

水质 β -萘酚的测定 荧光分光光度法

Water quality—Determination of β -naphthol—Fluorescence spectrophotometry

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 方法原理..... 1

4 干扰及消除..... 1

5 试剂和材料..... 1

6 仪器和设备..... 2

7 样品..... 2

8 分析步骤..... 2

9 结果计算与表示..... 2

10 精密度与准确度..... 3

11 质量保证和质量控制..... 3

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、山东省食品药品检验研究院、山东珞珈计量检测有限公司、山东师范大学、上海交通大学、山东省分析测试中心。

本标准主要起草人：王明泉、贾瑞宝、孙韶华、赵清华、张承晓、侯伟、任雪梅、孔强、楼紫阳、薛富民、田洪芸、周博、朱雅洁。

水质 β -萘酚的测定 荧光分光光度法

警告：实验中使用的 β -萘酚标准品具有强刺激性，硝酸具有强氧化性和腐蚀性，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 β -萘酚的荧光分光光度法。

本标准适用于生活饮用水及其水源水中 β -萘酚的测定。

使用10 mm的比色皿，直接取样检测时，本方法的检出限为0.002 5 mg/L，测定下限为0.01 mg/L。

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 5750.3—2006 生活饮用水标准检验方法 水质分析质量控制

GB/T 682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法原理

β -萘酚在激发波长328 nm及发射波长364 nm处的荧光强度与其浓度成线性关系。依据此相关性，通过测量水中 β -萘酚的荧光强度，可以进行水中 β -萘酚含量的测定。

4 干扰及消除

4.1 α -萘酚和 β -萘酚为同分异构体，当样品中 α -萘酚含量不高于1.0 mg/L时，对 β -萘酚的测定无影响， α -萘酚含量大于1.0 mg/L的受污染样品不宜采用本方法测定 β -萘酚。

4.2 样品中残留氯会影响 β -萘酚的检测。可以通过在样品中加入过量硫代硫酸钠去除氯。

5 试剂和材料

5.1 纯水：符合GB/T 682规定的二级及以上分析实验室用水。

5.2 无水乙醇：分析纯。

5.3 硫代硫酸钠：分析纯。

5.4 硝酸：分析纯， $\rho=1.42$ g/mL。

5.5 β -萘酚标准物质：有证标准物质，固体，纯度99.0%以上。

5.6 β -萘酚标准溶液： $\rho=1000$ mg/L。称取0.100 0 g β -萘酚标准物质（5.5），用10 mL无水乙醇（5.2）溶解，纯水（5.1）定容至100 mL，4℃下避光冷藏，可保存3个月。

5.7 β -萘酚标准贮备溶液 $\rho=100\text{ mg/L}$ 。用单标线吸量管量取 10.00 mL β -萘酚标准溶液 (5.5) 于 100 mL 容量瓶中，纯水 (5.1) 定容至刻度，摇匀，4℃下避光冷藏，可保存 3 个月。

5.8 β -萘酚标准使用溶液： $\rho=5\text{ mg/L}$ 。用单标线吸量管量取 5.00 mL β -萘酚标准贮备溶液 (5.7) 于 100 mL 容量瓶中，纯水 (5.1) 定容至刻度，摇匀，现用现配。

5.9 硫代硫酸钠溶液： $\rho=5\text{ g/L}$ 。称取 0.5 g 硫代硫酸钠 (5.3)，用适量纯水 (5.1) 溶解，定容至 100 mL。

5.10 硝酸溶液 (1+4)。

6 仪器和设备

6.1 荧光分光光度计：可调节激发波长 328 nm，发射波长 354 nm，配有光程为 10 mm 的四面透光石英比色皿。

6.2 电热恒温干燥箱。

6.3 天平：感量 0.000 1 g。

6.4 具塞比色管：5 mL。

6.5 样品瓶：棕色玻璃瓶，1 L。使用前在 120℃烘烤 2 h。

6.6 玻璃容量瓶：棕色，100 mL。

6.7 玻璃单标线吸量管：5 mL 和 10 mL。

6.8 玻璃分度吸量管：1 mL 和 5 mL。

7 样品

7.1 水样的采集和贮存方法：用样品瓶 (5.5) 采集样品，尽快检测。如不能及时分析，可在 4℃以下密封避光冷藏保存，24 h 内检测。从龙头装置采集样品时，采水前放水 3 min~5 min。

7.2 若水样中含有余氯，应脱氯处理后进行测定。每 500 mL 水样加入 100 μL 硫代硫酸钠溶液 (5.9)。

7.3 以纯水 (5.1) 代替水样制备空白试样。

8 分析步骤

8.1 校准曲线的绘制

向 5 只 5 mL 比色管 (5.4) 中分别加入 0.00 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 的 β -萘酚标准使用溶液 (5.8)，纯水定容至 5 mL，配制浓度为 0.00 mg/L、0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L 的 β -萘酚标准系列溶液。在激发波长 328 nm 及发射波长 354 nm 处以 10 mm 比色皿测量荧光强度。以浓度值为横坐标，荧光强度为纵坐标，绘制校准曲线。

8.2 样品测定

在与校准曲线相同条件下测定 7.2、7.3 处理好的样品及空白试样。

当样品浓度超出校准曲线线性范围时，应将样品稀释至校准曲线线性范围内再测定。

9 结果计算与表示

按照公式（1）计算β-萘酚的浓度：

$$\rho = \frac{(A - A_0) - b}{a} \times \frac{V_2}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ρ——β-萘酚的浓度（mg/L）；
- A——样品荧光强度；
- A₀——空白荧光强度；
- a——校准曲线斜率；
- b——校准曲线截距；
- V₁——原样品体积（mL）；
- V₂——稀释后样品体积（mL）。

测定结果小数点后位数的保留与测定下限一致，最多保留三位有效数字。

10 精密度与准确度

10.1 精密度

4个实验室对β-萘酚浓度为0.01 mg/L、0.25 mg/L和0.45 mg/L的纯水加标样品测定7次，实验室内相对标准偏差分别为2.3 %~5.5 %、0.3 %~4.1 %、0.4 %~4.5 %，实验室间相对标准偏差分别为15.5 %、2.5 %、4.0 %。

10.2 准确度

4个实验室分别测定纯水、地表水、地下水、出厂水、管网水加标样品，当加标浓度分别为0.01 mg/L、0.25 mg/L和0.45 mg/L时，其回收率见表1。

表1 β-萘酚测定结果的准确度

加标浓度 mg/L	回收率 %				
	纯水	地表水	地下水	出厂水	管网水
0.01	85.0~117	87.0~90.0	87.0~94.0	80.0~90.0	85.0~112
0.25	98.5~104	89.5~98.0	88.0~94.0	89.8~97.0	80.4~104
0.45	95.5~105	89.7~99.2	89.9~99.3	87.7~97.9	82.9~107

11 质量保证和质量控制

- 11.1 每批次样品至少测定一个空白试样，测定结果应低于方法检出限。
- 11.2 每批次样品检测，均应同时绘制校准曲线，校准曲线的相关系数 r²≥0.999。
- 11.3 平行双样分析相对偏差允许值按 GB/T 5750.3—2006 执行。
- 11.4 所用玻璃器皿均须以硝酸溶液（5.10）浸泡 24 h，用水反复冲洗，最后用纯水冲洗干净。