

T/NMRJ

内蒙古认证和检验检测协会团体标准

T/NMRJ 033—2025

水质 阴离子表面活性剂的测定 连续流动注射分析-分光光度法

Water Determination of anionic surfactants by continuous flow injection analysis
spectrophotometric method

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2025 – XX – XX 发布

2025 – XX – XX 实施

内蒙古认证和检验检测协会 发 布

目 次

前 言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法原理 1

5 干扰和消除 1

6 试剂和材料 2

7 仪器设备 2

8 样品 3

9 分析步骤 3

10 结果计算与表示 3

11 精密度和准确度 4

12 质量保证和质量控制 4

13 废物处理 5

前 言

本文件按照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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由内蒙古自治区环境监测总站赤峰分站提出。

本文件内蒙古自治区检验检测标准化技术委员会（SAM/TC 61）归口。

本文件起草单位：内蒙古自治区环境监测总站赤峰分站、内蒙古自治区环境监测总站鄂尔多斯分站、赤峰水文水资源分中心、鄂尔多斯市生态环境监测监控中心乌审旗站、通辽水文水资源分中心、宜春市袁州生态环境监测站、鄂尔多斯市生态环境监测监控中心。

本文件主要起草人：郭伟楠、耿桐、邓起发、谷青荣、韩春霞、刘杰、谢文波、马燕、刘昕蕊、额尔登吉木斯、布乃兴、王宇佳、张蒙、阿格、徐敏轩、刘朝晖、钱凤珍、苏尼娜。

水质 阴离子表面活性剂的测定 连续流动注射分析-分光光度法

警告：三氯甲烷属于有毒物质，操作时应按规定要求佩戴防护器具并在通风橱内进行，避免接触皮肤，检测后的残渣废液应做妥善的安全处理

1 范围

本文件规定了采用连续流动注射-分光光度法测定水中阴离子表面活性剂的方法。

本文件适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中阴离子表面活性剂的测定。

当检测光程为 50 mm 时，本标准的方法检出限为 0.020 mg/L，测定范围为 0.080 mg/L~1.00 mg/L。对于浓度高于方法测定上限的样品，可经适当稀释后进行测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6379.2 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 6379.4 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 4 部分：确定标准测量方法正确度的基本方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

阴离子表面活性剂 **volatile phenolic compounds**

指普通合成洗涤剂的活性成分，本方法中是指使用最广泛的直链烷基苯磺酸钠（LAS）。

4 方法原理

样品中的阴离子表面活性剂与阳离子染料亚甲基蓝形成亚甲基蓝活性物质（MBAS），三氯甲烷萃取，有机相于 650 nm 波长处测量吸光度。。

5 干扰和消除

本方法的主要干扰物为有机的磺酸盐、羧酸盐、酚类，以及无机的硫酸盐、亚硫酸盐、硝酸盐、氰酸盐、硫氰酸盐等，这类含有阴离子键的官能团与亚甲基蓝反应生成溶于氯仿的蓝色络合物，产生正干扰，经水溶液反洗未能除去的非表面活性物质引起的正干扰，可用气提萃取法将阴离子表面活性剂从水

相转移到有机相而消除，具体参见 GB 7494。

6 试剂和材料

- 6.1 硫酸： $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.84 \text{ g/ml}$ ，优级纯。
- 6.2 氯仿（ CHCl_3 ）：使用前用超声除气 30 min。
- 6.3 亚甲基蓝（ $\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{ClS} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）。
- 6.4 氢氧化钠（ NaOH ）：优级纯。
- 6.5 四硼酸钠（ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ）：优级纯。
- 6.6 无水乙醇（ CH_3OH ）。
- 6.7 十二烷基苯磺酸钠（ $\text{C}_{18}\text{H}_{29}\text{NaO}_3\text{S}$, LAS）。
- 6.8 硼酸盐溶液。

称取 15.83g 四硼酸钠（6.5）和 3.3g 氢氧化钠（6.4）溶于 800 ml 纯水中，定容至 1000 ml 容量瓶中，溶液稳定使用 1 周。

6.9 亚甲基蓝溶液

称取 0.20 g 亚甲基蓝（6.3）溶于 100 mL 纯水中，定容并混匀超声溶解 10 min，放置 24 小时后使用。必要时用氯仿（6.2）进行洗涤，弃去用过的氯仿并用新的氯仿反复洗涤，直至氯仿层中没有蓝色或者红色为止，然后用玻璃纤维滤纸（ $0.45 \mu\text{m}$ ）过滤洗涤过的试剂。

6.10 碱性亚甲基蓝溶液

将 100 ml 硼酸盐溶液（6.8）与 100 ml 无水乙醇（6.6）混匀，再加入 35 ml 亚甲基蓝溶液（6.9），纯水定容至 1000 ml，震荡 1 h，溶液稳定使用 1 周。

6.11 十二烷基苯磺酸钠标准贮备液： $\rho = 100 \text{ mg/L}$ （以 LAS 计）。

使用市售的有证标准溶液或称取 0.100 g 十二烷基苯磺酸钠（6.7），准确至 0.001 g，溶于 50 ml 水中，然后移至 100 ml 容量瓶中，加水至标线，缓慢混匀。于 4°C 下保存，可保存 2 周。

6.12 十二烷基苯磺酸钠标准使用液： $\rho = 10.00 \text{ mg/L}$ （以 LAS 计）。

量取十二烷基苯磺酸钠标准贮备液（6.11）10.00 ml 至 100 ml 容量瓶中，加水至标线，缓慢混匀。当天配制。

6.13 甲醛 V/V（ HCHO ）：40%，分析纯。

7 仪器设备

- 7.1 一般实验室常用仪器和设备，分析时应使用符合国家 A 级标准玻璃量器。有另行规定的除外。
- 7.2 连续流动分析仪：自动进样器，整流单元，化学反应模块，检测单元，数据处理单元。监测单元配 10 mm～50 mm 比色池，配备 660 nm 滤光片。
- 7.3 pH 计：精度为 0.01。
- 7.4 天平：精度为 0.0001 g。

7.5 超声波清洗仪：超声频率 40 kHz，超声功率 500 W。

8 样品

测定阴离子表面活性剂的样品采集后应在24 h内进行测定。当保存时间超过24 h，则应加入水样体积1%的40%甲醛溶液（6.13），此方法可保存1周。

9 分析步骤

9.1 仪器的调试与校准

按照仪器说明书安装分析系统、调试仪器及设定工作参数。按仪器规定的顺序开机后，以实验用水代替所有试剂，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20 min），系统开始泵入试剂，待基线再次稳定后，按9.2~9.4进行操作。

9.2 校准

9.2.1 标准系列的制备

于一组容量瓶中分别量取适量的十二烷基苯磺酸钠标准使用液（6.12），用水稀释至标线并混匀，制备6个浓度点的标准系列，阴离子表面活性剂的质量浓度（以LAS计）分别为：0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L。

9.2.2 校准曲线的绘制

量取适量标准系列溶液（9.2.1）分别置于样品杯中，由进样器依次从低浓度到高浓度取样分析，得到不同浓度阴离子表面活性剂的信号值（峰高）。以信号值（峰高）为纵坐标，对应的阴离子表面活性剂质量浓度（以苯酚计，mg/L）为横坐标，绘制校准曲线。

9.3 试样的测定

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

9.4 空白实验。

用 10 ml 水代替样品，按照与样品分析相同步骤进行测定，记录信号值（峰高）。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

样品中阴离子表面活性剂的浓度按照公式（1）进行计算：

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

式中：

ρ ——样品中阴离子表面活性剂的质量浓度，mg/L；

y ——测定信号值（峰高）；

a ——校准曲线方法的截距；

b ——校准曲线方法的斜率；

f ——试样稀释倍数。

10.2 结果表示

当测定结果小于 1.00 mg/L 时，保留小数点后三位，测定结果大于等于 1.00 mg/L 时，保留三位有效数字。

11 精密度和准确度

11.1 精密度

4 家实验室对阴离子表面活性剂质量浓度为 0.10 mg/L、1.00 mg/L、1.80 mg/L 的统一样品进行了测定，实验室内相对标准偏差分别为 2.86%~8.53%、0.13%~1.70%、0.47%~2.22%；实验室间相对标准偏差为 23.49%、2.43%、2.07%；重复性限为 0.008 mg/L、0.034 mg/L、0.066 mg/L；再现性限为：0.29 mg/L、4.467 mg/L、8.033 mg/L。

11.2 准确度

4 家实验室对浓度为 (2.50 ± 0.13) mg/L、 (0.468 ± 0.037) μ g/L、 (3.20 ± 0.21) mg/L 的 3 种有证标准物质进行了测定，相对误差分别为：0.19%~3.53%、-1.91%~3.86%、0.42%~2.29%，相对误差最终值分别为： $1.43 \pm 2.86\%$ 、 $2.73 \pm 1.65\%$ 、 $1.06 \pm 1.68\%$ 。

4 家实验室对地下水、地表水、生活污水、生产废水进行了加标分析测定，加标回收率分别为 77.5%~123.7%、78.0%~111.5%、83.9%~111.3%、87.0%~114.1%。

12 质量保证和质量控制

12.1 空白检查

每批样品须至少测定 2 个实验室空白，空白值不得超过方法检出限。否则应查明原因，重新分析直至合格之后才能测定样品。

12.2 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 $r \geq 0.999$ 。

每分析 10 个样品需用一个校准曲线的中间浓度校准溶液进行校准核查，其测定结果与最近一次校准曲线该点浓度的相对偏差应 $\leq \pm 10\%$ ，否则应重新绘制校准曲线。

12.3 全程序空白

每批样品至少测定 1 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。

12.4 精密度控制

每批样品应至少测定 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 $\leq \pm 25\%$ 。

12.5 准确度控制

每批样品应至少测定 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 75%~120% 之间。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的比对。

13 废物处理

分析过程中产生的废液应集中回收，交有资质的废弃物专业处理公司处理。
