

无机非金属指标 (GB/T 5750.5-2006)

序号	名称	岛津对应检测仪器	对应检测方法
1	硫酸盐	UV、IC	1、硫酸钡比浊法 2、IC 离子色谱法 3、铬酸钡分光光度法(热法) 4、铬酸钡分光光度法(冷法) 5、硫酸钡烧灼称量法
2	氯化物	IC	1、硝酸银容量法 2、IC 离子色谱法 3、硝酸汞容量法
3	氟化物	IC、UV	1、离子选择电极法 2、IC 离子色谱法 3、氟试剂分光光度法 4、双波长系数倍增氟试剂分光光度法 5、锆盐茜素比色法
4	氰化物	UV	1、异烟酸-吡唑分光光度法 2、异烟酸-巴比妥酸分光光度法
5	硝酸盐氮	UV、IC	1、麝香草酚分光光度法 2、紫外分光光度法 3、IC 离子色谱法 4、镉柱还原法
6	硫化物	UV	1、N,N-二乙基对苯二胺分光光度法 2、碘量法
7	磷酸盐	UV	1、磷钼盐分光光度法
8	硼	UV、ICP-AES、ICP-MS	1、甲亚胺-H 分光光度法 2、ICP-AES (GB5750.6 1.4) 3、ICP-MS (GB5750.6 1.5)
9	氨氮	UV	1、纳氏试剂分光光度法 2、酚盐分光光度法 3、水杨酸盐分光光度法
10	亚硝酸盐氮	UV	1、重氮偶合分光光度法
11	碘化物	UV、GC-ECD	1、硫酸催化分光光度法 2、高浓度碘化物比色法 3、高浓度碘化物容量法 4、气相色谱法



UVmini-1240

超小型设计,标准配备定量和光谱扫描功能,在定量、定性中均可发挥威力,并且可使用多波长定量功能。中文显示,数据可保存于专用的 IC 卡中。

波长范围: 190~1100 nm

测光方式: 单光束

杂散光: 0.05%以下



UV-2600

低杂散光的双单色器型(UV-2700)和高性能价格比的单单色器型(UV-2600)紫外可见分光光度计,配备汉化软件[UVProbe],具备卓越功能。

测定波长范围: 185~900 nm(UV-2600 使用专用积分球,可测到 1400 nm)

谱带宽度: 0.1/0.2/0.5/1/2/5 nm 6 段转换

分辨率: 0.1 nm

杂散光: **UV-2600 型** < 0.005% (220 nm, NaI);
< 0.005% (340, 370 nm, NaNO₂);
< 1% (198 nm, KCl);

UV-2700 型 < 0.00005%;

< 0.00002%; < 1%;

硫酸盐的检测—硫酸钡比浊法

■ 摘要

《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2006)中,硫酸盐的规定没有变化。属于感官性状与一般化学指标。本文介绍了使用紫外分光光度计的测定方法,并对北京的自来水作了检测。

■ 前言

中国卫生部于2006年12月29日发布了《生活饮用水卫生标准》(GB5749-2006),2007年7月1日起实施,代替我国二十二年来实行的国家标准《生活饮用水卫生标准》(GB5749-1985)。

硫酸盐在前后这两部国家标准中,规定没有变化,属于感官性状与一般化学指标,限值为250 mg/L。本次新的国家标准,感官性状和一般化学指标由15项增至20项,增加了耗氧量、氨氮、硫化物、钠、铝,修订了浑浊度。其中,氨氮、硫化物、钠属于水质非常规指标。

在美国,感官性状是二级标准,细节各州可以自己定。但中国,作为强制标准。

饮用水的感官性状很重要,直接影响人们的可接受性。感官性状不良的水,会使人产生厌恶感和不安全感。我国的饮用水标准规定,饮用水的色度不应超过15度,也就是说,一般饮用者不应察觉水有颜色,而且也应无异常的气味和味道,水呈透明状,不浑浊,也无用肉眼可以看到的异物。如果发现饮用水出现浑浊,有颜色或异常味道,那就表示水被污染,应立即通知自来水公司和卫生防疫站进行调查和处理。其他和饮用水感官性状有关的化学指标包括总硬度、铁、锰、铜、锌、挥发酚类、阴离子合成洗涤剂、硫酸盐、氯化物和溶解性总固体。这些指标都能影响水的外观、色、臭和味,因此规定了最高允许限值。例如饮用水中硫酸盐过高,易使锅炉和热水器内结垢并引起不良的水味和具有轻泻作用,故规定其在饮用水中的限值不应超过250 mg/L。

在《生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标》(GB/T 5750.5-2006)中,对于硫酸盐的检测规定了五种方法:硫酸钡比浊法、离子色谱法、铬酸钡分光光度法(热法)、铬酸钡分光光度法(冷法)、硫酸钡烧灼称量法。

本文采用了硫酸钡比浊法。水中硫酸盐和钡离子生成硫酸钡沉淀,形成浑浊,其浑浊程度和水样中硫酸盐含量成正比。

本方法最低检测质量:0.25 mg(以硫酸根计)

■ 仪器

岛津 UV-2600

UVProbe 软件

■ 实验药品

无水硫酸钠、氯化钠、盐酸、丙三醇、乙醇、氯化钡、蒸馏水

■ 溶液配制

1. 配制 1000 mg/L 硫酸盐标准溶液:称取 1.4786 g 无水硫酸钠,溶于纯水中,并定容至 1000 mL。

2. 稳定剂溶液:称取 75 g 氯化钠,溶于 300 mL 纯水中,加入 30 mL 盐酸、50 mL 甘油和 100 mL 乙醇,混合均匀。

■ 实验步骤

1. 取 50 mL 自来水样。

2. 加入 2.5 mL 稳定剂溶液,调节电磁搅拌器速度,使溶液在搅拌时不溅出,并能使 0.2 g 氯化钡晶体在 10-30 秒之间溶解。固定此条件,在同批测定中不应改变。

3. 取同型烧杯分别加入硫酸盐标准溶液 0、0.5、2 mL,各加纯水至 50 mL。使硫酸盐浓度分别为 0、10、40 mg/L。

4. 另取 50 mL 水样,与标准系列在同一条件下,在水样与标准系列中各加入 2.5 mL 稳定剂溶液,待搅拌速度稳定后加入 0.2 g 氯化钡晶体,并立即计时,搅拌 60 ± 5 秒。各烧杯均从加入氯化钡晶体起计时,到准确 10 分钟时于 420 nm 波长,1cm 比色皿,以纯水为参比,测定吸光度。

■ 实验结果

标准曲线数据见表 1,标准曲线见图 1。

测定北京市某区居民用水点的自来水,取样时间 2007 年 6 月 12 日。数据见表 2。

■表 1 标准曲线的浓度及吸光度数据

SO ₄ ²⁻ (mg/L)	测定次数	A ₄₂₀
0	1	0.4405
	2	0.4407
	平均	0.4406
10	1	0.5558
	2	0.5559
	平均	0.5558
40	1	0.8262
	2	0.8262
	平均	0.8262

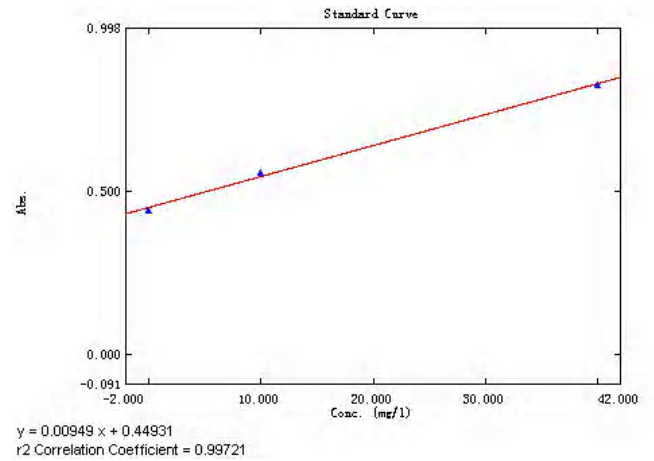


图 1 硫酸盐标准曲线

■表 2 北京市某区自来水硫酸盐测定结果

测定次数	A ₄₂₀	SO ₄ ²⁻ (mg/L)
1	0.6106	-
2	0.6103	-
平均	0.6104	16.97

■结论

北京市某区自来水测定结果,硫酸盐为 16.97 mg/L, 低于国家标准《生活饮用水卫生标准》(GB5749-2006)要求的限值 250 mg/L。检测结果合格。

紫外方法是化学分析的常用方法,紫外分光光度计是最广泛使用的仪器。在检测硫酸盐时,紫外方法相对简便,是很可行的检测方法。

■参考文献

- 1.中国疾病预防控制中心,鄂学礼,在中国建设部 2007 年 6 月 16 日青岛 " 城市供水安全与水质管理研讨会 " 上报资料《生活饮用水卫生标准(GB 5749-2006)》
- 2.《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-1985)
- 3.《生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标》(GB/T 5750.5-2006)

硝酸盐氮检测—紫外分光光度法

■前言

中国卫生部于2006年12月29日发布了《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2006),2007年7月1日起实施,代替我国二十二年来实行的国家标准《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-1985)。

作为水质常规指标中的毒理指标,硝酸盐的检测非常重要。婴幼儿是饮用水中硝酸盐的敏感人群。过量硝酸盐导致婴儿高铁血红蛋白白血病。硝酸盐可在婴儿胃中还原成亚硝酸盐,亚硝酸盐能氧化血红蛋白为高铁血红蛋白,而高铁血红蛋白不能够输送氧气到全身,导致白血病。幼小婴儿的血红蛋白比年龄较大的儿童和成人更容易形成高铁血红蛋白。

尽管对于亚硝酸盐和硝酸盐是否致癌的问题上一直有争议,目前硝酸盐还是作为重要的毒理学指标进行检测。

1985年版的《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-1985)中,硝酸盐(以氮计)的限值为20 mg/L。在2006年版的《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2006)中,限值降低为10 mg/L(地下水源限制时为20 mg/L)。

限值订为10 mg/L与国际水平接轨。在特殊情况下,比如在某些地区,地下水中含硝酸盐含量高,允许限值订为20 mg/L。在我国过去的这么多年中,饮用水中硝酸盐氮限值设在20 mg/L时没有在流行病学方面对人体健康有明显影响。

在《生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标》(GB/T 5750.5-2006)中,对于硝酸盐氮的检测规定了四种方法:麝香草酚分光光度法、紫外分光光度法、离子色谱法、镉柱还原法。

本文采用了紫外分光光度法。利用硝酸盐在220 nm波长具有紫外吸收和在275 nm波长下不具吸收的性质进行测定。

本方法最低检测质量: 10 μg

适用浓度范围: 0-11 mg/L

■使用仪器

岛津 UV-2600

UVProbe 软件

■实验药品

盐酸、硝酸钾、蒸馏水

■溶液配制

1. 盐酸溶液: 盐酸与蒸馏水以1:11比例混合均匀。

2. 硝酸盐氮标准溶液(以氮计)100 mg/L: 称取经105°C烘箱干燥2小时的硝酸钾(KNO₃)0.7218 g,溶于纯水中并定容至1000 mL。

3. 将前面配好的100 mg/L的硝酸盐氮标准溶液稀释10倍,为10 mg/L。

■待测样品

北京市某区自来水

■实验步骤

1. 取50 mL自来水样,加1 mL盐酸溶液。

2. 分别吸取0、10、20、30 mL的10 mg/L的硝酸盐氮标准溶液,于50 mL比色管中,配成0、2、4、6 mg/L的硝酸盐氮标准系列,各加盐酸溶液1 mL。

3. 用纯水调节仪器吸光度为0,分别在220 nm与275 nm下测定吸光度。

■数据计算

在标准及样品的220 nm波长吸光度减去2倍于275 nm波长的吸光度,绘制标准曲线并确定水样浓度。

■实验结果

在标准及样品的220 nm波长吸光度减去2倍于275 nm波长的吸光度,绘制标准曲线。数据见表1,标准曲线见图1。

测定北京市某区居民用水点的自来水,取样时间2007年6月11日。数据见表2。

■表 1 标准曲线的浓度及吸光度数据

	NO ₃ -N (mg/L)	A ₂₂₀	A ₂₇₅	A ₂₂₀ -2×A ₂₇₅
1	0	-0.001	-0.000	-0.001
2	2	0.496	-0.003	0.502
3	4	0.976	-0.004	0.984
4	6	1.443	-0.006	1.455

■表 2 北京市某区自来水硝酸盐氮测定结果

测定次数	A ₂₂₀	A ₂₇₅	A ₂₂₀ -2×A ₂₇₅	NO ₃ -N (mg/L)
1	1.185	-0.002	-	-
2	1.187	-0.002	-	-
平均	1.186	-0.002	1.191	4.901

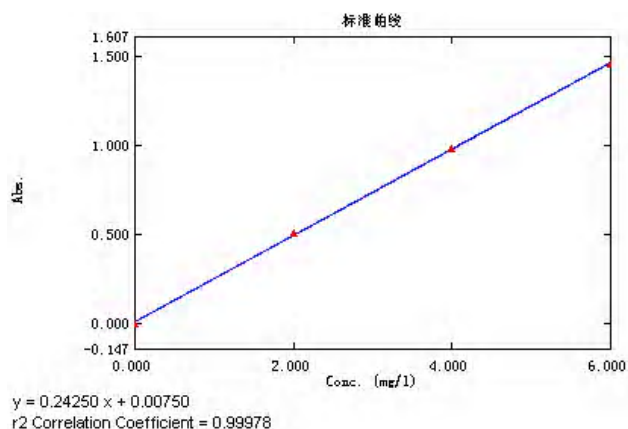


图 1 硝酸盐氮标准曲线

■结论

北京市某区自来水测定结果硝酸盐氮为 4.90 mg/L，低于国家标准《生活饮用水卫生标准》(GB5749-2006)要求的限值 10 mg/L。检测结果合格。

紫外方法是化学分析的常用方法，紫外分光光度计是最广泛使用的仪器。在检测重要毒理指标硝酸盐氮时，紫外方法相对简便，是很可行的检测方法。

■参考文献

1. 中国疾病预防控制中心, 鄂学礼, 在中国建设部 2007 年 6 月 16 日青岛 " 城市供水安全与水质管理研讨会 " 上报告资料《生活饮用水卫生标准(GB 5749-2006)》

亚硝酸盐氮检测—紫外分光光度法

■摘要

《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2006)中,亚硝酸盐第一次进入国标附录A(资料性附录)水质参考指标。本文介绍了使用紫外分光光度计的测定方法,并对北京的自来水作了检测。

■前言

中国卫生部于2006年12月29日发布了《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2006),2007年7月1日起实施,代替我国二十二年来实行的国家标准《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-1985)。

亚硝酸盐第一次进入国标附录A(资料性附录)水质参考指标,限值为1 mg/L。

硝酸盐在《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-1985)中已经作为水质常规指标中的毒理指标,限值为20 mg/L。在新标准《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2006)中,进一步强化为10 mg/L(地下水源限制时为20 mg/L)。硝酸盐和亚硝酸盐是自然存在的离子,是氮循环的组成部分。

硝酸盐主要用作无机肥料,而亚硝酸钠用作食物防腐剂,特别是用于腌熏肉类。

硝酸盐和亚硝酸盐也是人或动物排泄物中氮及类似物的氧化产物。在缺氧条件下,硝酸盐可能形成和积存亚硝酸盐。

氯胺消毒时,如果生成的氯胺控制不适当,可能在输配水系统内生成亚硝酸盐而使浓度升高。

亚硝酸盐还可以是微生物活动的结果,这种活动可能是间歇性的。配水系统中的硝化作用可以增加亚硝酸盐浓度,甚至可达到0.2-1.5 mg/L。亚硝酸盐能氧化血红蛋白为高铁血红蛋白,而高铁血红蛋白不能够输送氧气到全身,导致白血病。幼小婴儿的血红蛋白比年龄较大的儿童和成人更容易形成高铁血红蛋白。

尽管对于亚硝酸盐和硝酸盐是否致癌的问题上一直有争议,目前对其重视程度还是日渐加强。

在《生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标》(GB/T 5750.5-2006)中,对于亚硝酸盐氮的检测仅规定了一种方法:重氮偶合分光光度法。

本文采用了此方法。在pH1.7以下,水中亚硝酸盐与对氨基苯磺酰胺重氮化,再与盐酸N-(1-萘)-乙二胺产生偶合反应,生成紫红色的偶氮染料,比色定量。

本方法最低检测质量:0.05 μg 亚硝酸盐氮

■使用仪器

岛津 UV-2600

UVProbe 软件

■实验药品

对氨基苯磺酰胺、盐酸N-(1-萘)-乙二胺、亚硝酸钠、盐酸、蒸馏水

■溶液配制

1. 配制10 g/L 对氨基苯磺酰胺溶液:称取5 g 对氨基苯磺酰胺($\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{NH}_2$),溶于350 mL 盐酸溶液(1+6)中。用纯水稀释到500 mL。

2. 配制1.0 g/L 盐酸N-(1-萘)-乙二胺溶液:称取0.2 g 盐酸N-(1-萘)-乙二胺($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NH}_2\text{CHCH}_2\cdot\text{NH}_2\cdot 2\text{HCl}$),溶于200 mL 纯水中。

3. 配制50 mg/L 亚硝酸盐氮标准溶液:称取0.2463 g 在玻璃干燥器内放置24小时的亚硝酸钠(NaNO_2),溶于纯水中,并定容至1000 mL。

4. 配制0.1 mg/L 的亚硝酸盐氮标准溶液:取10 mL 50 mg/L 亚硝酸盐氮标准溶液于500 mL 容量瓶中,定容至刻度。再从中吸取10 mL,于100 mL 容量瓶中定容至刻度。

■实验步骤

1. 取50 mL 自来水样。

2. 分别吸取0、1、5、10 mL 的0.1 mg/L 的亚硝酸盐氮标准溶液,于50 mL 比色管中,配成0、0.002、0.01、0.02 mg/L 的亚硝酸盐氮标准系列。

3. 用纯水调节仪器吸光度为0,在540 nm,用1 cm 比色皿,在10至15分钟之间(10分钟至2小时内均可)测定吸光度。

■实验结果

标准曲线数据见表1,标准曲线见图1。

测定北京市某区居民用水点的自来水,取样时间2007年6月12日。数据见表2。

■表 1 标准曲线的浓度及吸光度数据

NO ₂ -N (mg/L)	测定次数	A ₅₄₀
0	1	0.00066
	2	0.00069
	平均	0.00067
0.002	1	0.00713
	2	0.00702
	平均	0.00707
0.01	1	0.03680
	2	0.03685
	平均	0.03683
0.02	1	0.07487
	2	0.07489
	平均	0.07488

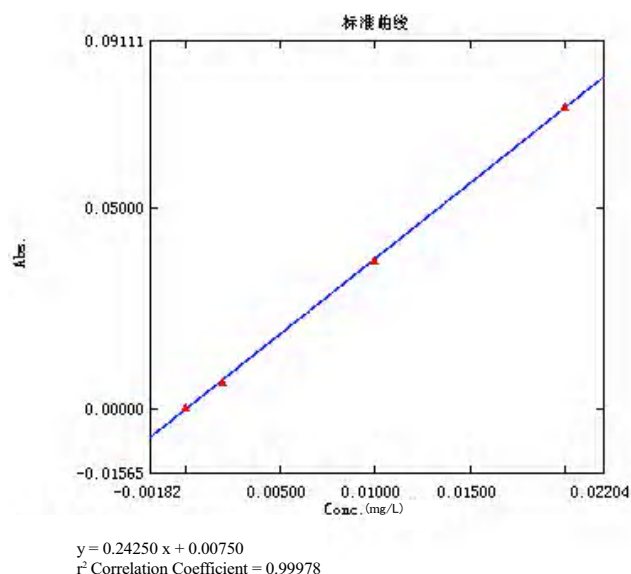


图 1 亚硝酸盐氮标准曲线

■表 2 北京市某区自来水亚硝酸盐氮测定结果

测定次数	A ₅₄₀	NO ₂ -N (mg/L)
1	0.02028	-
2	0.02011	-
平均	0.02020	0.00541

■结论

北京市某区自来水测定结果，亚硝酸盐氮为 0.005 mg/L，低于国家标准《生活饮用水卫生标准》(GB5749-2006)要求的限值 1 mg/L。检测结果合格。

紫外方法是化学分析的常用方法，紫外分光光度计是最广泛使用的仪器。在检测亚硝酸盐氮时，紫外方法相对简便，是很可行的检测方法。

■参考文献

- 1.中国疾病预防控制中心,鄂学礼,在中国建设部 2007 年 6 月 16 日青岛"城市供水安全与水质管理研讨会"上报告资料《生活饮用水卫生标准(GB5749-2006)》
- 2.《生活饮用水卫生标准》(GB5749-1985)
- 3.《生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标》(GB/T 5750.5-2006)