

HJ

国家环境保护总局标准

HJ/T 58—2000

水质 铍的测定 铬菁 R 分光光度法

Water quality—Determination of beryllium—Spectrophotometric
method with erichrome cyanine R

2000-12-07 发布

2001-03-01 实施

国家环境保护总局 发布

前 言

为配合《污水综合排放标准》(GB 8978—1996)的实施,制订本标准。

本标准为首次制订。

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准由国家环境保护总局负责解释。

国家环境保护总局标准

水质 铍的测定 铬菁 R 分光光度法

HJ/T 58—2000

Water quality—Determination of beryllium—Spectrophotometric
method with erichrome cyanine R

1 范围

本标准规定了测定铍的铬菁 R 分光光度法。

本标准适用于地表水和污水中铍的分析。

本标准的检出限为 $0.2 \mu\text{g/L}$ ；在本标准规定的条件下，测定范围为 $0.7 \sim 40.0 \mu\text{g/L}$ 。下述阳离子和阴离子对本方法有不同程度的干扰。在 10 ml 体积中，其允许存在的量 (mg) 分别为： Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Cd^{2+} 各 1.5， Fe^{3+} 、 Ni^{2+} 各 1.0， Cu^{2+} 、 Zn^{2+} 各 0.8， Pb^{2+} 、 Al^{3+} 各 0.4， Ti^{4+} 0.3， NO_3^- 、 SO_4^{2-} 各 2.5， PO_4^{3-} 0.45。

2 原理

在 pH 为 5 的缓冲介质中，铍离子与铬菁 R (Erichrome Cyanine R, $\text{C}_{23}\text{H}_{15}\text{O}_9\text{S Na}_3$ 简称 ECR)，氯代十六烷基吡啶 (CPC) 生成稳定的紫色胶束络合物。络合物的最大吸收波长为 582 nm 。在一定浓度范围内，吸光度与铍的浓度成正比。

3 试剂

除另有说明外，测定时均使用符合国家标准和分析纯试剂和去离子水。

3.1 盐酸 (HCl)， $\rho=1.18 \text{ g/ml}$ ，优级纯。

3.1.1 盐酸溶液 (1+9)：

取 10 ml 盐酸 (3.1) 用水稀至 100 ml 。

3.2 氨水 ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)， $\rho=0.90 \text{ g/ml}$ 。

3.2.1 氨水溶液 (1+1)：

取 25 ml 氨水 (3.2) 用水稀至 50 ml 。

3.3 铬菁 R 溶液， 1 g/L ：溶解 0.1 g 铬菁 R 于 100 ml 水中。临用前现配。

3.4 乙二胺四乙酸二钠 ($\text{Na}_2\text{-EDTA}$)。

3.5 三乙醇胺， $\rho=1.12 \sim 1.13 \text{ g/ml}$ 。

3.6 $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ -三乙醇胺 (简称 EDTA-TEA) 溶液：称取 10 g $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ (3.4) 溶于 80 ml 水中，加热溶解，冷却后加入 6 ml 三乙醇胺 (3.5)，用水稀至 100 ml 。

3.7 氯代十六烷基吡啶 (简称 CPC) 溶液， 2.5 g/L ：称取 0.25 g 氯代十六烷基吡啶溶于 100 ml 水中。

3.8 六次甲基四胺 (简称 HMT) 缓冲溶液， $\text{pH}=5$ ：称取 14 g 六次甲基四胺溶于 100 ml 水中，加入 7 ml 盐酸 (3.1) 混匀，48 小时后逐滴加入盐酸 (3.1) 调 pH 至 5.0 (用酸度计校准)。

3.9 对硝基酚溶液， 2 g/L ：称取 0.1 g 对硝基酚钠溶于 50 ml 水中。

3.10 铍标准贮备液, 0.100 mg/ml: 准确称取 0.1966 g 四水合硫酸铍 ($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), 溶于含有 1 ml 盐酸 (3.1) 的适量水中, 移入 100 ml 容量瓶, 以水稀至标线, 摇匀。

3.11 铍标准使用液, 0.10 $\mu\text{g}/\text{ml}$: 临用前, 将铍标准贮备液 (3.10) 以水逐级稀释成每毫升含铍 0.10 μg 的标准使用液。

3.12 酒石酸钾钠溶液, 100 g/L: 称取 10 g 酒石酸钾钠溶于 100 ml 水中。

3.13 硫酸 (H_2SO_4), $\rho=1.84 \text{ g}/\text{ml}$ 。

4 仪器

实验室常用仪器、酸度计和分光光度计。

所使用的玻璃器皿, 在用前先用盐酸溶液 (3.1.1) 浸泡 24 h, 再用水仔细清洗。

5 样品采集

5.1 采样所用聚乙烯瓶先用洗涤剂洗净, 再用盐酸溶液 (3.1.1) 浸泡 24 h, 然后用水清洗干净。

5.2 样品采集后, 如不能立即分析, 需用盐酸 (3.1) 将水样酸化至 pH1~2。

6 分析步骤

6.1 试样

取适量样品 (含铍量不超过 0.4 μg), 置于 10 ml 比色管中并用水稀至约 5 ml。

6.2 空白试验

用与试样相同体积的水代替试样, 试验步骤与试样测定步骤相同。

6.3 干扰的消除

不含干扰物的水样, 可用氨水 (3.2) 或稀盐酸 (3.1.1) 调至弱酸性或中性后测定。在 EDTA-TEA 存在下, 一般金属和非金属离子的干扰均可被消除。当样品中有 F^- 和 PO_4^{3-} 存在时, 产生负干扰。当 F^- 大于 Be^{2+} 含量的 6 倍, PO_4^{3-} 大于 Be^{2+} 含量的 1 500 倍时产生较严重干扰。

PO_4^{3-} 干扰的消除: 显色前, 在试样中加入酒石酸钾钠溶液 (3.12) 0.5 ml, 可消除 3 mg PO_4^{3-} 对 0.3 μg 铍的测定干扰。

F^- 干扰的消除: 显色前, 先将试样置于 50 ml 小烧杯内, 在试样中加入 2 ml 浓硫酸 (3.13) 加热蒸干, 加少许水溶解残渣, 然后小心洗入 10 ml 比色管中 (溶液体积不宜超过 5 ml), 可消除 0.5 mg F^- 对 0.3 μg 铍的测定干扰。

6.4 测定

6.4.1 显色

向试样中加入 EDTA-TEA 溶液 (3.6) 0.5 ml, 对硝基酚溶液 (3.9) 1 滴, 摇匀。逐滴加入盐酸溶液 (3.1.1) (边滴加边振摇) 至溶液由黄色刚好变为无色, 再加入铬菁 R 溶液 (3.3) 0.5 ml, HMT 溶液 (3.8) 2 ml, CPC 溶液 (3.7) 0.5 ml, 用水稀至标线, 摇匀。放置 20 min, 备测。

6.4.2 测量

用 20 mm 比色皿, 于波长 582 nm 处, 以空白试验溶液 (6.2) 为参比测定吸光度。

从校准曲线 (6.5.2) 上查出试样中的含铍量或用回归方程进行计算。

6.5 校准

6.5.1 显色与测定

于 9 个 10 ml 比色管中, 分别加入铍标准使用液 (3.11) 0.0, 0.10, 0.20, 0.30, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 ml, 用少量水冲洗管壁。以下按 6.4.1 和 6.4.2 所述步骤进行显色, 以零浓度溶液为参比测定吸光度。

6.5.2 校准曲线的绘制

以测得的吸光度为纵坐标，对应的铍含量为横坐标，绘制校准曲线，并进行相应的回归计算。

7 结果的表示

7.1 计算公式：

$$c = \frac{m \times 1\,000}{V}$$

式中： m ——由校准曲线查得的铍量， μg ；

V ——试料体积 ml ；

c ——水样含铍浓度 $\mu\text{g/L}$ 。

7.2 用回归方程计算水样含铍浓度，以 $\mu\text{g/L}$ 表示。

8 精密度和准确度

六个实验室分析含铍为 $9.58 \pm 1.05 \mu\text{g/L}$ 和 $19.20 \pm 1.57 \mu\text{g/L}$ 两个浓度水平的统一样品，经数理统计，测定平均值分别为 9.62 和 19.13；室内相对标准偏差（重复性相对标准偏差）为 3.3%、2.5%；室间相对标准偏差（再现性相对标准偏差）为 5.7%、3.4%；相对误差分别为 +0.42% 和 -0.35%；加标回收率均值分别为 99.7% 和 96.6%。

本标准同样适用于含铍为 $0 \sim 33.7 \mu\text{g/L}$ 的地表水、实际污水样品的分析，其相对标准偏差为 2.2%~3.0%；加标回收率在 91.3%~106% 之间。

9 注意事项

9.1 HMT 缓冲溶液放置一段时间易产生游离氨，需重新调节 pH 后再使用。

9.2 铍化合物为剧毒物质，操作时应小心。