

DB37

山东省地方标准

DB37/T 4154—2020

水质 臭的测定 嗅觉层次分析法 (FPA 法)

Water quality—Determination of olfactory odor—Flavor profile analysis

2020 - 09 - 25 发布

2020 - 10 - 25 实施

山东省市场监督管理局 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 原理 1

4 仪器和设备 1

5 试剂和材料 1

6 人员要求 2

7 样品 2

8 样品测定 2

9 结果计算与表示 3

10 方法准确度 3

11 质量保证和质量控制 3

附录 A（资料性附录） 嗅觉层次分析法培训方案 4

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由山东省住房和城乡建设厅提出并组织实施。

本标准由山东省城镇给水排水标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：山东省城市供排水水质监测中心、聊城水务水质检测有限公司、济宁中山公用水务有限公司水质检测中心、威海市水务水质检测中心有限公司、泰安市自来水有限公司水质检测中心、国家城市供水水质监测网福州监测站。

本标准主要起草人：贾瑞宝、孙韶华、赵清华、何娟、张弘、崔占勇、赵绪军、徐志刚、李菁、卢逸、董雯、高东芳、王涛、武远、刘晓霞。

水质 臭的测定 嗅觉层次分析法（FPA 法）

警告：实验中使用的次氯酸钠具有腐蚀性、致敏性，部分标准品具有一定的毒性，应尽量避免与这些化学品的直接接触。样品制备过程应在通风橱中进行，操作时应按规定要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 范围

本标准规定了测定生活饮用水及其水源水中臭的嗅觉层次分析法（FPA）。
本标准适用于生活饮用水及其水源水中臭的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

嗅觉层次分析法选定不少于4人组成闻测小组，评价样品的感官特性，并对样品的不同臭特征做出描述。样品加热到一定温度时，闻测小组人员闻其臭气同时给出每种臭特征的强度评价，共同讨论并计算，确定样品的评价结果。

4 仪器和设备

- 4.1 恒温水浴锅：温控精度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，加热时无异味产生。
- 4.2 温度计： $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.3 恒温干燥箱：温控精度 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 4.4 分析天平：感量 0.1 mg 。
- 4.5 微量注射器： $25\text{ }\mu\text{L}$ 、 $100\text{ }\mu\text{L}$ 或移液器： $20\text{ }\mu\text{L}$ 、 $100\text{ }\mu\text{L}$ 。
- 4.6 取样瓶： 1 L 棕色具塞玻璃瓶， $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘烤 4 h 。
- 4.7 闻测样品瓶： 500 mL 具塞三角瓶。
- 4.8 容量瓶： 100 mL 。
- 4.9 量筒： 200 mL 。

5 试剂和材料

- 5.1 无臭水：符合GB/T 6682规定的二级水，无异臭。
- 5.2 硫代硫酸钠：分析纯。

- 5.3 盐酸： $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ ，分析纯。
- 5.4 2-甲基异莰醇标准溶液： $\rho = 100 \text{ } \mu\text{g/mL}$ ，有证标准溶液。
- 5.5 土臭素标准溶液： $\rho = 100 \text{ } \mu\text{g/mL}$ ，有证标准溶液。
- 5.6 硫代硫酸钠溶液： $\rho = 100 \text{ g/L}$ ，称取 10 g 硫代硫酸钠（5.2）溶解于无臭水（5.1）中，稀释至 100 mL。
- 5.7 盐酸溶液（1+3）：将盐酸（5.3）缓缓加到无臭水（5.1）中，体积比为 1:3。

6 人员要求

经初步测验选定人员组成闻测小组，嗅觉迟钝者不可入选。闻测小组成员需经专业培训，有相应能力才能进行分析测试。通过方法培训，分析人员熟悉水中常见臭类型及不同浓度范围内的臭强度特征。嗅觉层次分析法培训方案见附录A（资料性附录）。

7 样品

7.1 样品采集

用样品冲洗取样瓶（4.6），采样至满瓶，瓶口不可有气泡。

7.2 样品保存

样品采集后应尽快测定，如不能立即测定，4℃以下冷藏保存，24 h内测定。

8 样品测定

8.1 器皿准备

所用玻璃器皿应保证无异臭，采用盐酸溶液（1+3）（5.7）进行冲洗，后用无臭水（5.1）洗涤数次，如果仍有异臭，需重复上述步骤。闻测样品瓶使用前在180℃烘烤4 h。

8.2 样品闻测

8.2.1 量取 200 mL 样品于闻测样品瓶（4.7）中，同时取无臭水（5.1）做空白试样，样品不得沾染容器瓶口。

8.2.2 在 45℃恒温水浴下加热 15 min 后，闻测小组成员分别闻测样品。闻测时，一只手托住闻测样品瓶（4.7）底，另一只手压紧瓶盖，不要接触瓶颈部位，以划圆圈的形式轻轻摇动闻测样品瓶（4.7），确保挥发性物质转移到顶部空气中，然后将玻璃瓶靠近鼻孔，移除瓶盖，进行闻测。

8.2.3 盖紧瓶塞重新加热后由闻测小组另一成员进行闻测，以此类推。对水样中存在的臭种类及强度分别进行记录。记录时应以第一感觉的结果为主。

8.2.4 每次闻测样品前，应先闻空白试样，使闻测人员的嗅觉保持良好状态。对臭类型和强度采用等级描述，具体强度等级描述见表 1。

8.2.5 水中消毒剂余量所产生的刺激性气味易掩盖其他臭味，闻测记录后可使用硫代硫酸钠溶液（5.6）脱氯后再次闻测，同时取无臭水（5.1）加等量硫代硫酸钠溶液（5.6）闻测试剂空白。

注：分析时应在通风良好、无异臭的环境中进行。闻测小组成员测试前 30 min 不能饮食、吸烟等，不得涂抹有明显异臭的护肤品及香水，有感冒及过敏症或其他影响臭测定相关问题的人员不能参加闻测。

表1 臭强度等级表

臭强度等级	臭强度描述	说明
0	无	无任何异臭。
2	微弱	一般饮用者难以察觉，闻测小组成员可以准确闻测并描述。
4	弱	一般饮用者刚能察觉，易分辨不同异臭种类。
6	中等强度	已能明显察觉异臭。
8	较强	有较强的异臭，闻测时有刺激感。
10	强	有显著的异臭，长时间闻测难以忍受。
12	很强	有强烈的异臭，并让人无法忍受。

9 结果计算与表示

9.1 结果记录

闻测结束后应立即记录结果，记录的信息包括闻测小组成员对臭的描述、强度以及感知到多种臭的先后顺序。

9.2 结果计算

根据计算公式（1）计算样品臭强度等级，结果保留小数点后一位。

臭强度等级=
$$\frac{X_1+X_2+...+X_i}{n}$$
..... (1)

式中：
 X_i ——闻测小组成员感知的臭强度等级；
 n ——闻测小组成员人数。

10 方法准确度

5家实验室对浓度为10 ng/L的2-甲基异莰醇标准溶液进行闻测，结果均为土霉味；对浓度为5 ng/L的土臭素标准溶液进行闻测，结果均为土味。与给定标准溶液相应臭特征一致。

11 质量保证和质量控制

- 11.1 定期对成员进行嗅觉强化训练，确保闻测的准确性。
- 11.2 每批次样品检测，均应以无臭水配制 10 ng/L 或 30 ng/L 2-甲基异莰醇辅助闻臭，现用现配。

附录 A
(资料性附录)
嗅觉层次分析法培训方案

A.1 典型臭特征训练

根据需要配制典型臭物质对闻测人员进行训练，指导统一的臭特征描述，有利于闻测小组对特定的臭描述达成一致。

A.1.1 选定欲测试的化合物，测试人员从最淡味道开始闻测，记录其可以闻到时的臭特征。典型臭物质浓度要求及其臭特征可参考表A.1。

A.1.2 对易混淆的臭物质应进行分辨练习。选取2-甲基异莰醇（土霉味）、土臭素（土味），分别配制弱、中、强三个强度共六个样品。随机选取三个样品配为一组，进行三选一的闻测训练，如三个闻测样品瓶中的待测臭物质一致，则指出其最低浓度的一个样品；如三个闻测样品瓶中的待测臭物质不一致，则指出其区别于其他两个闻测样品瓶的一个样品。打乱顺序后重新选取三个闻测样品瓶为一组，以此类推，直至所有的排列组合都闻测完成。

表A.1 臭物质及其臭特征

编号	臭物质	标准溶液浓度 μg/L	臭特征描述
1	土臭素	0.2	土味
2	2-甲基异莰醇	0.2	土霉味
3	次氯酸钠	500	氯味、漂白水味
4	庚醛	200	腐败胡桃油
5	1-辛烯-3-醇	200	草味、蘑菇味
6	β-紫罗兰香酮	2	木头味、香草味
7	苯甲醛	250	杏仁
8	己醛	30	莴苣味

A.2 臭强度练习

此训练课程用以学习如何确定某一臭物质的特定强度。分别使用2-甲基异莰醇（土霉味）、土臭素（土味）进行强度练习。训练时配制强度等级分别为4、8、12的标准溶液，闻测人员记忆其强度直至能准确区分，再用相同强度的标准溶液进行样品闻测。臭物质强度与浓度关系见表A.2。

A.3 臭强度进阶练习

此训练主要是选取较为常见的臭物质，进行进一步的强度训练及重现性测定。分别使用2-甲基异莰醇、土臭素进行强度进阶练习。在熟悉4、8、12三个明显强度后，再加入2、6、10三个强度等级，以加强闻测人员对六种不同强度臭物质的等级记忆。闻测人员熟练区分六种强度等级后，再用相同强度的标准溶液进行样品闻测。臭物质强度与浓度关系见表A.2。

表A.2 臭物质强度与浓度关系

臭强度等级	2-甲基异莰醇 ng/L	土臭素 ng/L
0	0	0
2	10	5
4	30	20
6	50	50
8	100	100
10	200	200
12	500	500
