

ICS 71.040.01

N 53

备案号: 41799-2014

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 2005—2014

水质快速分析仪

Rapid analyzer for water quality

2014 - 02 - 28 发布

2014 - 04 - 30 实施

吉林省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由吉林省计量科学研究院提出。

本标准由吉林省质量技术监督局归口。

本标准起草单位：吉林省计量科学研究院、长春吉大·小天鹅仪器有限公司、吉林大学。

本标准主要起草人：安卫东、高德江、许亚力、迟珩、马继伟、杜艳辉、戴丰、赵春艳、任晓宇、于爱民。

水质快速分析仪

1 范围

本标准规定了水质快速分析仪的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存。

本标准适用于以固体发光器件为光源，配套使用干粉及液体试剂盒（包），采用比色法对水样进行现场快速定量测定的水质快速分析仪（以下简称“速测仪”）。

2 规范性引用文件

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

GB/T 191-2008 包装储运图示标志

GB/T 2829-2002 周期检验计数抽样程序及表（适用于对过程稳定性的检验）

GB 4793.1-2007 测量、控制和试验室用电气设备的安全要求 第1部分：通用要求

GB/T 11606-2007 分析仪器环境试验方法

GB/T 13384-2008 机电产品包装通用技术条件

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

试剂盒（包） reagent kit

与速测仪主机配套使用，用于水样检测所必需的试剂。

3.2

样品前处理装置 sample pretreatment device

与速测仪配套使用的用于样品浓缩、过滤净化等处理的辅助设备。

3.3

水质快速分析仪 water quality rapid analyzer

由样品前处理装置、速测仪主机、操作程序（软件）和试剂盒（包）构成，用于水中被检测项目现场定量检测的仪器。

4 技术要求

4.1 正常工作条件

除非另有规定，速测仪正常工作条件应满足下列要求：

- a) 供电电源：
 - 1) 交流供电：电压 $220\text{ V}\pm 22\text{ V}$ ，频率 $50\text{ Hz}\pm 1\text{ Hz}$ ；
 - 2) 直流供电：应符合制造商规定的条件；
- b) 环境温度： $5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 相对湿度： $10\%\sim 85\%$ 。

4.2 速测仪波长示值误差

速测仪波长示值误差 $\pm 12\text{ nm}$ ，

4.3 速测仪波长重复性

速测仪波长重复性 $\leq 2\text{ nm}$ 。

4.4 速测仪稳定性

30 min内，蒸馏水吸光度值的变化 $\leq 0.010\text{ Abs}$ 。

4.5 速测仪线性

速测仪线性相关系数 ≥ 0.990 。

4.6 速测仪示值误差

速测仪示值误差应符合表1要求。

表1 示值误差要求

序号	项目	示值误差 mg/L	示值误差 mg/L
1	余氯/总氯	0.50 ± 0.05	2.00 ± 0.20
2	二氧化氯	0.50 ± 0.05	2.00 ± 0.20
3	臭氧	0.10 ± 0.01	2.00 ± 0.25
4	甲醛	0.20 ± 0.02	1.00 ± 0.10
5	氨氮	0.50 ± 0.05	1.00 ± 0.10
6	锰	0.10 ± 0.01	1.00 ± 0.10
7	铜	0.30 ± 0.05	1.00 ± 0.10
8	铁	0.50 ± 0.10	1.00 ± 0.10
9	六价铬	0.10 ± 0.01	0.50 ± 0.08
10	挥发酚	0.50 ± 0.08	1.00 ± 0.10
11	氟化物	0.50 ± 0.10	1.00 ± 0.20
12	磷酸盐	0.30 ± 0.05	0.50 ± 0.05
13	亚硝酸盐氮	0.10 ± 0.01	0.20 ± 0.02
14	硝酸盐氮	10.0 ± 1.0	20.0 ± 2.0
15	硫酸盐	100.0 ± 10.0	250.0 ± 25.0
16	铝	0.10 ± 0.01	0.30 ± 0.03
17	铍	0.010 ± 0.001	0.050 ± 0.005

4.7 速测仪重复性

速测仪重复性应 \leq 10%

表2 重复性试验浓度点

序号	项目	浓度 mg/L	序号	项目	浓度 mg/L
1	余氯/总氯	1.00	10	挥发酚	2.50
2	二氧化氯	1.50	11	氟化物	1.00
3	臭氧	0.30	12	磷酸盐	0.50
4	甲醛	1.00	13	亚硝酸盐氮	0.20
5	氨氮	2.00	14	硝酸盐氮	20.0
6	锰	2.50	15	硫酸盐	200.0
7	铜	1.00	16	铝	0.30
8	铁	1.50	17	铍	0.050
9	六价铬	0.50		——	——

4.8 电气安全

4.8.1 接触电流

由交流电网供电的仪器，其接触电流应符合GB 4793.1-2007中6.3的有关规定。

4.8.2 保护连接

由交流电网供电的仪器，其保护接地应符合GB 4793.1-2007中6.5.1的有关规定。

4.8.3 介电强度

由交流电网供电的仪器，在正常工作条件下，应能承受1500 V交流有效值连续1 min的电压试验，不应出现飞弧或击穿现象。

4.9 运输、运输贮存

速测仪在运输包装状态下，应按 GB/T 11606-2007 的2.4试验项目中的交变湿热试验、低温贮存试验、高温贮存试验、跌落试验和碰撞试验进行试验，其中高温55℃、低温-20℃，交变湿热(相对湿度95%，温度40℃)，跌落高度250 mm，试验后包装箱不应有较大的变形和损伤，受试速测仪不应有变形松脱涂覆层剥落等机械损伤。全部试验完成后，将速测仪置于正常工作条件下进行检验，应符合4.2~4.5的要求。

4.10 外观

速测仪主机外观应符合下列要求：

- a) 面板上的标识文字符号标识清晰；
- b) 刚性连接部件不应松动；
- c) 可动部件应使用顺畅；
- d) 开关及按键应正常工作；

- d) 比色皿（瓶）应透明，无影响光吸收的划痕，比色皿（瓶）盖与比色皿（瓶）之间应无泄漏现象，比色皿（瓶）锁定部件应灵活、稳定。

5 试验方法

5.1 试验条件

试验条件应符合下列规定：

- a) 应符合 4.1 规定的正常工作条件；
- b) 试验用标准物质应采用国家有证标准物质；
- c) 试验用试剂盒（包）、玻璃器皿、样品前处理装置应采用速测仪随机配带的或制造商推荐的配套装置。
- d) 光纤光谱仪：波长最大允许误差±1.0 nm，并配有专用的光源接收装置。

5.2 速测仪波长示值误差和重复性

采用固体发光器件的速测仪，将光纤光谱仪的专用光源接收装置放于比色池光路中，对测量项目工作波长进行测量，连续测量3次，按公式（1）计算速测仪波长示值误差，按公式（2）计算速测仪波长重复性。

$$\Delta\lambda = \lambda - \bar{\lambda} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\Delta\lambda$ ——速测仪波长示值误差，nm；

$\bar{\lambda}$ ——3次测量平均值，nm；

λ ——固体发光器件标称波长值，nm。

$$\delta_{\lambda} = \lambda_{\max} - \lambda_{\min} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

δ_{λ} ——速测仪波长重复性，nm；

λ_{\max} ——3次测量波长的最大值，nm；

λ_{\min} ——3次测量波长的最小值，nm。

5.3 速测仪稳定性

在测量波长处，用蒸馏水对速测仪进行调零，在30 min内每5 min测定1次吸光度值，取变化的最大值。

5.4 速测仪线性

使用速测仪及其配套试剂盒，按照仪器说明书，参照附录A对不同检测项目的各标准溶液进行测定，每个浓度点平行测量3次，取其测定值的算术平均值，按照线性回归法计算速测仪的线性相关系数。

5.5 速测仪示值误差和重复性

使用速测仪及其配套试剂盒，针对不同型号速测仪及不同检测项目，按照仪器说明书，分别对表1所示各检测项目对应浓度的标准物质进行测定，分别重复测定3次，计算测定结果的平均值，按公式(3)计算速测仪示值误差。

$$\delta = \bar{c} - c_s \dots\dots\dots (3)$$

式中：

δ ——速测仪示值误差，mg/L；

\bar{c} ——标准物质测定结果的算术平均值，mg/L；

c_s ——标准物质的标准值，mg/L。

分别对表2所示各检测项目对应浓度的标准物质进行测定，分别重复测定11次，按公式(4)计算相对标准偏差，即为速测仪重复性。

$$RSD = \frac{1}{\bar{c}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}{n - 1}} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

RSD ——速测仪的重复性；

c_i ——第*i*次的测定结果；

\bar{c} ——测定结果的算术平均值；

n ——测定次数。

5.6 电气安全

5.6.1 接触电流

5.6.1.1 豁免条件

在正常工作条件下，交流电压有效值不超过30 V，或直流电压不超过60 V可以不进行该项试验。

5.6.1.2 试验方法

应按GB 4793.1-2007中6.3的有关规定进行试验。

5.6.2 保护连接

应按GB 4793.1-2007中6.5.1的有关规定进行试验。

5.6.3 介电强度

5.6.3.1 试验工具

耐电压测试仪。

耐电压测试仪产生的试验电压应为正弦波形，其失真系数不大于5%，频率为50 Hz±2.5 Hz。

5.6.3.2 试验程序

仪器的电源插头不接入电网，电源开关置于接通位置，将耐电压测试仪的输出电流置于适当档位，耐电压测试仪的高压输出一端接在电源插头的相线和中线连线上，另一端接在连接一起的所有可触及导电零部件之间，在2 s内试验电压从0 V开始逐渐上升到1500 V，并保持1 min，然后平稳下降到0 V。

5.7 运输、运输贮存

应按 GB/T 11606-2007中第8章、第15章、第16章、第17章和第18章的方法进行试验。

5.8 外观

采用目视法检查。

6 检验规则

6.1 检验分类

检验分为：

- a) 出厂检验；
- b) 型式检验。

6.2 出厂检验

6.2.1 每台仪器须经检验部门检验合格后方可出厂，并附有产品合格证书。

6.2.2 出厂检验项目：4.2、4.3、4.4、4.5和4.8。

6.2.3 若入库超过12个月再出厂，则应重新进行出厂检验。

6.3 型式检验

6.3.1 在下列情况之一时，进行型式检验：

- a) 仪器设计定型或生产定型时；
- b) 仪器转厂或转移生产地时；
- c) 仪器正式生产后，结构、材料、工艺有较大改变，可能影响仪器性能时；
- d) 仪器长期停产，恢复生产时；
- e) 仪器正常生产时，定期或积累一定产量后，应周期进行一次检验，一般为三年；
- f) 国家各级质量监督检验要求时；
- g) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时。

6.3.2 型式检验的样本应从出厂检验合格的批次中随机抽取，检验的样本量一般不少于三台。

6.3.3 型式检验应按 GB/T 2829-2002 的规定进行，采取一次抽样方案。仪器的检验项目、不合格分类、不合格质量水平(RQL)、判别水平(DL)按表3规定进行。批质量以每百单位仪器不合格数表示。

表3 型式检验

序号	不合格分类	检验项目及章条			不合格质量水平 (RQL)	判别水平 (DL)	抽样方案	
		项目	要求章条	试验方法章条			样品量 (n)	判定数组 (A _c , R _c)
1	A	波长示值误差和重复性	4.2	5.2	30	I	3	(0, 1)
2		稳定性	4.3	5.3				
3		线性	4.4	5.4				
4		速测仪示值误差和重复性	4.5	5.5				
5		电气安全	4.6	5.6				
6	B	运输、运输贮存	4.7	5.7	65			(1, 2)
7	C	外观	4.8	5.8	100			(2, 3)

7 标志、包装、运输及贮存

7.1 标志

7.1.1 速测仪标志

速测仪在适当的明显位置固定铭牌，其上应有如下的标志：

- 制造厂名称；
- 速测仪型号、名称；
- 商标；
- 出厂编号；
- 制造日期；
- 制造计量器具许可证标志和编号。

7.1.2 包装标志

包装标志包括：

- 制造厂名称和地址；
- 速测仪型号、名称、规格；
- 商标；
- 制造计量器具许可证标志和编号；
- 包装储运图示标志：“易碎物品”、“向上”、“怕雨”等应符合 GB/T 191-2008 规定。

7.2 包装

7.2.1 仪器包装应符合 GB/T 13384-2008 中防潮、防震包装规定。

7.2.2 仪器装箱应有下列文件：

- 装箱单；
- 产品合格证；
- 使用说明书。

7.3 运输

速测仪在包装完整的情况下，可用一般交通工具运输。运输过程中应按印刷的运输标志的要求进行运输作业，防止雨淋、翻倒及强烈冲击。

7.4 贮存

速测仪应放在通风、干燥、不含腐蚀性气体，且环境温度为0℃~40℃，相对湿度不大于85%的室内。

附 录 A
(资料性附录)

标准储备溶液的配制、标定及工作曲线的绘制

A.1 余氯/总氯

A.1.1 余氯/总氯标准储备液 [$c(\text{Cl}_2)=1000 \text{ mg/L}$]

称取1.006 g碘酸钾 (KIO_3 , 经120 °C~140 °C烘干2 h), 加入到1000 mL容量瓶中, 用水溶解并定容至1000 mL刻度线处。

A.1.2 余氯/总氯标准使用液 [$c(\text{Cl}_2)=10 \text{ mg/L}$]

向100 mL容量瓶中准确加入1.00 mL余氯标准储备溶液 [$c(\text{Cl}_2)=1000 \text{ mg/L}$], 再加入20 mL水、1 g碘化钾和2滴20%的硫酸溶液, 摇匀静置2 min后, 用水定容到100 mL刻度线, 摇匀。

A.1.3 余氯/总氯工作曲线

用余氯/总氯标准使用溶液 [$c(\text{Cl}_2)=10 \text{ mg/L}$] 配制各标准系列溶液, 移液体积及标准浓度参照表A.1, 移取各标准点至10 mL比色瓶中, 加水稀释至10 mL, 加试剂(一) 1 mL、试剂(二) 约100 mg摇匀, 静置3分钟后, 以蒸馏水为空白, 测定各溶液吸光度值, 以标准溶液浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A.1 余氯/总氯系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5	6
移液体积 (mL)	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	3.00
标准点浓度 (mg/L)	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	3.00

A.2 二氧化氯

A.2.1 二氧化氯标准溶液制备所需试剂

- A.2.1.1 碘片。
- A.2.1.2 乙酸 ($\rho_{20}=1.06 \text{ g/mL}$)。
- A.2.1.3 亚氯酸钠 (NaClO_2)。
- A.2.1.4 碳酸氢钠。
- A.2.1.5 三氧化二砷: 基准试剂。
- A.2.1.6 碘化钾。
- A.2.1.7 硫代硫酸钠: 优级纯。
- A.2.1.8 硫酸 ($\rho_{20}=1.84 \text{ g/mL}$)。
- A.2.1.9 硫酸溶液 (1+9)。
- A.2.1.10 氢氧化钠 (150 g/L)。

A. 2. 1. 11 亚氯酸盐饱和溶液：取适量亚氯酸钠 (NaClO_2) 于烧杯中，加少量纯水，搅拌使成为饱和溶液（亚氯酸钠的溶解度相当高，按所需用量配制）。

A. 2. 1. 12 碘溶液 [$c(1/2\text{I}_2) = 0.10 \text{ mol/L}$]：称量35 g碘化钾和13 g碘片溶于100 mL水中，用纯水定容至1000 mL。准确称取0.15 g预先在硫酸干燥器中干燥恒重的三氧化二砷，放入250 mL碘量瓶中，加4 mL氢氧化钠（150 g/L）溶液溶解，再加50 mL纯水，2滴酚酞指示剂，用碘标准储备液滴至浅蓝色，同时做空白试验。

A. 2. 1. 13 碘标准使用溶液 [$c(1/2\text{I}_2) = 0.02820 \text{ mol/L}$]：溶解25 g碘化钾于1000 mL容量瓶中，加少许纯水，按计算量加入经过标定的碘标准储备溶液，用无需氯水稀释至刻度，此液浓度为0.02820 mol/L，保存于棕色广口瓶，防止直射光照射，勿与橡皮塞或橡胶管接触。

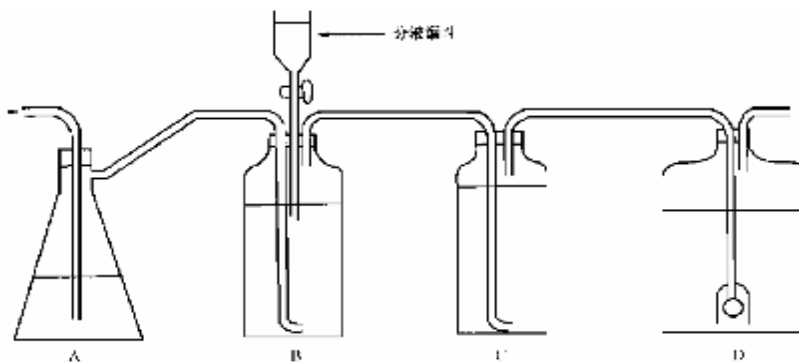
A. 2. 1. 14 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1000 \text{ mol/L}$]；其配制及标定方法见A. 2. 4。

A. 2. 1. 15 淀粉指示剂（5 g/L）。

A. 2. 1. 16 酚酞指示剂（5 g/L）。

A. 2. 2 二氧化氯储备溶液：

二氧化氯的发生及吸收装置见图A. 1。



图A. 1 二氧化氯发生及吸收装置

在A瓶中放入300 mL纯水，将A瓶一端玻璃管与空气压缩机相接，另一玻璃管与B瓶相连。B瓶为高强度硼硅玻璃瓶，瓶口有三根玻璃管；第一根插至离瓶底5 mm处，用以引进空气；第二根上接带刻度的圆柱形分液漏斗，下端伸至液面下；第三根下端离开液面，上端与C瓶相接。溶解10 g亚氯酸钠于750 mL纯水中并倒入B瓶中；在分液漏斗中装有20 mL硫酸溶液（1+9）。C瓶装亚氯酸钠饱和溶液。D瓶为2 L硼硅玻璃收集瓶，瓶中装有1500 mL纯水，用以吸收所发生的二氧化氯，余气由排气管排出。整套装置应放入通风橱内。

启动空气压缩机，使空气均匀地通过整个装置。每隔5 min由分液漏斗加入5 mL硫酸溶液（1+9），加完最后一次硫酸溶液后，空气流要持续30 min。

所获得的黄色二氧化氯储备液放入棕色瓶中密塞于冷藏箱中保存。其质量浓度约为250 mg/L~600 mg/L ClO_2 ，相当于500 mg/L~1200 mg/L有效氯 (Cl_2)。

A. 2. 3 二氧化氯标准储备溶液的标定

A. 2. 3. 1 取样体积以终点时所消耗硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1000 \text{ mol/L}$] 在0.2 mL~20 mL之间为宜。

A.2.3.2 用乙酸调节所确定体积的样品使其pH为3~4，记录用量。

A.2.3.3 另取一个碘量瓶，放入所需冰乙酸的用量及1 g碘化钾，再加入所确定体积的样品，摇匀，密塞，置于暗处，反应5 min。在无直射光下，用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色，加1 mL淀粉指示剂再滴至浅蓝色消失为止，记录用量。

A.2.3.4 同时测定试剂空白，取与样品用量相同体积纯水，加入上面规定的乙酸用量，1 g碘化钾和1 mL淀粉指示剂按以下A或B项测定空白值。

A.2.3.5 若溶液呈蓝色，用硫代硫酸钠标准溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1000 \text{ mol/L}]$ 滴定至蓝色刚消失，记录用量。

A.2.3.6 若溶液不呈蓝色，用碘标准使用溶液 $[c(1/2\text{I}_2)=0.02820 \text{ mol/L}]$ 滴至蓝色，再用硫代硫酸钠标准溶液进行反滴定，记录二者之差。

在计算二氧化氯含量时，若空白为A情况，则样品消耗硫代硫酸钠标准溶液的用量减A所测值；若试剂空白试验为B情况，则硫代硫酸钠标准液量应加上B所测值。

A.2.3.7 二氧化氯溶液的浓度用公式(A.1)计算：

$$c(\text{ClO}_2) = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 13.49 \times 1000}{V} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

$c(\text{ClO}_2)$ ——二氧化氯标准溶液浓度，mg/L；

V_1 ——水样消耗硫代硫酸钠 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1000 \text{ mol/L}]$ 的体积，mL；

V_2 ——空白试验消耗硫代硫酸钠 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1000 \text{ mol/L}]$ 的体积，mL；

c ——硫代硫酸钠标准溶液的摩尔浓度，mol/L；

13.49——与1.00mL硫代硫酸钠 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000 \text{ mol/L}]$ 相当的以毫克表示的二氧化氯的质量；

V ——二氧化氯标准储备溶液体积，mL。

A.2.4 硫代硫酸钠标准溶液的制备及标定方法

A.2.4.1 所需试剂

A.2.4.1.1 碘酸钾标准溶液 $[c(1/6 \text{KIO}_3)=0.1000 \text{ mol/L}]$ ：准确称量3.5668 g经105 °C烘干2 h的碘酸钾(优级纯)。

A.2.4.1.2 1 mol/L盐酸溶液：量取82 mL浓盐酸加水稀释至1000 mL。

A.2.4.1.3 硫代硫酸钠标准溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1000 \text{ mol/L}]$ ：称量25 g硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，溶于新煮沸并已放冷的水中，加入0.2 g无水碳酸钠，用水稀释至1000 mL贮存于棕色瓶内，放置一周后，再标定其准确浓度。

A.2.4.1.4 硫代硫酸钠溶液的标定方法

精确量取25.00 mL碘酸钾标准溶液 $[c(1/6\text{KIO}_3)=0.1000 \text{ mol/L}]$ ，于250 mL碘量瓶中，加入75 mL新煮沸后冷却的水，加3 g碘化钾及10 mL 1 mol/L盐酸溶液，摇匀后放入暗处静置3 min。用硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘，至淡黄色，加入1 mL 0.5% 淀粉溶液呈蓝色。再继续滴定至蓝色刚刚褪去，即为终点，记录所用硫代硫酸钠溶液体积，其准确浓度用式(A.2)计算：

$$c = \frac{0.1000 \times 25.00}{V} \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中：

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度，mL；

V ——所用硫代硫酸钠溶液的体积，mL。

平行滴定两次，所用硫代硫酸钠溶液相差不能超过0.05mL，否则应重新做平行测定。

A.2.5 二氧化氯工作曲线

用二氧化氯标准使用溶液 [$c(\text{ClO}_2)=10 \text{ mg/L}$] 配制各标准系列溶液，移液体积及标准浓度参照表A.2，移取各标准点至10 mL比色瓶中，加水稀释至10 mL，加试剂（一）4滴、试剂（二）1勺（100 mg/勺）摇匀，摇动20秒，静置30秒，以蒸馏水为空白，测定各溶液吸光度值，以标准溶液浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A.2 二氧化氯系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5	6
移液体积 (mL)	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	3.00
标准点浓度 (mg/L)	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	3.00

A.3 臭氧

A.3.1 臭氧标准储备液的制备 [$c(\text{O}_3)=1000 \text{ mg/L}$]

称取1.486 g碘酸钾 (KIO_3 ，经120 °C~140 °C烘干2 h)，加入到1000 mL容量瓶中，用水溶解并定容至刻度线处，摇匀。

A.3.2 臭氧标准使用液的制备 [$c(\text{O}_3)=10 \text{ mg/L}$]

向100 mL容量瓶中准确加入1.00 mL臭氧标准储备溶液 [$c(\text{O}_3)=1000 \text{ mg/L}$]，再加入20 mL水、1 g碘化钾和2滴20%的硫酸溶液，摇匀静置2分钟后，用水定容到100 mL刻度线，摇匀。

A.3.2.1 臭氧工作曲线

用臭氧标准使用溶液 [$c(\text{O}_3)=10 \text{ mg/L}$] 配制各标准系列溶液，移液体积及标准浓度参照表A.3，移取各标准点至10 mL比色瓶中，加水稀释至10 mL，加试剂（一）0.50 mL、试剂（二）1勺（135 mg/勺）、试剂（三）1勺（135 mg/勺），摇匀静置3分钟，以蒸馏水为空白，测定各溶液吸光度值，以标准溶液浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A.3 臭氧系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5
移液体积 (mL)	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00
标准点浓度 (mg/L)	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00

A.4 氨氮

A.4.1 氨氮标准储备液的制备 [$c(\text{NH}_3\text{-N})=1000 \text{ mg/L}$]

准确移取3.819 g经105 °C干燥1 h的氯化铵 (NH₄Cl)，溶于蒸馏水中，转移至1000 mL容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。

A. 4. 2 氨氮标准使用液的制备 [c(NH₃-N)=10mg/L]

向100 mL容量瓶中准确加入1.00 mL氨氮标准储备溶液 [c(NH₃-N)=1000 mg/L]，用水定容到100 mL刻度线，摇匀。

A. 4. 3 氨氮工作曲线

用氨氮标准使用溶液 [c(NH₃-N)=10 mg/L] 配制各标准系列溶液，移液体积及标准浓度参照表A. 4，移取各标准点至10 mL比色瓶中，加水稀释至10 mL，加试剂（一）0.20 mL、试剂（二）0.20 mL，摇匀静置10分钟，以蒸馏水为空白，测定各溶液吸光度值，以标准溶液浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A. 4 氨氮系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5
移液体积 (mL)	0.10	0.50	1.00	3.00	5.00
标准点浓度 (mg/L)	0.10	0.50	1.00	3.00	5.00

A. 5 甲醛

A. 5. 1 甲醛标准溶液及所需试剂的制备

A. 5. 1. 1 碘溶液 [c(1/2 I₂)=0. 1000 mol/L]：称量40 g碘化钾，溶于25 mL水中，加入12.7 g碘。待碘完全溶解后，用水定容至1000 mL。移入棕色瓶中，暗处储存。

A. 5. 1. 2 1 mol/L氢氧化钠溶液：称量40 g氢氧化钠，溶于水中，并稀释至1000 mL。

A. 5. 1. 3 0.5 mol/L硫酸溶液：取28 mL浓硫酸缓慢加入水中，冷却后，稀释至1000 mL。

A. 5. 1. 4 硫代硫酸钠标准溶液 [c(Na₂S₂O₃)=0. 1000 mol/L]：可用从试剂商店购买的当量试剂，也可按A. 2. 4制备。

A. 5. 1. 5 0.5%淀粉溶液：将0.5 g可溶性淀粉，用少量水调成糊状后，再加入100 mL沸水，并煮沸2 min~3 min至溶液透明。

A. 5. 1. 6 甲醛标准储备溶液：取2.8 mL含量为36%~38%甲醛溶液，放入1 L容量瓶中，加水稀释至刻度。此溶液1 mL约相当于1 mg甲醛。其准确浓度用下述碘量法标定。

A. 5. 2 甲醛标准储备溶液的标定

精确量取20.00 mL待标定的甲醛标准储备溶液，置于250 mL碘量瓶中。加入20.00 mL 0.1 N碘溶液 [c(1/2 I₂)=0. 1000 mol/L]和15 mL 1 mol/L氢氧化钠溶液，放置15 min。加入20 mL 0.5 mol/L硫酸溶液，再放置15 min，用 [c(Na₂S₂O₃)=0. 1000 mol/L]硫代硫酸钠溶液滴定，至溶液呈现淡黄色时，加入1 mL 0.5%淀粉溶液继续滴定至恰使蓝色褪去为止，记录所用硫代硫酸钠溶液体积 (V₂)，mL。同时用水作试剂空白滴定，记录空白滴定所用硫代硫酸钠标准溶液的体积 (V₁)，mL。甲醛溶液的浓度用公式 (A3) 计算：

$$c(\text{HCHO}) = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 15}{20} \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中：

c (HCHO)——甲醛标准溶液浓度, mg/mL;

V_1 ——试剂空白消耗硫代硫酸钠 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1000 \text{ mol/L}$] 的体积, mL;

V_2 ——甲醛标准贮备溶液消耗硫代硫酸钠 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1000 \text{ mol/L}$] 的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准溶液的摩尔浓度, mol/L;

15——与1mL硫代硫酸钠 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以毫克表示的甲醛的质量;

20——所取甲醛标准储备溶液的体积, mL。

标准和空白滴定各重复两次, 两次滴定体积误差不超过0.05 mL, 否则重新滴定。

A.5.3 甲醛工作曲线

用甲醛标准使用溶液 [$c(\text{HCHO})=10 \text{ mg/L}$] 配制各标准系列溶液, 移液体积及标准浓度参照表A.5, 移取各标准点至10 mL比色瓶中, 加水稀释至10 mL, 加试剂(一) 4 mL、试剂(二) 2勺(100 mg/勺), 摇匀静置20分钟, 加入试剂(三) 1mL, 上下振摇30秒, 静置显色5分钟后测量。以试剂空白做参比, 测定各溶液吸光度值, 以标准溶液浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A.5 甲醛系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5	6
移液体积 (mL)	0.05	0.10	0.20	0.60	1.00	1.50
标准点浓度 (mg/L)	0.05	0.10	0.20	0.60	1.00	1.50

A.6 锰

A.6.1 锰标准储备液的制备 [$c(\text{Mn})=1000 \text{ mg/L}$]

称取1.2912 g氧化锰 (MnO, 优级纯) 或称取1.000 g金属锰 [$\omega(\text{Mn}) \geq 99.8\%$], 加硝酸溶液(1+1)溶解后, 用蒸馏水定容至1000 mL。

A.6.2 锰标准使用液的制备 [$c(\text{Mn})=10 \text{ mg/L}$]

向100 mL容量瓶中准确加入1.00 mL锰标准储备溶液 [$c(\text{Mn})=1000 \text{ mg/L}$], 用水定容到100 mL刻度线, 摇匀。

A.6.3 锰工作曲线

用锰标准使用溶液 [$c(\text{Mn})=10 \text{ mg/L}$] 配制各标准系列溶液, 移液体积及标准浓度参照表A.6, 移取各标准点至25 mL比色管中, 加水稀释至10 mL, 加试剂(一) 0.5 mL, 沸水浴加热10分钟。缓慢加试剂(二) 1勺(100 mg/勺) (注意有气体排出), 盖上盖静置至室温后, 以蒸馏水为空白, 测定各溶液吸光度值, 以标准溶液浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A.6 锰系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5	6	7	8
移液体积 (mL)	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
标准点浓度 (mg/L)	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00

A.7 铜

A.7.1 铜标准储备液的制备 [$c(\text{Cu})=1000 \text{ mg/L}$]

称取1.000 g纯铜粉 [$\omega(\text{Cu}) \geq 99.9\%$], 溶于15 mL硝酸溶液 (1+1) 中, 用纯水定容至1000 mL。

A.7.2 铜标准使用液的制备 [$c(\text{Cu})=10 \text{ mg/L}$]

向100 mL容量瓶中准确加入1.00 mL铜标准储备溶液 [$c(\text{Cu})=1000 \text{ mg/L}$], 用水定容到100 mL刻度线, 摇匀。

A.7.3 铜工作曲线

用铜标准使用溶液 [$c(\text{Cu})=10 \text{ mg/L}$] 配制各标准系列溶液, 移液体积及标准浓度参照表A.7, 移取各标准点至25 mL比色管中, 加水稀释至10 mL, 加试剂(一) 0.60 mL、试剂(二) 0.80 mL摇匀, 静置3分钟, 以试剂空白做参比, 测定各溶液吸光度值, 以标准溶液浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A.7 铜系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5
移液体积 (mL)	0.05	0.10	0.50	1.00	1.50
标准点浓度 (mg/L)	0.05	0.10	0.50	1.00	1.50

A.8 铁

A.8.1 铁标准储备液的制备 [$c(\text{Fe})=100 \text{ mg/L}$]

称取0.7022 g硫酸亚铁铵 [$(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$], 溶于少量蒸馏水, 加3 mL盐酸 ($\rho_{20}=1.19 \text{ g/mL}$), 于容量瓶中, 用纯水定容至1000 mL。

A.8.2 铁标准使用液的制备 [$c(\text{Fe})=10 \text{ mg/L}$]

向100 mL容量瓶中准确加入10.00 mL铁标准储备溶液 [$c(\text{Fe})=100 \text{ mg/L}$], 用水定容到100 mL刻度线, 摇匀。

A.8.3 铁工作曲线

用铁标准使用溶液 [$c(\text{Fe})=10 \text{ mg/L}$] 配制各标准系列溶液, 移液体积及标准浓度参照表A.8, 移取各标准点至25 mL比色管中, 加水稀释至10 mL, 加试剂(一) 0.50 mL、试剂(二) 1勺 (100 mg/勺)、试剂(三) 1勺 (200 mg/勺) 摇匀, 静置15分钟, 以蒸馏水为空白, 测定各溶液吸光度值, 以标准溶液浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A.8 铁系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5
移液体积 (mL)	0.10	0.50	1.00	2.00	3.00
标准点浓度 (mg/L)	0.10	0.50	1.00	2.00	3.00

A.9 六价铬

A.9.1 六价铬标准储备液的制备 [$c(\text{Cr}^{6+})=100 \text{ mg/L}$]

称取0.1414 g经105 °C~110 °C烘至恒量的重铬酸钾 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)，溶于纯水中，并于容量瓶中用蒸馏水定容至500 mL，此溶液1.00 mL含100 μg 六价铬。

A.9.2 六价铬标准使用液的制备 [$c(\text{Cr}^{6+})=10 \text{ mg/L}$]

向100 mL容量瓶中准确加入10.00 mL六价铬标准储备溶液 [$c(\text{Cr}^{6+})=100 \text{ mg/L}$]，用水定容到100 mL刻度线，摇匀。

A.9.3 六价铬工作曲线

用六价铬标准使用溶液 [$c(\text{Cr}^{6+})=10 \text{ mg/L}$] 配制各标准系列溶液，移液体积及标准浓度参照表A.9，移取各标准点至25 mL比色管中，加水稀释至10 mL，加试剂（一）0.20 mL、试剂（二）1勺（100 mg/勺）摇动使试剂充分溶解，避光静置2分钟后过滤，以蒸馏水为空白，测定各溶液吸光度值，以标准溶液浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A.9 六价铬系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5
移液体积 (mL)	0.01	0.05	0.10	0.50	1.00
标准点浓度 (mg/L)	0.01	0.05	0.10	0.50	1.00

A.10 氟化物

A.10.1 氟化物标准储备液的制备 [$c(\text{F}^-)=1000 \text{ mg/L}$]

称取0.2210 g经105 °C干燥2 h的氟化钠 (NaF)，溶于纯水中，并定容稀释至100 mL。贮存于聚乙烯瓶中。

A.10.2 氟化物标准使用液的制备 [$c(\text{F}^-)=10 \text{ mg/L}$]

向100 mL容量瓶中准确加入1.00 mL氟化物标准储备溶液 [$c(\text{F}^-)=1000 \text{ mg/L}$]，用水定容到100 mL刻度线，摇匀。

A.10.3 氟化物工作曲线

用氟化物标准使用溶液 [$c(\text{F}^-)=10 \text{ mg/L}$] 配制各标准系列溶液，移液体积及标准浓度参照表A.10，移取各标准点至25 mL比色管中，加水稀释至15 mL，加氟化物试剂至25 mL摇匀，避光静置30分钟，以试剂空白做参比，测定各溶液吸光度值，以标准溶液浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A.10 氟化物系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5
移液体积 (mL)	0.05	0.25	0.50	2.50	5.00
标准点浓度 (mg/L)	0.01	0.05	0.10	0.50	1.00

A.11 挥发酚

A.11.1 挥发酚标准溶液及所需试剂的制备

A.11.1.1 苯酚。

A.11.1.2 溴酸钾-溴化钾溶液 [$c(1/6\text{KBrO}_3)=0.1\text{ mol/L}$]：称取2.78 g干燥的溴酸钾 (KBrO_3)，溶于纯水中，加入10 g溴化钾 (KBr)，并稀释至1000 mL。

A.11.1.3 淀粉溶液 (5 g/L)。

A.11.1.4 盐酸 ($\rho_{20}=1.19\text{ g/mL}$)。

A.11.1.5 碘化钾。

A.11.1.6 精致酚：取苯酚于具空气冷凝管的蒸馏瓶中，加热蒸馏，收集182 °C~184 °C的馏出部分。精致酚冷却后应为白色，密塞储于冷暗处。

A.11.1.7 酚标准储备溶液：溶解1 g白色精致酚于1000 mL纯水中，标定后保存于冰箱中。

A.11.1.8 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.0500\text{ mol/L}$] (标定方法见A.2.4)。

A.11.2 挥发酚标准储备溶液的标定

吸取25.00 mL待标定的酚储备溶液，置于250 mL碘量瓶中。加入100 mL蒸馏水，然后准确加入25.00 mL溴酸钾-溴化钾溶液。立即加入5 mL盐酸 ($\rho_{20}=1.19\text{ g/mL}$)，盖严瓶塞，缓缓旋摇。静置10 min。加入1 g碘化钾，盖严瓶塞，摇匀，于暗处放置5 min后，用硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.0500\text{ mol/L}$] 滴定，至呈浅黄色时，加入1 mL淀粉溶液，继续滴定至蓝色消失为止。挥发酚溶液的浓度用公式(A.4)计算：

$$c(\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}) = \frac{(V_0 - V_1) \times 0.0500 \times 15.68 \times 1000}{25} = (V_0 - V_1) \times 31.36 \quad \dots\dots\dots (\text{A.4})$$

式中：

 $c(\text{C}_6\text{H}_5\text{OH})$ ——酚标准溶液 (以苯酚计) 的质量浓度，单位为mg/L； V_0 ——试剂空白消耗硫代硫酸钠 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.0500\text{ mol/L}$] 的体积，单位为mL； V_1 ——酚标准溶液消耗硫代硫酸钠 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.0500\text{ mol/L}$] 的体积，单位为mL；15.68——与1mL硫代硫酸钠 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{ mol/L}$] 相当的以毫克表示的苯酚的质量。

标准和空白滴定各重复两次，两次滴定体积误差不超过0.05 mL，否则重新滴定。

A.11.3 挥发酚工作曲线

用挥发酚标准使用溶液 [$c(\text{C}_6\text{H}_5\text{OH})=10\text{ mg/L}$] 配制各标准系列溶液，移液体积及标准浓度参照表A.11，移取各标准点至25 mL比色管中，加水稀释至10 mL，加试剂(一) 0.20 mL，摇匀，加试剂(二) 0.40 mL，摇匀，加试剂(三) 0.40 mL摇匀，静置10分钟后测量，以试剂空白做参比，测定各溶液吸光度值，以标准溶液浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A.11 挥发酚系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5
移液体积 (mL)	0.10	0.50	1.00	3.00	5.00
标准点浓度 (mg/L)	0.10	0.50	1.00	3.00	5.00

A. 12 磷酸盐

A. 12.1 磷酸盐标准储备液的制备 [$c(\text{HPO}_4^{2-})=500 \text{ mg/L}$]

称取0.7165 g经105 °C干燥的磷酸二氢钾 (KH_2PO_4)，溶于纯水中，并定容稀释至1000 mL。

A. 12.2 磷酸盐标准使用液的制备 [$c(\text{HPO}_4^{2-})=10 \text{ mg/L}$]

向100 mL容量瓶中准确加入2.00 mL磷酸盐标准储备溶液 [$c(\text{HPO}_4^{2-})=500 \text{ mg/L}$]，用水定容到100 mL刻度线，摇匀。

A. 12.3 磷酸盐工作曲线

用磷酸盐标准使用溶液 [$c(\text{HPO}_4^{2-})=10 \text{ mg/L}$]配制各标准系列溶液，移液体积及标准浓度参照表A. 12，移取各标准点至25 mL比色管中，加水稀释至10 mL，加试剂（一）2勺（100 mg/勺），摇动30秒，加试剂（二）0.40 mL，摇匀，静置15分钟，以试剂空白做参比，测定各溶液吸光度值，以标准溶液浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A. 12 磷酸盐系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5	6
移液体积 (mL)	0.05	0.10	0.30	0.50	0.80	1.00
标准点浓度 (mg/L)	0.01	0.10	0.30	0.50	0.80	1.00

A. 13 亚硝酸盐氮

A. 13.1 亚硝酸盐氮标准储备液的制备 [$c(\text{NO}_2^--\text{N})=500 \text{ mg/L}$]

称取2.4630 g在玻璃干燥器内放置24 h的亚硝酸钠 (NaNO_2)，溶于纯水中，并定容至1000 mL。每升中加2 mL三氯甲烷保存。

A. 13.2 亚硝酸盐氮标准使用液的制备 [$c(\text{NO}_2^--\text{N})=10 \text{ mg/L}$]

向100 mL容量瓶中准确加入2.00 mL亚硝酸盐氮标准储备溶液 [$c(\text{NO}_2^--\text{N})=500 \text{ mg/L}$]，用水定容到100 mL刻度线，摇匀。

A. 13.3 亚硝酸盐氮工作曲线

用亚硝酸盐氮标准使用溶液 [$c(\text{NO}_2^--\text{N})=10 \text{ mg/L}$]配制各标准系列溶液，移液体积及标准浓度参照表A. 13，移取各标准点至25 mL比色管中，加水稀释至10 mL，加试剂（一）0.2 mL，试剂（二）1勺摇匀，静置20分钟，以蒸馏水为空白，测定各溶液吸光度值，以标准溶液浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A. 13 硝酸盐氮系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5
移液体积 (mL)	0.01	0.05	0.10	0.20	0.40
标准点浓度 (mg/L)	0.01	0.05	0.10	0.20	0.40

A. 14 硝酸盐氮

A. 14.1 硝酸盐氮标准储备液的制备 [$c(\text{NO}_3^--\text{N})=1000 \text{ mg/L}$]

称取7.218 g经105℃~110℃干燥1 h的硝酸钾 (KNO_3)，溶于纯水中，并定容至1000 mL。每升中加2 mL三氯甲烷保存。

A. 14.2 硝酸盐氮工作曲线

用硝酸盐氮标准储备溶液 [$c(\text{NO}_3^--\text{N})=1000 \text{ mg/L}$] 配制硝酸盐氮系列标准溶液 (1 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、15 mg/L、20 mg/L)，移取各标准点溶液1 mL至50 mL液滴计数瓶中，加试剂(一) 2滴摇匀，放置5 min，再加入试剂(二) 4滴摇匀，再缓慢加入试剂(三) 2.00 mL摇匀放置5 min。加入8 mL蒸馏水混匀，用移液器缓慢滴加氨水9 mL (不能使瓶口被堵住，以便排气)。最后加入5 mL纯水，摇匀，以试剂空白做参比，测定各溶液吸光度值，以标准溶液浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

A. 15 硫酸盐

A. 15.1 硫酸盐标准储备液的制备 [$c(\text{SO}_4^{2-})=1000 \text{ mg/L}$]

称取1.4786 g无水硫酸钠 (Na_2SO_4) 或1.8141 g无水硫酸钾 (K_2SO_4) 溶于纯水中，并定容至1000 mL。

A. 15.2 硫酸盐工作曲线

用硫酸盐标准储备溶液 [$c(\text{SO}_4^{2-})=1000 \text{ mg/L}$] 配制硫酸盐系列标准溶液 (5 mg/L、25 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、250 mg/L)，移取各标准点溶液5 mL至25 mL比色管中，分别加入试剂(一) 5.00 mL上下摇动5次，静置3分钟，再加入试剂(二) 1.00 mL，上下摇动5次，静置1分钟。加入硫酸盐试剂(三) 3.00 mL，剧烈振荡1分钟，静置5分钟。用滤纸过滤上述溶液于干净并干燥的比色瓶(注：弃去初滤液4~5滴)中10 mL以上。以试剂空白做参比，测定各溶液吸光度值，以标准溶液浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

A. 16 铝

A. 16.1 铝标准储备液的制备 [$c(\text{Al})=1000 \text{ mg/L}$]

称取8.792 g硫酸铝钾 [$\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$]，溶于纯水中，并定容至500 mL，或称取0.500 g纯铝片，溶于10 mL盐酸 ($\rho_{20}=1.19 \text{ g/mL}$) 中，于500 mL容量瓶中加水定容。贮存于聚四氟乙烯或聚乙烯瓶中。

A. 16.2 铝标准使用液的制备 [$c(\text{Al})=10 \text{ mg/L}$]

向100 mL容量瓶中准确加入1.00 mL铝标准储备溶液 [$c(\text{Al})=1000 \text{ mg/L}$]，用水定容到100 mL刻度线，摇匀。

A. 16.3 铝工作曲线

用铝标准使用液 [$c(\text{Al})=10 \text{ mg/L}$] 配制各标准系列溶液，移液体积及标准浓度参照表A. 14，移取各标准点至25 mL比色管中，加水稀释至10 mL，加试剂(一) 1.00 mL、试剂(二) 2.00 mL、试剂(三) 2.00 mL摇匀静置2分钟。再加试剂(四) 2.00 mL、试剂(五) 4.00 mL摇匀，避光静置20分钟。以试剂空白做参比，测定各溶液吸光度值，以标准溶液浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A. 14 铝系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5
移液体积 (mL)	0.01	0.05	0.10	0.20	0.50
标准点浓度 (mg/L)	0.01	0.05	0.10	0.20	0.50

A. 17 铍

A. 17.1 铍标准储备液的制备 [$c(\text{Be})=100 \text{ mg/L}$]

称取0.1968 g硫酸铍 ($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 于100 mL容量瓶中, 加5 mL盐酸 (1+19) 溶解后, 加蒸馏水至刻度。储存于玻璃瓶中, 在冰箱中保存。

A. 17.2 铍标准使用液的制备 [$c(\text{Be})=1 \text{ mg/L}$]

向100 mL容量瓶中准确加入1.00 mL铍标准储备溶液 [$c(\text{Be})=100 \text{ mg/L}$], 用水定容到100 mL刻度线, 摇匀。

A. 17.3 铍工作曲线

用铍标准使用溶液 [$c(\text{Be})=1 \text{ mg/L}$] 配制各标准系列溶液, 移液体积及标准浓度参照表A. 15, 移取各标准点至10 mL比色瓶中, 用水稀释至10 mL, 加入铍试剂(一)0.20 mL、铍试剂(二)0.10 mL、铍试剂(三)0.10 mL, 铍试剂(四)0.5 mL、再加入铍试剂(五)0.10 mL, 摇匀(至少来回倒置10次), 放入60 °C水浴中加热5分钟, 拿出放置20分钟。以试剂空白做参比, 测定各溶液吸光度值, 以标准溶液浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表A. 15 铍系列标准溶液的配制

序号	1	2	3	4	5
移液体积 (mL)	0.01	0.05	0.10	0.50	1.00
标准点浓度 (mg/L)	0.001	0.005	0.010	0.050	0.100