

水质检测项目空白值及校准曲线 a 、 b 值参考表

袁敏, 崔桂贤

(天津市环境监测中心, 天津 300191)

摘要:在收集天津地区 20 个环境监测部门大量质控合格数据基础上, 经数理统计处理, 编制出水质检测的空白值及校准曲线 a 、 b 值参考表。此表对判断 16 种水质检测项目的空白试验和校准曲线是否合格具有一定的参考价值。

关键词:空白值; 校准曲线; 参考表

中图分类号: X831 **文献标识码:** C **文章编号:** 1006 - 2009(2008)06 - 0069 - 02

1 参考表的编制

在《环境监测机构计量认证和创建优质实验室指南》^[1]中给出了几种水质检测项目的空白值及校准曲线 a 、 b 值的范围, 对于监测人员和管理人员具有一定的参考价值。但由于其涉及到的检测项目较少, 且各值的给出范围比较宽, 为了使空白值和标准曲线 a 、 b 值发挥更加实用的指导作用, 便于实验室检测人员准确快捷地判据制作的校准曲线是否合格, 鉴于 SO_2 用《甲醛吸收 - 副玫瑰苯胺分光光度法》(GB/T 15262 - 1994)、 NO_x 用

《盐酸萘乙二胺比色法》(GB/T 8969 - 1988)、氨用《靛酚蓝分光光度法》(GB/T 18204.25 - 2000)等国家标准检测方法, 分别对空白值及校准曲线的 a 、 b 值都给予规定为依据^[2-6], 在收集几年来天津地区 20 个环境监测中心(站)大量质控合格数据的基础上, 对 16 种水质分光光度法检测项目的测试空白值及校准曲线 a 、 b 值, 经数理统计处理, 编制出《水质监测项目测试空白值及标准曲线 a 、 b 值参考表》(简称《参考表》), 见表 1。

表 1 水质监测项目测试空白值及标准曲线 a 、 b 值参考表

检测项目	分析方法	比色皿 l/mm	参比 液	空白 (吸光度值)	b 值	a 值
亚硝酸盐氮	《N - (1 - 萘基)乙二胺分光光度法》(GB 7493 - 1987)	10	纯水	<0.008	0.066 8 ± 0.003 3	<0.002 9
硝酸盐氮	《紫外分光光度法》(HJ/T 346 - 2007) (试行)	10	纯水	—	0.244 ± 0.012	<0.009 4
	《酚二磺酸分光光度法》(GB 7480 - 1987)	10	纯水	<0.009	0.082 8 ± 0.003 0	<0.011
氨氮	《纳氏试剂分光光度法》(GB 7479 - 1987)	20	纯水	<0.030	0.073 6 ± 0.003 7	<0.013 5
总氮	《碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法》(GB 11894 - 1989)	10	纯水	<0.054	0.107 ± 0.001 5	<0.007 8
挥发酚	《4 - 氨基安替比林分光光度萃取法》(GB/T 7491 - 1987)	20	氯仿	<0.05	0.043 1 ± 0.017	<0.002 8
	《4 - 氨基安替比林分光光度直接法》(GB 7491 - 1987)	20	纯水	<0.006	0.054 2 ± 0.002 5	<0.002 3
六价铬	《二苯碳酰二肼分光光度法》(GB 7467 - 1987)	30	纯水	<0.006	0.047 0 ± 0.002 4	<0.002 6
总铬	《二苯碳酰二肼分光光度法》(GB 7466 - 1987)	30	纯水	<0.008	0.047 1 ± 0.000 8	<0.003 0
氰化物	《异烟酸 - 吡唑啉酮分光光度法》(GB 7486 - 1987)	10	纯水	<0.007	0.147 ± 0.006	<0.006 4
总磷	《钼钼铵分光光度法》(GB 11893 - 1989)	10	纯水	<0.007	0.020 4 ± 0.000 3	<0.003 8
磷酸盐	钼锑钨分光光度法《水和废水监测分析方法》(第四版)	30	纯水	<0.003	0.062 4 ± 0.002 6	<0.011
砷	《二乙氨基二硫代甲酸银分光光度法》(GB 7485 - 1987)	10	纯水	<0.045	0.031 9 ± 0.001 6	<0.003 8
铁	《邻菲罗啉分光光度法》(HJ/T 345 - 2007)	20	纯水	<0.045	0.079 6 ± 0.004 1	<0.001 4
苯胺	《N - (1 - 萘基)乙二胺偶氮分光光度法》(GB 11889 - 1989)	10	纯水	<0.009	0.416 ± 0.021	<0.001 1
总硝基化合物	《锌粉还原 - 分光光度法》(GB 4918 - 1985)	10	纯水	<0.009	0.307 ± 0.015	<0.006 14
阴离子表面活性剂	《亚甲蓝分光光度法》(GB 7494 - 1987)	10	氯仿	<0.01	0.039 4 ± 0.001 3	<0.005 0
硫化物	《亚甲基蓝分光光度法》(GB 16489 - 1996)	10	纯水	<0.02	0.097 1 ± 0.003 7	<0.004 7

收稿日期: 2008 - 07 - 20; 修订日期: 2008 - 09 - 22

作者简介: 袁敏(1955—)女, 浙江上虞人, 高级工程师, 学士, 从事环境监测质量管理工作。

2 《参考表》的用途

(1)《参考表》对监测人员和质量管理员判断水质测试过程中空白试验和校准曲线是否合格,具有直接、实用的参考价值。如果斜率、截距和空白值达不到要求,首先应着重检查标准溶液浓度的准确性、显色温度与时间、试剂纯度与批号、环境温度等影响实验的因素及关键技术环节。例如用异烟酸-吡啶啉酮分光光度法测总氯时,查《参考表》,其标准曲线的 b 值应在 0.147 左右。如果 b 值明显偏低,说明试验存在一定的问题。分析原因大致为:反应溶液的 pH 值 (6.8~7.5) 控制得不好。

氯胺 T 保存不当,受潮分解,有效氯的质量分数 (11%) 减少,导致灵敏度下降。氰化物标准溶液的稳定性问题。用钠氏试剂分光光度法测定氨氮,若钠氏试剂配制不当,放置时间过长,会影响显色的灵敏度,使 b 值偏低。

用 4-氨基安替比林 (4-AAP) 萃取分光光度法测酚时,若空白的吸光度值大于 0.06, 首先应考虑 4-AAP 是否有问题,其易吸潮结块并受氧化,对空白值影响较大。另外显色剂的浓度对校准曲线的 b 值也有影响,若 b 值偏低,说明显色剂溶液的浓度小,应该重新配置。

(2)对于新岗检测人员,由于实际操作经验少,在日常检测工作中使用《参考表》,可以做到心中有数,避免走弯路。

(3)《参考表》在天津地区已广泛使用,效果明显,为环境监测和相关检测部门 QA/QC 工作的量化管理提供了便利。

[参考文献]

- [1] 吴淑岱. 环境监测机构计量认证和创建优质实验室指南 [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1994.
- [2] 国家环境保护局. GB/T 15262-94 环境空气二氧化硫的测定甲醛吸收-副玫瑰苯胺分光光度法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1994.
- [3] 国家环境保护局. GB 8969-88 空气质量氮氧化物的测定盐酸萘乙二胺比色法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1988.
- [4] 中华人民共和国卫生部. GB/T 18204.25-2000 公共场所卫生标准检验方法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2001.
- [5] 中华人民共和国卫生部. GB/T 18204.1~18204.30-2000 公共场所空气中氨测定方法 靛酚蓝分光光度法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2001.
- [6] 金筱青. 标准曲线与工作曲线在不同分析方法中的使用 [J]. 环境监测管理与技术, 2005, 17(4): 45.

本栏目责任编辑 李文峻 薛光璞

(上接第 25 页)

[参考文献]

- [1] 严光生, 谢学锦. “化学定时炸弹”与可持续发展 [J]. 中国地质, 2001, 28(1): 13-18.
- [2] 张丰松, 阎国兴, 何岩, 等. 松花江冰封期江水和沉积物中汞形态研究 [J]. 湿地科学, 2007, 5(1): 58-63.
- [3] 鲁洪娟, 倪吾钟, 叶正钱, 等. 土壤中汞的存在形态及过量汞对生物的不良影响 [J]. 土壤通报, 2007, 38(3): 597-600.
- [4] 白薇扬, 冯新斌, 孙力, 等. 贵阳市阿哈湖水体和沉积物间隙水中汞的含量和形态分布初步研究 [J]. 环境科学学报, 2006, 26(1): 91-98.
- [5] CONAWAY C H, SQUIRE S, MASON R P, et al. Mercury speciation in the San Francisco Bay estuary [J]. Marine Chemistry, 2003, 80: 199-225.
- [6] RAM A, ROKADEM A, BOROLED V, et al. Mercury in sediments of Ullas estuary [J]. Marine Pollution Bulletin, 2003, 46: 846-857.
- [7] 丁振华, 王文华, 刘彩娥, 等. 黄浦江江水和沉积物中汞的分布和形态特征 [J]. 环境科学, 2005, 26(5): 62-66.
- [8] 庄敏, 贾洪武, 王文华, 等. 北京密云水库沉积物中汞的存

在形式研究 [J]. 环境保护科学, 2005, 31(5): 23-25.

- [9] 黄廷林. 河流沉积物中重金属释放规律的研究 [D]. 西安: 西安理工大学, 1994.
- [10] 李然, 李嘉, 赵文谦, 等. 水环境重金属污染研究概述 [J]. 四川环境, 1997, 16(1): 18-22.
- [11] DAV DSON C M, THOMAS R P, MCVEY S E, et al. Evaluation of a sequential extraction procedure for the speciation of heavy metals in sediments [J]. Analytica Chimica Acta, 1994, 291: 277-286.
- [12] WHITNEY P R. Relationship of manganese-iron oxides and associated heavy metal to grain size in stream sediments [J]. Geochim Explor, 1975, 4: 251-263.
- [13] MARTINC D, KWOKAL Z, BRANICA M. The distribution of zinc, lead, cadmium and copper between different size fractions of sediments I The Limski Kanal (north Adriatic sea) [J]. Sci Total Environ, 1990, 95: 201-215.
- [14] 李恩临. 鳌江水污染特征及防治对策 [J]. 环境监测管理与技术, 2004, 16(4): 24-25.
- [15] 孙栋, 段登选, 王志忠, 等. 东平湖水水质监测与评价 [J]. 淡水渔业, 2006, 36(4): 13-16.

本栏目责任编辑 李文峻 薛光璞