

ICS 13.060.20

CCS C53

团体标准

T/LNEMA 004--2022

生活饮用水中硼的测定 流动注射分光光度法

Determination of Boron in drinking water
By flow injection analysis

2022-09-26 发布

2022-09-26 实施

辽宁省环境监测协会 发布

目 次

前 言	ii
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法原理	1
4 试剂和材料	2
5 仪器和设备	2
6 样品	2
7 分析步骤	2
8 结果计算与表示	3
9 精密度和准确度	3
10 质量保证和质量控制	4
11 废物处理	4
12 注意事项	4

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本标准的某些内容可能涉及专利。本标准的发布机构不承担识别专利的责任。

本标准由辽宁省营口生态环境监测中心提出。

本标准由辽宁省环境监测协会归口。

本标准起草单位：辽宁省环境监测协会、辽宁省营口生态环境监测中心、辽宁省环保集团有限责任公司、辽宁奉天检测技术有限公司、沈阳克林环境检测有限公司、沈阳柏沐科技有限公司、辽宁标普检测技术有限公司、辽宁中怪检测有限公司、沈阳环境科学研究院、沈阳环科检测技术有限公司、辽宁杉源环境监测有限公司、辽宁省生态环境监测中心、辽宁省生态环境事务服务中心、辽宁省生态环境保护科技中心、辽宁省分析科学研究院、辽宁省林业科学研究院、中国科学院沈阳计算技术研究所有限公司、沈阳市生态环境事务服务中心、辽宁省丹东生态环境监测中心、沈阳化工研究院有限公司等。

本标准主要起草人：宋微、王阳、刘首正、白玉花、赵璐璐、王越、潘赫宇、何理、李月、韩凌、杨薇薇、林琳、宋亚宁、夏阳、孙大壮、谭海龙、王儒、吕永欣、任天楚、袁跃、单春花、张秀双、段志娟、赫卿、金赵明、贾玲、祝雷、徐春萍、李宛桐、薛晨、孙书晶、任长顺、刘兴鑫、张霄、李赫、魏建勋、宋闯、王迎春、王德安、陈振宇、周鑫、高爽、张威、陶冶、马巍峰、贾澍、王鹏、张子伯、陈阳、徐鹏、康楠、张丁楠、吴喆、王金雷、高坤宇、曾军、宋大明、赵兢兢、齐亚辉、靳辉、王金宏、陈瑛亮、李红、魏静元、刘红民、赵济川、胡博、王月婵、黄夏、王宁、周晓磊、祁柏林、赵宏德、姚亮、路阳、王铁龙、杨国玉、周思宁、张增磊、石峰、赵国杰、侯松媚、郭静、张宇宁、洪德伟、张浩洋、王占龙、刘金星、宋金田、于淼、王海艳、杨军泽、王丹、黄志英、高尚、孙丽娜、杨洋、朱颖、吕晓佼、李静娴、刘宏燕、于丰阁、宁梅、吴红霞、房钢、李强。

生活饮用水中硼的测定 流动注射分光光度法

警告：甲亚胺-*H*具有一定的毒性和挥发性，试剂配置应在通风橱内进行，操作时应按规定要求佩戴防护口罩，避免接触皮肤和衣服，检测后的残渣渣液应做妥善的安全处理。

1 适用范围

本标准规定了测定生活饮用水中硼的流动注射分光光度法。

本标准适用于生活饮用水中硼的测定。

当检测池光程为10mm，本方法检出限为0.016mg/L，测定范围为0.064mg/L~10.0mg/L。

2 规范性引用文件

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

GB/T5750.2-2006 《生活饮用水标准检验方法 水样的采集和保存》

GB/T 5750.5-2006 《生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标》 8.1 甲亚胺-*H*分光光度法

GB/T6682 《分析实验室用水规格和试验方法》

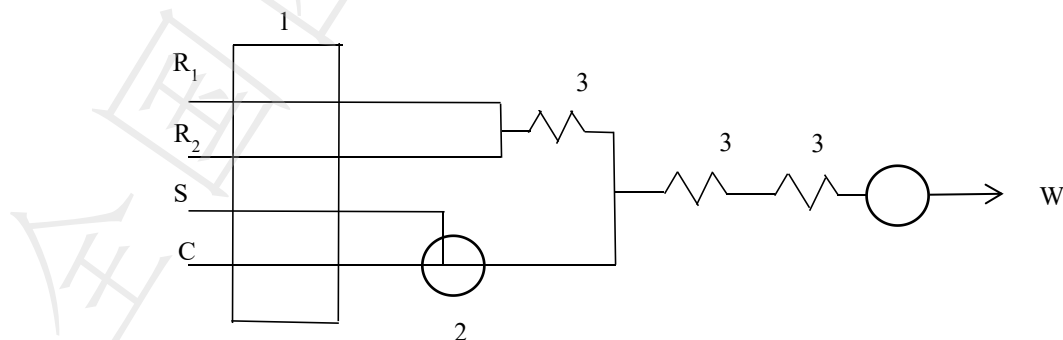
3 方法原理

3.1 流动注射分析仪工作原理

在封闭的管路中，将一定体积的试样注入连续流动的载液中，试样和试剂在化学反应模块中按特定的顺序和比例混合、反应，在非完全反应的条件下，进入流动检测池进行光度检测。

3.2 化学反应原理

在常温下，硼与显色剂甲亚胺-*H*反应，生成黄色配合物，其颜色与硼的浓度在一定范围内成线性关系，于430nm处比色测定。



1. 蠕动泵；2.注入阀；3.反应环；R1.缓冲液/掩蔽试剂；R2.甲亚胺-*H*显色剂；C.载液（水）；S.试样；W.废液。

图1 流动注射分光光度法测定硼参考工作流程

4 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。实验用水为新鲜制备的去离子水或蒸馏水。实验所用试剂和水均需用氦气或超声除气,具体方法:使用 140Kpa 的氦气通过氦导气管 1min 除气,或使用超声波机振荡 15min~30min 除气。

- 4.1 盐酸: $\rho(\text{HCl})=1.19\text{g/mL}$ 。
- 4.2 磷酸氢二胺 $((\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4)$ 。
- 4.3 乙二胺四乙酸二钠 $(\text{Na}_2\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8)$ 。
- 4.4 甲亚胺-H $(\text{C}_{17}\text{H}_{13}\text{O}_8\text{S}_2\text{N}_4)$ 。
- 4.5 抗坏血酸 $(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6)$ 。
- 4.6 硼酸 (H_3PO_4) 。
- 4.7 缓冲液/掩蔽试剂

将 66g 磷酸氢二胺 (4.2) 和 12.5g 乙二胺四乙酸二钠 (4.3) 加入 200mL 水中搅拌,溶解后用水稀释至 500mL。用盐酸 (4.1) 调整 pH 值到 7.3, 该溶液在 4℃ 下保存, 可稳定 1 个月。

4.8 甲亚胺-H 显色剂

将 1.88g 甲亚胺-H (4.4) 和 8g 抗坏血酸 (4.5) 用电磁搅拌器搅拌, 溶解后用水稀释至 500mL, 该溶液需临用前现配。

4.9 硼标准储备液 $\rho(\text{B})=100\text{mg/L}$: 称取 0.2860g 硼酸 (4.6) 溶于水中, 溶解后移至 500mL 容量瓶中, 加水定容并混匀。贮存于聚乙烯试剂瓶中, 该溶液在 4℃ 下保存, 可稳定 6 个月。

或直接购买市售有证标准溶液。

4.10 硼标准使用液 $\rho(\text{B})=10\text{mg/L}$: 量取硼标准储备液 (4.9), 用水逐级稀释制备, 临用时现配。

5 仪器和设备

5.1 流动注射分析仪: 自动进样器、化学分析单元 (即化学反应模块、通道, 由蠕动泵、注入阀、反应管路等部位组成)、检测单元 (流通池检测波长 430nm) 及数据处理单元。

- 5.2 分析天平: 精度为 0.0001g。
- 5.3 超声波机: 频率 40KHz。
- 5.4 一般实验室常用仪器和设备。

6 样品

按照 GB/T5750.2-2006 的相关规定进行水样的采集与保存样品。

在采样前, 用水冲洗所有接触样品的器皿, 样品采集于清洗过的聚乙烯瓶中。常温可保存 14d。

7 分析步骤

7.1 仪器的调试

按仪器说明书安装分析系统、调试仪器、设定工作参数。按仪器规定的顺序开机后，以纯水代替所有试剂，检查整个分析流路的密闭性及液体流动的顺畅性。待基线稳定后（约20min），系统开始进试剂，待基线再次稳定后，进行7.2~7.4。

7.2 校准

7.2.1 标准系列的制备

分别量取适量的硼标准使用液（4.10），用水稀释定容至100mL，制备6个浓度点的标准系列。硼质量浓度分别为：0.000mg/L、0.500mg/L、1.00mg/L、2.00mg/L、5.00mg/L、10.0mg/L。

7.2.2 校准曲线的绘制

量取适量标准系列（7.2.1），分别置于样品杯中，由进样器按程序依次从低浓度到高浓度取样、测定。以测定信号值（峰面积）为纵坐标，对应的硼质量浓度（以B计，mg/L）为横坐标，绘制校准曲线。

7.3 测定

按照与绘制校准曲线相同的条件，量取适量待测样品进行测定，记录信号值（峰面积）。如果浓度高于标准曲线最高点，要对样品进行稀释。

7.4 空白试验

用适量实验用水代替试样，按照7.3步骤进行空白试验。

8 结果计算与表示

8.1 结果计算

样品中的硼浓度值（以B计，mg/L），按照公式（1）进行计算。

$$\rho = \frac{y-a}{b} \times f \quad (1)$$

式中： ρ —水样中硼的质量浓度，mg/L；

y —测定信号值（峰面积）；

a —校准曲线方程的截距；

b —校准曲线方程的斜率；

f —稀释倍数。

8.2 结果表示

当测定结果小于1.00mg/L时，测定结果保留至小数点后三位，测定结果大于或等于1.00mg/L时，测定结果保留三位有效数字。

9 精密度和准确度

9.1 精密度

实验室分别对硼浓度为0.697mg/L、0.902mg/L、1.10mg/L的有证标准物质进行了6次重复测定，相对标准偏差分别为1.9%、1.8%、4.5%。

9.2 准确度

实验室分别对硼浓度为0.697mg/L、0.902mg/L、1.10mg/L的有证标准物质进行了6次重复测定，相对误差分别为-1.6%、-0.5%、-0.6%。

实验室分别对加标浓度为 0.500mg/L、1.00mg/L、2.00mg/L 的 3 种实际样品进行了 6 次重复测定，加标回收率分别为 109.8%、103.7%、102.2%。

10 质量保证和质量控制

10.1 空白试验

每批样品须至少测定 2 个空白样品，空白值不得超出方法检出限。否则应查明原因，重新分析直至合格之后才能测定样品。

10.2 校准有效性检查

每批样品分析均须绘制校准曲线，校准曲线的相关系数 $r \geq 0.995$ 。

每分析 10 个样品需用一个校准曲线的中间浓度溶液进行校准核查，其测定结果的相对偏差应 $\leq 5\%$ ，否则应重新绘制校准曲线。

10.3 全程序空白

每批样品至少测定一个全程序空白，空白值不得超过方法测定下限。否则应查明原因，重新分析直至合格之后才能测定样品。

10.4 精密度控制

每批样品至少测定 10% 的平行双样，样品数量少于 10 个时，应至少测定一个平行双样，两次平行测定结果的相对偏差应 $\leq \pm 20\%$ 。

10.5 准确度控制

每批样品至少测定 10% 的加标样品，样品数量少于 10 个时，应至少测定一个加标样品，加标回收率应在 80%~120%。

必要时，每批样品至少分析一个有证标准物质或实验室自行配制的质控样，有证标准物质测定结果应在其给出的不确定范围内，实验室自行配制的质控样测试结果应控制在 90%~110%。实验室自行配制的质控样应注意与国家有证标准物质比对。

11 废物处理

分析过程中产生的甲亚胺-H 废液，应集中回收，交由有资质的废弃物处理公司处理。

12 注意事项

12.1 因流动注射分析仪流路管径较细，不适用于测定含悬浮物较多或颗粒粒径大于 250 μm 的样品。

12.2 试剂和环境温度影响分析结果，冰箱贮存的试剂应放置至室温 (20 ± 5) $^{\circ}\text{C}$ 后再使用，分析过程中室温波动不能超过 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

12.3 为减少基线噪音，试剂应保持澄清，必要时应过滤，封闭的化学反应系统若有气泡会干扰测定，因此，除标准溶液外的所有溶液须除气，可采用氦气除气 1min 或超声除气 30min。

12.4 每次分析完毕后，用纯水对分析管路进行清洗，并及时将流动检测池中的滤光片取下放入干燥器中，防尘防湿。

12.5 不同型号的流动分析仪可参考本标准选择合适的仪器条件。