



中华人民共和国城镇建设行业标准

CJ/T 141~150—2001

城市供水水质检验方法标准 及编制说明和研究报告

2001-07-17发布

2001-12-01实施

中华人民共和国建设部 发布

一、城市供水水质检验方法标准

**Standard methods for the examination of
water of urban water supply**

前 言

本标准由建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部给水排水产品标准化技术委员会归口。

1. 石墨炉原子吸收分光光度法

本标准由国家城市供水水质监测网北京监测站负责起草。

本标准主要起草人：徐素梅、刘静。

本标准参加验证单位：上海监测站、天津监测站、广州监测站、昆明监测站、厦门监测站、福州监测站。

2. 原子荧光法

本标准由国家城市供水水质监测网北京监测站负责起草。

本标准主要起草人：林爱武、张建华、徐素梅。

本标准参加验证单位：天津监测站、上海监测站、广州监测站、武汉监测站、昆明监测站、重庆监测站、顺德监测站(省级)。

1. 石墨炉原子吸收分光光度法

1. Electrothermal atomic adsorption spectrometric method

1 范围

本标准规定了用石墨炉原子吸收分光光度法测定城市供水中的铊。

本标准适用于城市供水及水源水中铊含量的测定。

若进样量为 20 μL ，则最低检测质量浓度为 0.6 $\mu\text{g/L}$ 。

本方法测定城市供水及水源水中的铊，主要干扰物有氯化物、硫酸盐，每 20 μL 水样可加入 2 g/L 硝酸镁 5 μL 作基体改进剂消除干扰。

2 方法

样品经加硝酸处理后，注入石墨炉原子化器，所含的金属离子在石墨管内以原子化高温蒸发解离为原子蒸气，待测定元素的基态原子吸收来自同种元素空心阴极灯发出的共振线，其吸收强度在一定范围内与金属浓度成正比。

3 试剂和材料

3.1 铊标准储备溶液 [$\rho(\text{Sb})=100 \mu\text{g/mL}$]：称取 0.274 g 酒石酸铊钾 [$\text{C}_4\text{H}_4\text{KO}_7\text{Sb} \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ，优级纯]，溶于盐酸溶液 (1+9) 中，移入 1 000 mL 容量瓶中，用盐酸溶液 (1+9) 定容至刻度。或购买市售的标准储备液。

3.2 铊标准使用液：吸取铊标准储备溶液 (3.1) 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液 (1+99) 定容至刻度，摇匀，此溶液 $\rho(\text{Sb})=1.00 \mu\text{g/mL}$ 。

3.3 硝酸 (HNO_3)：优级纯 ($\rho_{20^\circ}=1.42 \text{g/mL}$)。

3.4 硝酸镁溶液 (2 g/L)：称取 $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (分析纯) 0.2 g ，用纯水溶解至 100 mL 。

本法配制试剂、稀释等均用 18 $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ 纯水。

3.5 载气：氩气、纯度 99.999%。

4 仪器

4.1 原子吸收分光光度计。

4.2 石墨炉装置。

4.3 铊空心阴极灯。

4.4 全热解石墨管或平台石墨管。

4.5 仪器参数。

5 样品

5.1 样品采集后,在4℃条件保存,最多保存一周。

5.2 100 mL水样加入1 mL HNO₃(c_{20°}=1.42 g/mL),置于聚乙烯瓶中保存。

6 测定步骤

6.1 锑标准系列的配制:分别吸取1.00 μg/mL锑标准使用液0.0、0.50、1.00、2.00、3.00 mL于100 mL容量瓶中,用硝酸溶液(1+99)定容至刻度,配制成0.5、0.0、10.0、20.0、30.0 μg/L的标准系列。

6.2 石墨炉工作参数,见表1。

表1 石墨炉工作参数

元素	波长	测定条件	干燥	灰化	原子化	清除
Sb	217.6 nm	温度,℃	110	1 100	2 000	2 600
		斜坡升温时间,s	5	5	0	1
		保持温度时间,s	30	30	5	5

6.3 仪器参数设定后依次吸取20 μL空白,标准系列和经硝酸处理的样品,注入石墨管,启动石墨炉程序和记录仪,记录吸收峰值或峰面积,每测定10个样品之后,加测一个内控样品或相当于标准曲线中等浓度的标准溶液。

6.4 绘制标准曲线:以锑的质量为横坐标,峰高或峰面积为纵坐标。

7 计算

水样中锑的质量浓度的计算见式(1):

$$\rho(\text{Sb}) = \frac{m}{V} \times 10^6 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:ρ(Sb)——水样中锑的质量浓度,μg/L;

m——由标准曲线查得水样中锑的质量,μg;

V——水样的体积,μL。

8 精密度和准确度

6个实验室用本方法测定含锑为5.00 μg/L的合成水样,相对标准偏差为4.85%,相对误差为1.0%;自来水加标5.0 μg/L,回收率为100%;测定含锑为30.0 μg/L的合成水样相对标准偏差为3.49%,相对误差为0.33%;自来水加标30.0 μg/L,回收率为99.9%。

2. 原子荧光法

2. Atomic fluorometric method

1 范围

本标准规定了用原子荧光法测定城市供水中的锑。

本标准适用于城市供水及其水源水中锑的测定。

若进样量为0.5 mL,最低检测质量浓度为0.10 μg/L的锑。

水中常见的共存元素,如砷、硒、铅、镉在10倍于锑浓度、汞5倍于锑浓度时,不产生干扰。

2 方法

在盐酸介质中,以硼氢化钠作还原剂,使锑生成锑化氢,将锑化氢导入石英炉原子化器进行原子化,以锑特种空心阴极灯作激发光源,锑原子受光辐射激发产生电子跃迁,当激发态的电子返回基态时即发出荧光,荧光强度在一定浓度范围内与锑含量成正比。

3 试剂和材料

3.1 所用试剂水为 $18\text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 纯水,试剂为分析纯或优级纯。

3.2 标准溶液

3.2.1 锑标准储备液($100\ \mu\text{g}/\text{mL}$):称取 $0.274\ \text{g}$ 酒石酸锑钾 $[\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{SbK} \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$,优级纯],溶于盐酸溶液(1+9)中,移入 $1\ 000\ \text{mL}$ 容量瓶中,用盐酸溶液(1+9)定容至刻度。或购买市售的标准储备液。

3.2.2 锑标准使用液($1\ \mu\text{g}/\text{mL}$):吸取锑标准储备液($100\ \mu\text{g}/\text{mL}$) $1\ \text{mL}$ 置于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中,加纯水至刻度。

3.3 溶液

3.3.1 盐酸(优级纯, $\rho_{20^\circ}=1.18\ \text{g}/\text{mL}$)。

3.3.2 硼氢化钠(NaBH_4)溶液($15\ \text{g}/\text{L}$):称取 $7.5\ \text{g}$ 硼氢化钠,溶于预先加有 $1\ \text{gNaOH}$ 的 $200\ \text{mL}$ 纯水中,稀至 $500\ \text{mL}$,用时现配。

3.3.3 硫脲-抗坏血酸混合液:称取 $15.0\ \text{g}$ 硫脲, $10.0\ \text{g}$ 抗坏血酸,溶于 $100\ \text{mL}$ 纯水,微热使溶解。

3.3.4 载气、屏蔽气:氩气,纯度 99.999% 。

4 仪器

4.1 所用玻璃仪器均需用硝酸(1+1)浸泡,并用纯水清洗干净后使用。

4.2 原子荧光光谱仪。

4.3 编码锑空心阴极灯。

5 样品

样品采集后冷藏可保存 7 天。

6 测定步骤

6.1 标准系列的配制:分别吸取锑标准使用液(3.2.2), $0.0.05.0.10.0.50.1.00.1.50.2.00.4.00\ \text{mL}$ 于 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中,各加 $10\ \text{mL}$ 盐酸,和 $10\ \text{mL}$ 硫脲-抗坏血酸混合液(3.3.3),稀释至刻度,放置 $30\ \text{min}$,配成锑浓度分别为 $0.0.50.1.00.5.00.10.00.15.00.20.00.40.00\ \mu\text{g}/\text{L}$ 。

6.2 水样制备:取 $20.0\ \text{mL}$ 水样于 $25\ \text{mL}$ 具塞比色管中,加 $2.5\ \text{mL}$ 盐酸(3.3.1), $2.5\ \text{mL}$ 硫脲-抗坏血酸混合溶液(3.3.3),摇匀,放置 $30\ \text{min}$ 。

6.3 测定

仪器参考条件:

负高压: $300\ \text{V}$;灯电流: $80\ \text{mA}$

原子化器炉温: $200\ \text{C}$ (外加点火装置);炉高: $8\ \text{mm}$

载气流速: $300\ \text{mL}/\text{min}$;屏蔽气流速: $700\ \text{mL}/\text{min}$

进样体积: $0.5\ \text{mL}$

读数时间: $10.0\ \text{s}$;延迟时间: $0.0\ \text{s}$

测定方法:标准曲线法;积分方式:峰面积

测定:设定好仪器最佳条件,稳定 $30\ \text{min}$ 左右开始测定。按照仪器要求测定标准及样品。

绘制标准曲线；以锑质量(μg)为横坐标，峰面积为纵坐标。

7 计算

水样中锑的质量浓度的计算见式(2)：

$$\rho(\text{Sb}) = \frac{m}{V} \times 1000 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中： $\rho(\text{Sb})$ ——水样中锑(Sb)的质量浓度， $\mu\text{g/L}$ ；

m ——从标准曲线上查得或打印出的水样中锑的质量， μg ；

V ——水样的体积， mL 。

8 精密度和准确度

用本标准方法测定含锑 $1.00 \mu\text{g/L}$ 及 $20.00 \mu\text{g/L}$ 水样，相对标准偏差分别为 5.0% 和 2.3% ，相对误差为 1.0% 和 0.05% ；自来水加标 $1.0 \mu\text{g/L}$ ，回收率 102% ，加标 $20.0 \mu\text{g/L}$ ，回收率为 102% 。