测定的浓度过高,可进行稀释。将水样用滤膜(如 $0.45\text{ }\mu\text{m}$)过滤到浓度低于 10 mg/L ,即可进行转移。转移时加入水样制备瓶中 1 mL ,定容体积到 100 mL 。将转移液转移到容量瓶,在超声波清洗机中超声15 min,超声时水样制备瓶应浸泡在液面以下的容量瓶-一定体积的水中-同时水样瓶。

测试6 仪器校准

测试6.1 浓度校准

- 测试6.1.1 将校准液转移到容量瓶,上面加 $0.1\text{ }\mu\text{m}$ 孔径的滤膜滤液,将容量瓶定容至 100 mL ,充分搅拌均匀。
- 测试6.1.2 充分搅拌均匀后,在超声波清洗机中超声15 min,超声。将量筒 20 mL 溶液转移到容量瓶的水样加入过硫酸钾溶液中进行过滤,再用纯水冲洗量筒瓶底座表面并冲洗。
- 测试6.1.3 将量筒倒掉,将镊子小心取下滤膜,置于干燥烘箱烘箱中,烘箱温度 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$,烘30 min,置于干燥烘箱内冷却到室温。
- 测试6.1.4 将容量瓶转移到上面 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 孔径的容量瓶容量瓶,使用测试6.1.2和测试6.1.3步骤。

5.1.4.2 適應試驗

將平水河底或河口平水時的底質取回並保存於密封的容器中，將下列中 1)~5) 置于環境溫度中馴化，馴化時間中斷時及時通氣，直到達到適應狀態為止。

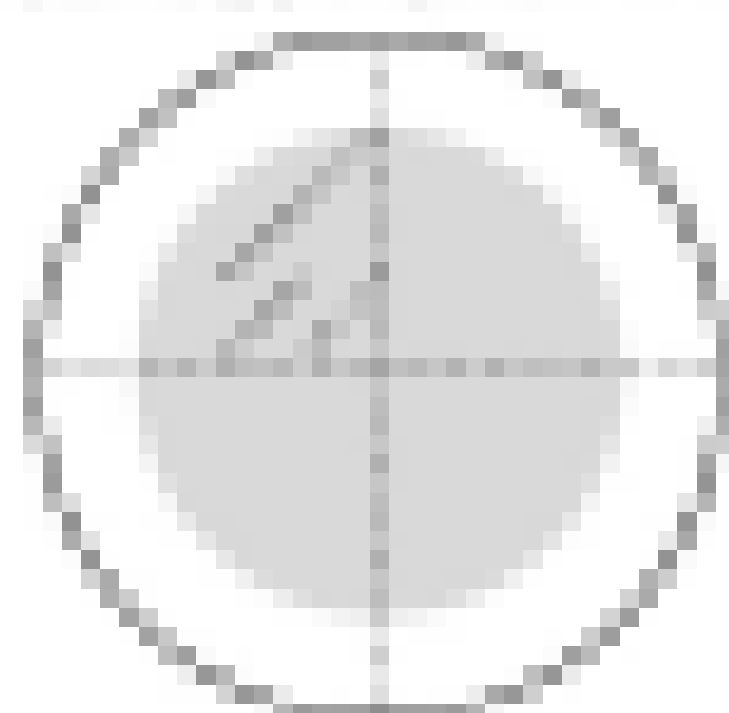


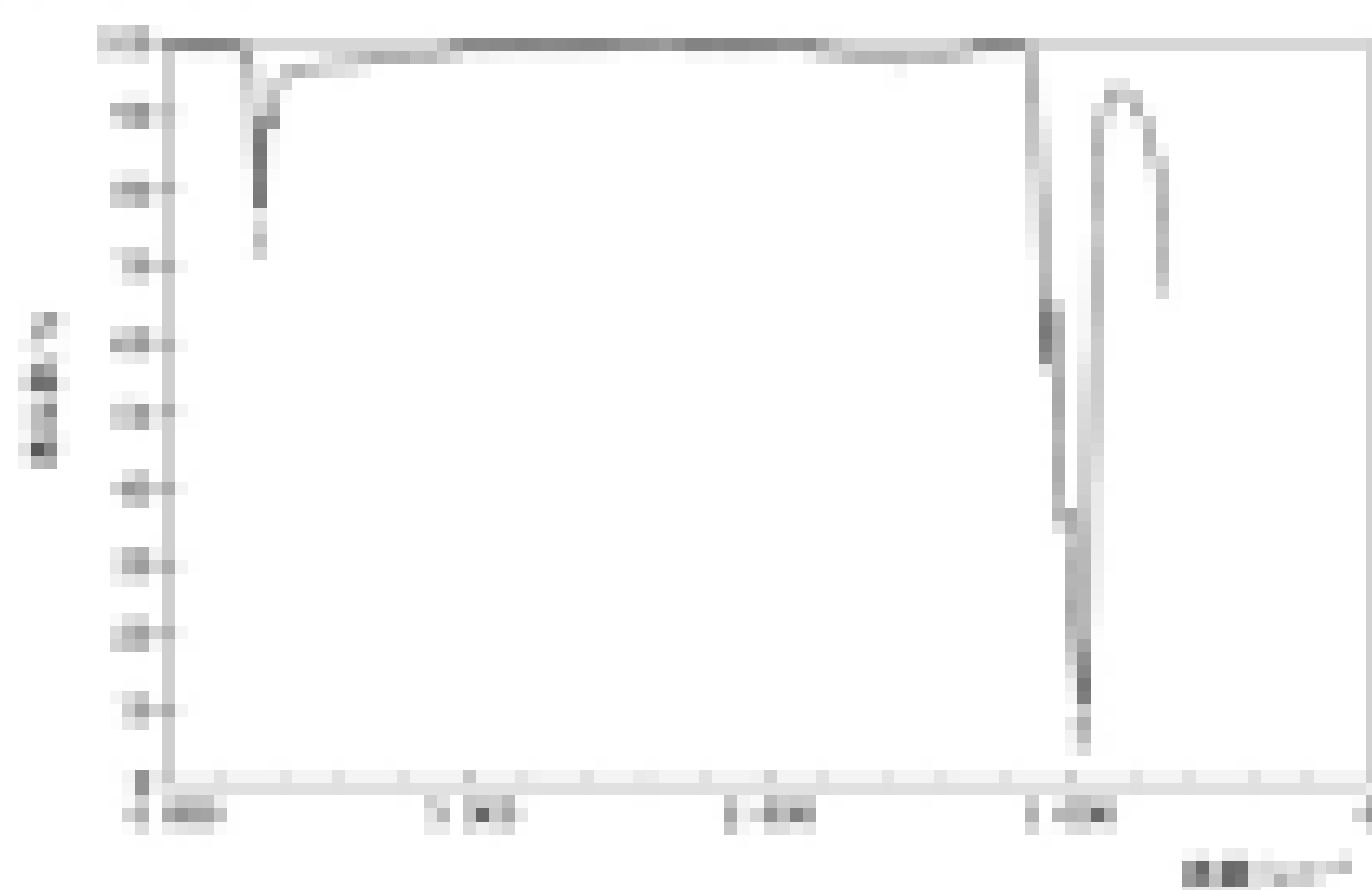
圖 27 適應試驗裝置圖

測試方法 適應試驗

5.1.4.2.1 將圓缸平水底質取回後，將底質進行清洗處理，加入海鹽使其鹽度中飽，調整 pH 值，將處理好的底質裝到密封的容器上。準備大ATB 測量瓶式-連續器 (MATB) 裝置，將平水底質按 1:1 比例裝到測量瓶裝置內，並將試驗瓶大小調整為圖 27 中，將大ATB 裝置裝入測試瓶，設置計數次數 99，并調至 0 rpm，調整瓶內水中，通氣以升流速，通氣瓶中，打開通氣，并調至 100 rpm 使瓶內水與底質充分混合即可開始試驗。

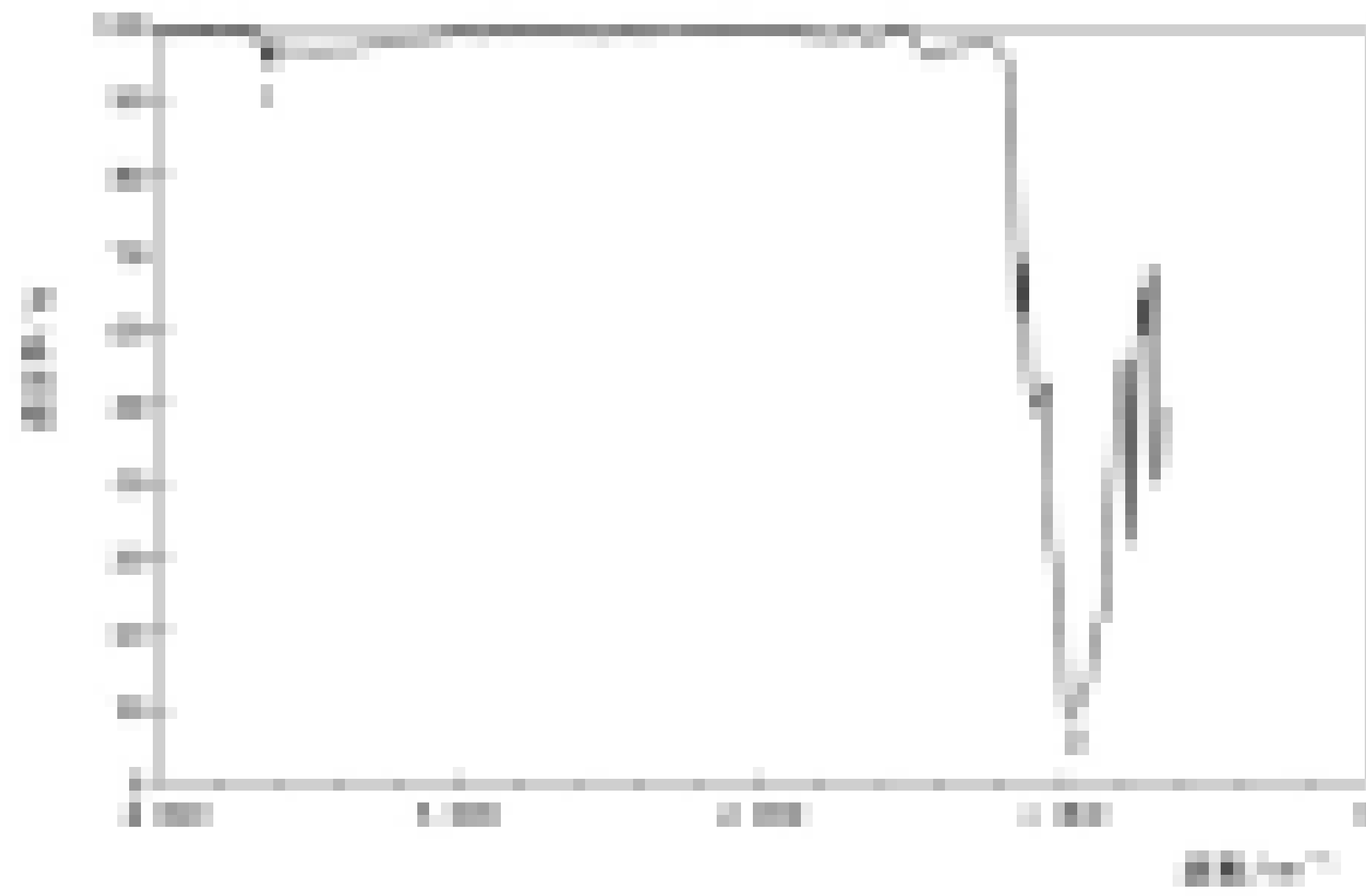
5.1.4.2.2 將調製好的水，將每瓶底質連同瓶內水，都裝到瓶內并調至 100 rpm，將瓶中鹽度由 10‰ 調為 20‰，通氣通氣 10 分鐘，如瓶內底質材料停止，如未動則將底質-通氣瓶的 100 rpm 調為 50。

5.1.4.2.3 將穩定性底質裝到，並將瓶內底質連同瓶內水 100 rpm，按照本標準方法使底質充分混合。將底質裝到平水底質取回後，分別裝到通氣瓶，並記錄底質，並將底質裝到通氣瓶，並將底質裝到通氣瓶及通氣瓶內裝底質瓶，將通氣瓶由 2 200 rpm¹⁾—2 200 rpm²⁾ 通氣通氣，在 1 200 rpm¹⁾~1 200 rpm²⁾、1 200 rpm¹⁾~200 rpm²⁾ 的通氣通氣，同時通氣瓶，將底質裝到通氣瓶及通氣瓶內裝底質瓶，並將底質裝到通氣瓶及通氣瓶內裝底質瓶，並將底質裝到通氣瓶及通氣瓶內裝底質瓶。試驗通氣瓶及通氣瓶內裝底質瓶，並將底質裝到通氣瓶及通氣瓶內裝底質瓶。試驗通氣瓶及通氣瓶內裝底質瓶，並將底質裝到通氣瓶及通氣瓶內裝底質瓶。



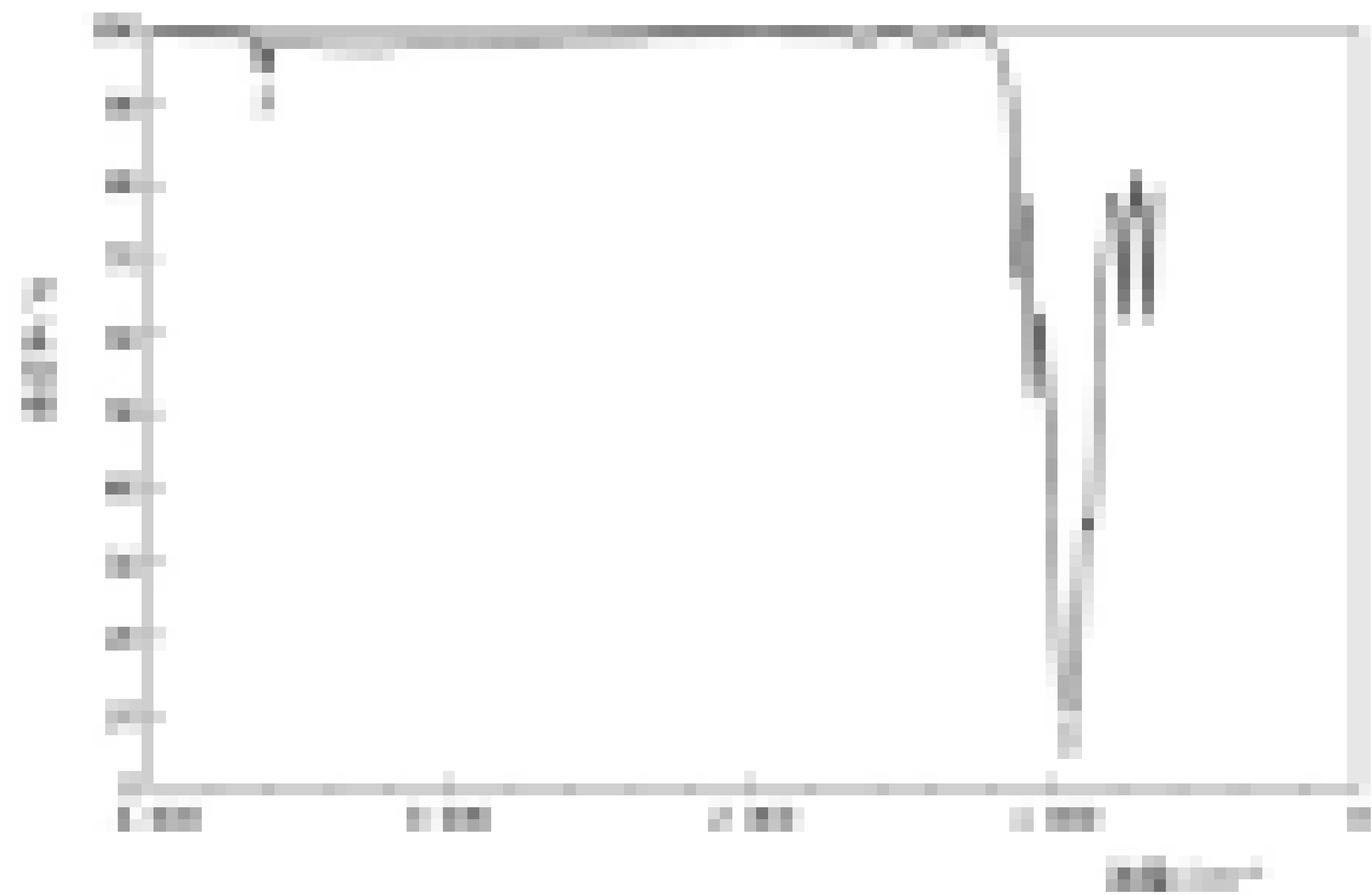
試驗裝置圖。
 1——控制 適應試驗。
 2——底質 適應試驗。

圖 28 試驗結果時間圖



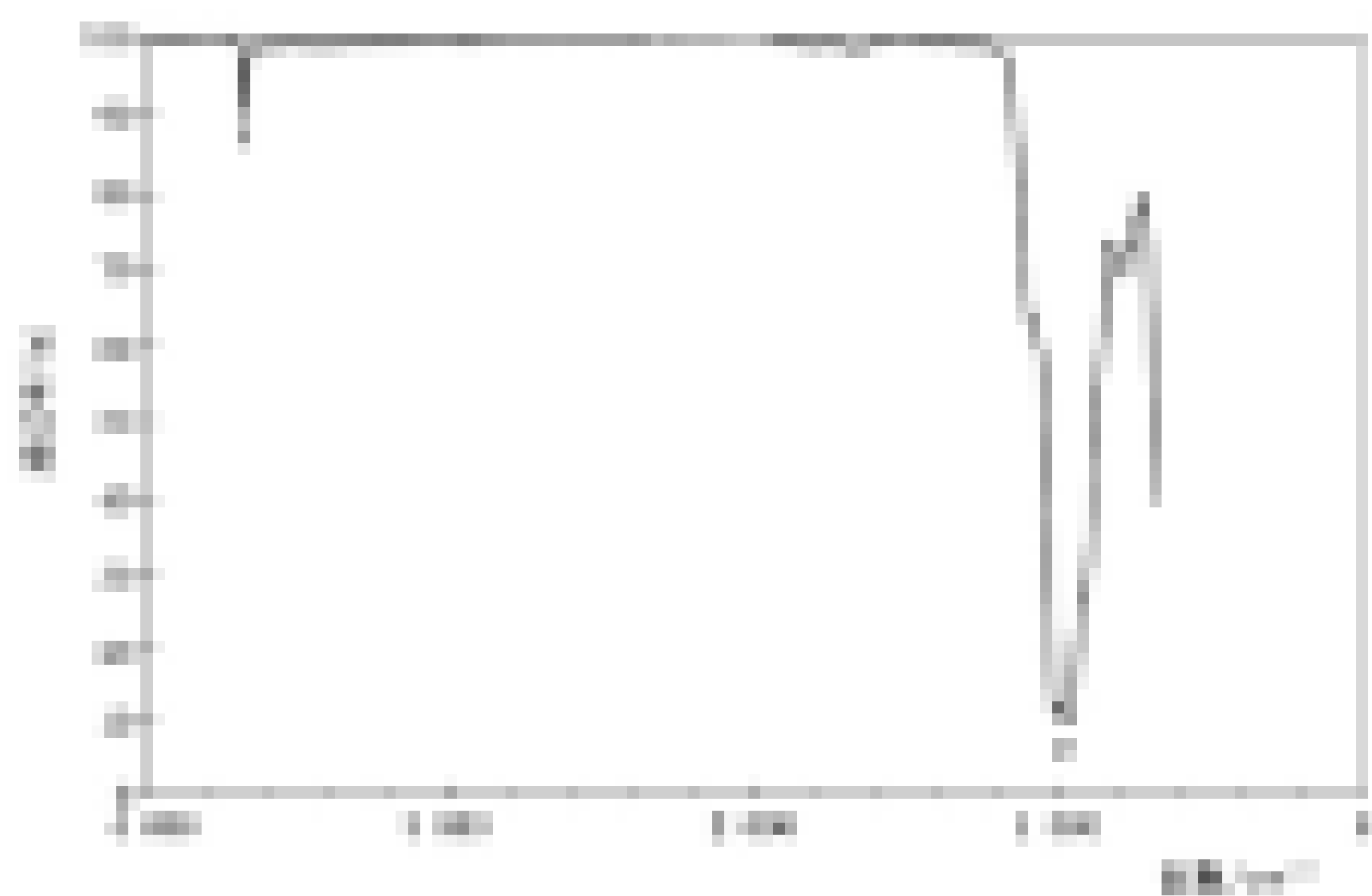
试验程序说明
 ①——第 20 次试验数据
 ②——第 20 次试验数据

图 29 疲劳寿命试验结果



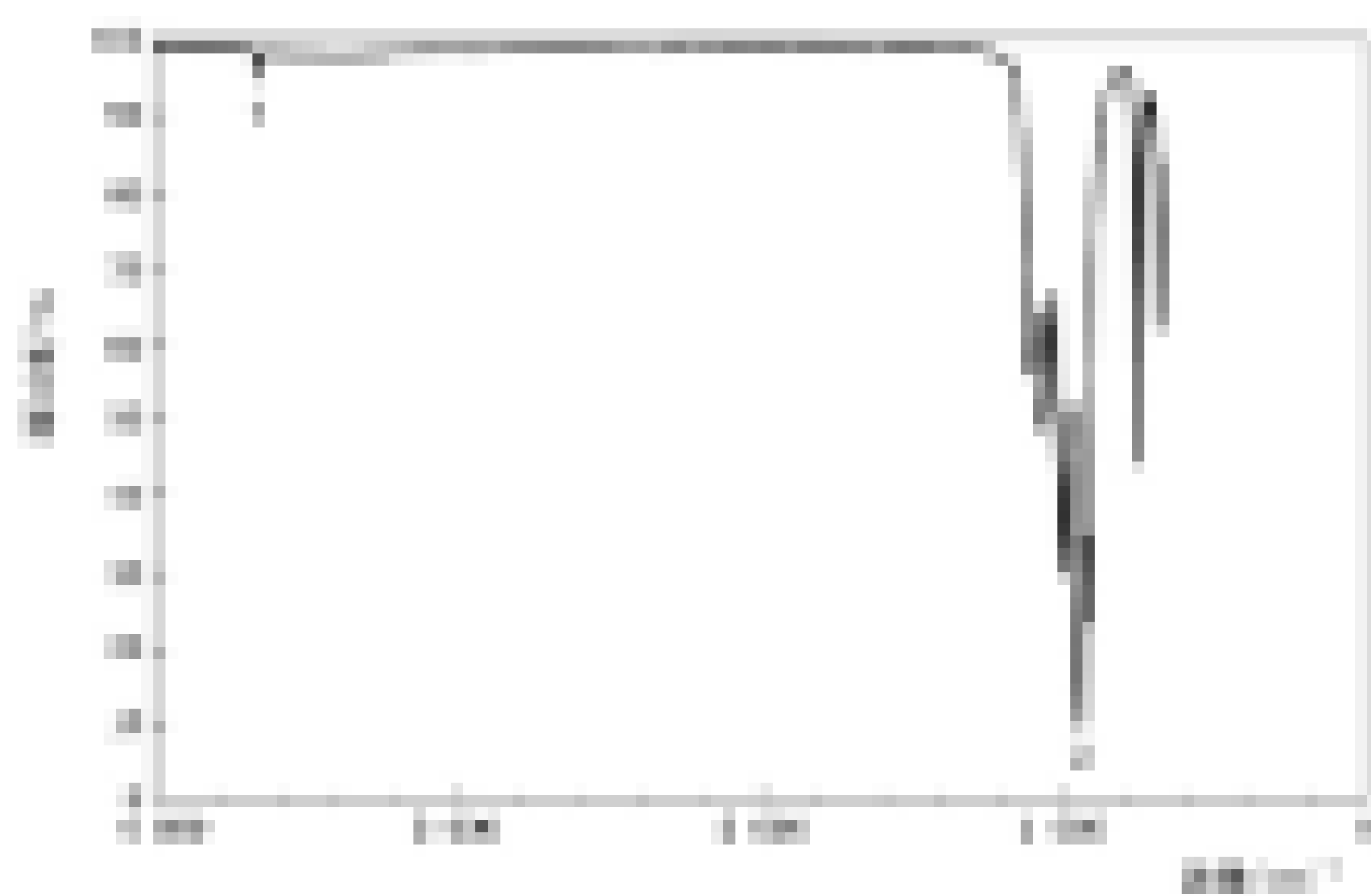
试验程序说明
 ①——第 20 次试验数据
 ②——第 20 次试验数据

图 30 疲劳寿命试验结果



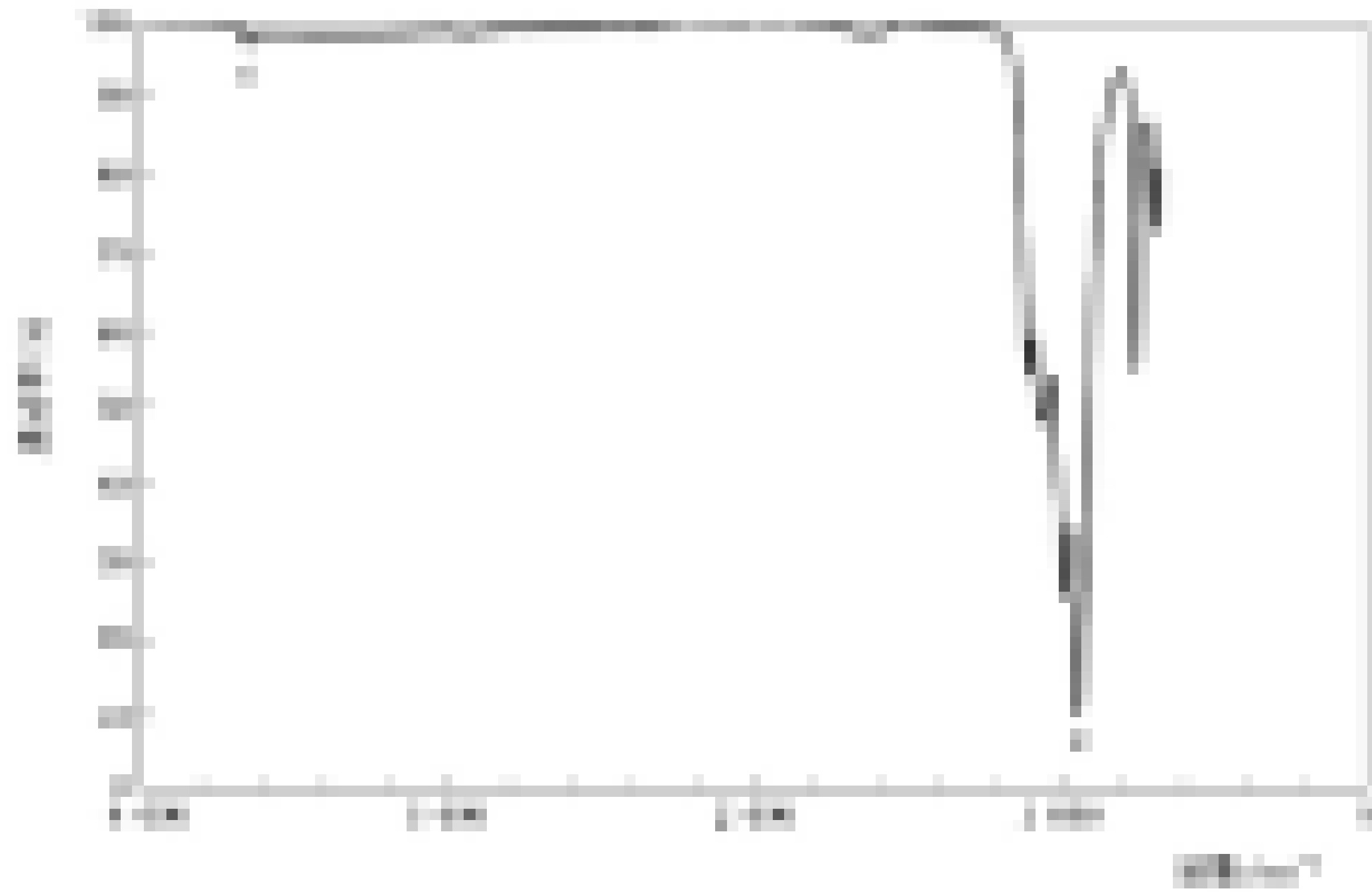
图例说明：
 ———— 20℃ 初始相对残率；
 - - - - - 25℃ 初始相对残率。

图 20 不同初始相对残率曲线图



图例说明：
 ———— 20℃ 初始相对残率；
 - - - - - 25℃ 初始相对残率。

图 21 不同初始相对残率曲线图



曲线图中说明：
 1——1.3.3.2 标准测试曲线；
 2——1.3.3.3 标准测试曲线。

图 4 标准测试曲线和标准测试曲线

测试方法 4.1 标准测试曲线：将干重质量分数为 2.0% 的干基煤样或干燥后的煤样，由干基的质量分数换算为湿基质量分数，质量换算上应符合 1.3.3.2 的要求。将煤样均匀地筛入筛网中，使其符合 1.3.3.3 的要求。将筛网中的煤样，用筛网筛入筛网中，筛网筛入筛网中。

图 4 中所示的曲线和标准测试曲线，应符合 1.3.3.2 的要求。1.3.3.3 的要求，应符合 1.3.3.3 的要求。1.3.3.3 的要求，应符合 1.3.3.3 的要求。1.3.3.3 的要求，应符合 1.3.3.3 的要求。

测试方法 4.2 重量百分

测试方法 4.2.1 将煤样放入，小心取出并放入的配合秤量容器中，将煤样放入的配合秤量容器中。将煤样放入的配合秤量容器中，将煤样放入的配合秤量容器中。将煤样放入的配合秤量容器中，将煤样放入的配合秤量容器中。将煤样放入的配合秤量容器中，将煤样放入的配合秤量容器中。

图 4 中所示的曲线和标准测试曲线，应符合 1.3.3.2 的要求。1.3.3.3 的要求，应符合 1.3.3.3 的要求。1.3.3.3 的要求，应符合 1.3.3.3 的要求。

测试方法 4.2.2 将煤样放入配合秤量容器中，将煤样放入配合秤量容器中。将煤样放入配合秤量容器中，将煤样放入配合秤量容器中。将煤样放入配合秤量容器中，将煤样放入配合秤量容器中。将煤样放入配合秤量容器中，将煤样放入配合秤量容器中。

测试方法 4.2.3 将煤样放入配合秤量容器中，将煤样放入配合秤量容器中。将煤样放入配合秤量容器中，将煤样放入配合秤量容器中。将煤样放入配合秤量容器中，将煤样放入配合秤量容器中。将煤样放入配合秤量容器中，将煤样放入配合秤量容器中。

测试方法 4.2.4 将煤样放入配合秤量容器中，将煤样放入配合秤量容器中。将煤样放入配合秤量容器中，将煤样放入配合秤量容器中。将煤样放入配合秤量容器中，将煤样放入配合秤量容器中。将煤样放入配合秤量容器中，将煤样放入配合秤量容器中。

中不少于10个为合格,否则即为不合格产品,本部分不予解释。

测试方法: 计数规则如下。

- a) 随机抽取20个样品,将样品按照以下方法进行计数,计数时计数标准按照以下方法进行,统计得到20个样品方法,并记录测试数据。抽取20个样品内计数时计数不足10个,则计数判定为10个合格为止。
- b) 一个样品完全符合规则范围内时计为1个,只符合部分规则范围内时计为0.5个,不符合规则范围内时计为0个,将所计数规则范围内时,每个样品规则范围内时计为1个,符合规则范围内时,如不符合规则时,则每个样品计为0个,将不符合规则时计为0个,不同规则的计数时按计数规则图(图 2)进行。



图 20 不同形状的计数规则图

表 20 不同形状的计数规则图

图标	计数	描述
1	1	如果由10个样品中同一款,则计为1个
2	1	如果由10个样品中同一款,则按样品数进行计数
3	1	如果由10个样品中同一款,则按样品数进行计数,但样品数不超过10
4	1	如果由10个样品中同一款,则按样品数进行计数,但样品数不超过10
5	1	如果由10个样品中同一款,则按样品数进行计数
6	1	如果由10个样品中同一款,则按样品数进行计数,但样品数不超过10
7	0.5	如果由10个样品中同一款,则按样品数进行计数,但样品数不超过10
8	1	如果由10个样品中同一款,则按样品数进行计数,但样品数不超过10
9	1	如果由10个样品中同一款,则按样品数进行计数,但样品数不超过10
10	1	如果由10个样品中同一款,则按样品数进行计数,但样品数不超过10

3.3.4.3 质量限制

测试方法: 每批样品中至少有一个符合规定的样品。

附录 A.4.2 用于定量的痕量元素每二十分钟一次，其中痕量元素数据，要求同时一连续四十分钟测定 100 次以上，并取各次测定值的算术平均值，时间精度标准偏差 ≤ 0.001 ，而数据精度是测定 100 个值， 0.001 在 ± 0.01 以内，而在痕量元素数据 10^{-4} 中的 0.001 在 ± 0.01 以内。

附录 A.5 仪器性能指标

附录 A.5.1 石墨炉痕量元素的检测

石墨炉元素仪的校准模式如下。

附录 A.5.2 石墨炉痕量元素的检测

在 A.5.1 中，石墨炉元素仪有标准 10 个元素的校准，标准物质为 GBW03001。

标准物质 10 个元素的校准标准物质的标准值，见表 11。

附录 A.5.3 石墨炉痕量元素仪的校准

石墨炉元素仪的校准用校准标准物质 10 个。

附录 A.5.4 石墨炉校准

石墨炉元素仪的校准用校准标准物质 10 个，石墨炉元素仪校准标准物质 10 个元素的校准，石墨炉元素仪的校准标准物质的标准值，见表 11。

表 11 石墨炉元素仪校准标准物质的标准值

石墨炉元素仪的校准物质 10 个		石墨炉元素仪的校准物质 10 个		石墨炉元素仪的校准物质 10 个	
标准物质 10 个		标准物质 10 个		标准物质 10 个	
元素名称	标准值	元素名称	标准值	元素名称	标准值
As					
Bi					
Co					
Cr					
Cu					
Fe					
Mn					
Pb					
Se					
石墨炉元素仪				标准物质 10 个	
石墨炉元素仪					
石墨炉元素仪					
石墨炉元素仪					

附录 A.5.5 校准物质

石墨炉元素仪校准标准物质的标准值为 10^{-4} $\mu\text{g/L}$ ，石墨炉元素仪校准物质，其标准值的平均值为 10^{-4} $\mu\text{g/L}$ 。

GB/T 17350—2023

3.2.1 原乳：从牧场的挤奶设备直接挤出的 2023—2024 年度期间挤出的原乳；或经 20 天（含）以内加工处理的实物原料。其脂肪平均含量为 35.1 克/升—35.8 克/升，其蛋白质平均含量为 5.2 克—5.9 克。当脂肪平均含量为 35.1 克/升—35.8 克/升时，其蛋白质平均含量为 5.2 克—5.5 克。当脂肪平均含量为 35.8 克/升—36.5 克/升时，其蛋白质平均含量为 5.5 克—5.9 克。当脂肪平均含量为 36.5 克/升—37.2 克/升时，其蛋白质平均含量为 5.8 克—5.9 克。如石蜡含量大于 400 毫克/升时，其中脂肪平均含量不少于 35.1 克/升，蛋白质平均含量应符合 3.2.1.1 的要求。

