

DB65

新疆维吾尔自治区地方标准

DB 65/T 3950—2016

水质 阴离子合成洗涤剂的测定 流动注射- 分光光度法

Water quality-Determination of anionic surfactants in water- Flow
Injection-Spectrophotometric method

2016 - 11 - 10 发布

2016 - 12 - 10 实施

新疆维吾尔自治区质量技术监督局 发布

前 言

本标准依据GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则编写。

本标准由新疆维吾尔自治区分析测试研究院提出。

本标准由新疆维吾尔自治区科技厅归口。

本标准起草单位：新疆维吾尔自治区分析测试研究院、新疆维吾尔自治区标准化研究院。

本标准主要起草人：罗建民、杨中、郑健琨、胡小明、宁天珍、陈俊宇、邵家丽、姑丽巴哈尔、王爱霞、陈国通、李统中、张磊、曹雪琴、文娜、方智三、宋良辉、战国利。

水质 阴离子合成洗涤剂的测定 流动注射-分光光度法

1 范围

本标准规定了流动注射在线萃取法测定水中阴离子合成洗涤剂的方法原理、干扰及消除、试剂、仪器、样品、分析步骤、分析结果的计算与表述、精密度和准确度、质量保证和质量控制、注意事项等内容。

本标准适用于生活饮用水、地表水及其生活污水中阴离子合成洗涤剂的测定。

本标准用十二烷基苯磺酸钠作为标准，最低检测质量浓度为0.01 mg/L。能与亚甲基蓝反应的物质对本标准均有干扰。酚、有机硫盐酸、磺酸盐、磷酸盐以及大量氧化物（2000 mg）、硝酸盐（5000 mg）、硫氰酸盐等均可使结果偏高。

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 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第1部分：总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法原理

亚甲基蓝与阴离子洗涤剂在水溶液中反应，生成蓝色的盐，用氯仿将生成的盐从碱性亚甲基蓝中萃取出来，再用酸性亚甲基蓝溶液反萃取氯仿相，萃取氯仿相在650 nm处进行显色分析。

4 干扰及消除

主要被测物以外的蛋白质等负干扰可通过碱性亚甲基蓝萃取消除，其他有机的硫酸盐、磺酸盐、羧酸盐、酚类以及无机的硫氰酸盐、氰酸盐、硝酸盐和氯化物等与亚甲基蓝作用，生成可溶于氯仿的蓝色络合物，造成测定结果偏高，可通过酸性亚甲基蓝反萃取氯仿相消除。

5 试剂

5.1 水为GB/T 6682规定的一级水。

5.2 载流溶液： $c(\text{NaOH})=0.4 \text{ g/L}$ 。现用现配。

5.3 亚甲基蓝储备溶液：称取0.20 g亚甲基蓝溶于50 mL无水乙醇中，用纯水定容至100 mL容量瓶中。

5.4 硼酸盐储备溶液：称取15.83 g十水合四硼酸钠和3.30 g氢氧化钠溶解于800 mL纯水中，定容至1000 mL容量瓶中。

5.5 碱性亚甲基蓝溶液：取 100 mL 无水乙醇和 35 mL 亚甲基蓝储备溶液(5.3)于 800 mL 纯水中，缓缓加入 100 mL 硼酸盐储备溶液(5.4)，混匀后定容至 1000 mL 容量瓶中，使用前需过滤。置于 4℃ 冰箱中，可保存一周。

5.6 酸性亚甲基蓝溶液：缓慢加入 6.8 mL 浓硫酸于 800 mL 纯水中，加入 50 mL 无水乙醇和 7.5 mL 亚甲基蓝储备溶液(5.3)，加入 50 g 磷酸二氢钾，溶解后定容至 1000 mL 容量瓶中，使用前需过滤。置于 4℃ 冰箱中，可保存一周。

5.7 氯仿：通氮气除气约 30 min。

5.8 十二烷基苯磺酸钠标准储备液 [ρ (DBS)=1 mg/mL]：称取 0.500 g 十二烷基苯磺酸钠 ($\text{C}_{12}\text{H}_{25}-\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{Na}$ ，简称 DBS) 纯品，溶于纯水中，定容至 500 mL 容量瓶中。

5.9 十二烷基苯磺酸钠标准使用液 1 [ρ (DBS)=10 $\mu\text{g}/\text{mL}$]：取十二烷基苯磺酸钠标准储备液(5.8) 10 mL 于 1000 mL 容量瓶中，用纯水定容。现用现配。

5.10 十二烷基苯磺酸钠标准使用液 2 [ρ (DBS)=100 $\mu\text{g}/\text{mL}$]：取十二烷基苯磺酸钠标准储备液(5.8) 10 mL 于 100 mL 容量瓶中，用纯水定容。现用现配。

6 仪器

6.1 流动注射分析仪：阴离子合成洗涤剂反应单元和模块、650 nm 比色检测器、自动进样器、多通道蠕动泵、数据处理系统。

6.2 玻璃器皿：容量瓶、移液管均为 A 级。

7 样品

取样和保存样品使用清洁的玻璃瓶，并事先用甲醇清洗过，用氯仿饱和水样，冷藏于 4℃ 冰箱中，可保存 8d。本方法测定水样中溶解态阴离子合成洗涤剂，在测定前，应将水样预先经中速定性滤纸过滤除去悬浮物。

8 分析步骤

8.1 标准系列的制备

8.1.1 测定生活饮用水和较洁净的地表水时，吸取阴离子合成洗涤剂标准使用液 1(5.9) 0, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00, 3.00 及 5.00 mL 置于 8 个 100 mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度。其质量浓度分别为 0 $\mu\text{g}/\text{L}$, 20 $\mu\text{g}/\text{L}$, 40 $\mu\text{g}/\text{L}$, 60 $\mu\text{g}/\text{L}$, 80 $\mu\text{g}/\text{L}$, 100 $\mu\text{g}/\text{L}$, 300 $\mu\text{g}/\text{L}$ 及 500 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

8.1.2 测定生活污水时，吸取阴离子合成洗涤剂标准使用液 2(5.10) 0, 0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00, 3.00 及 5.00 mL 置于 8 个 100 mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度。其质量浓度分别为 0 mg/L, 0.20 mg/L, 0.40 mg/L, 0.60 mg/L, 0.80 mg/L, 1.00 mg/L, 3.00 mg/L 及 5.00 mg/L。

8.2 仪器操作

参考仪器说明书，输入系统参数，确定分析条件，并将工作条件调整至测阴离子合成洗涤剂最佳状态。仪器参考条件见表 1。

表1 仪器参考条件

自动进样器	蠕动泵	取样时间 (s)	冲洗时间 (s)	流路系统	数据处理系统
初始化正常	转速设为 Normal 级, 转动平稳	120	140	无漏泄, 试剂流动平稳	基线平直

8.3 测定

流路系统稳定后, 依次测定标准系列及样品。

注: 所列测量范围受不同型号仪器的灵敏度及操作条件的影响而变化时, 可酌情改变上述测量范围。

9 分析结果的计算与表述

水样中阴离子合成洗涤剂的质量浓度按式 (1) 计算:

$$c(DBS) = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c —水样中阴离子合成洗涤剂的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);

m —从工作曲线上查得阴离子合成洗涤剂的质量, 单位为微克 (μg);

V —水样体积, 单位为毫升 (mL)。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%。

10.2 准确度

在测定过程中, 建议每测定10个样品用同一份标准溶液和空白溶液作基线漂移校正。为了保证分析结果的准确, 要求每批样品至少做一个加标回收实验, 当样品加标为10倍检出限时, 回收率为在80%~120%之间。

11 质量保证与质量控制

11.1 标准曲线: 每次分析样品均应绘制标准曲线, 曲线的相关系数应在 0.999 以上。

11.2 定期用自制的控制标样 (如有国家级或行业级标样时, 应首先使用) 校核一次本标准分析方法的有效性。

12 注意事项

12.1 开始只有氯仿管路抽取氯仿, 当氯仿到达流通池时, 再接进样管, 接对应试剂。如果水通过了流通池, 需要用注射器填充无水乙醇将流通池清洗干净。

12.2 基线需要稳定 30 min 以上, 同时检查相分离器, 给相分离器涂膜。