



中华人民共和国国家标准

GB/T 15959—1995

水质 可吸附有机卤素(AOX)的测定 微库仑法

Water quality—Determination of adsorbable
organic halogens(AOX)—Microcoulometric method

1995-12-21 发布

1996-08-01 实施

国家环境保护局 发布

中华人民共和国国家标准

水质 可吸附有机卤素(AOX)的测定 微库仑法

GB/T 15959—1995

Water quality—Determination of adsorbable
organic halogens(AOX)—Microcoulometric method

本标准等效采用国际标准 ISO 9562:1989《水质—可吸附有机卤素(AOX)的测定》。

1 主题内容和适用范围

- 1.1 本标准规定测定水中可吸附在活性炭上的有机卤化物(AOX)的微库仑法,在吸附前必要时先经过吹脱,挥发性的有机卤化物可以直接测定。
- 1.2 本标准适用测定饮用水、地下水、地面水、污水中有机卤化物(AOX),其测定范围为 $10\sim 400\ \mu\text{g/L}$,如超过上限,可减少取样量。
- 1.3 如水样中溶解的有机炭 $>10\ \text{mg/L}$,无机氯化物含量 $>1\ \text{g/L}$ 时,分析前必须稀释。
- 1.4 当水样中存在悬浮物时,其所含有的有机卤素化合物也包括在测定值中。
- 1.5 为避免从水相中分离活性炭时可能形成的胶体干扰,需加入助滤剂如硅藻土,使炭絮凝克服过滤的困难。
- 1.6 当水样中含有活性氯时,AOX 的值会偏高;故采样后需立即加入亚硫酸钠。当水样中存在难溶解的无机氯化物,生物细胞(如微生物、藻类)等,样品需要先酸化,放置 8 h 后再分析。
- 1.7 无机碘化物可以干扰吸附和检测,有机碘化物会导致非重现性的高结果,高浓度的无机溴化物也有干扰。

2 定义

下述定义适用于本标准:

- 2.1 可吸附有机卤素(AOX):指按本标准规定的方法测定与有机化合物结合的卤素中氯,溴的总量,以氯计。
- 2.2 溶解性有机炭(DOC):是通过 $0.45\ \mu\text{m}$ 膜过滤后,水样中有机炭的含量。

3 原理

水样经硝酸酸化,(必要时需对水样进行吹脱,挥发性有机卤化物经燃烧热解直接测定)。用活性炭吸附水样中有机化合物,再用硝酸钠溶液洗涤分离无机卤化物,将吸附有机物的炭在氧气流中燃烧热解,最后用微库仑法测定卤化氢的质量浓度。

4 试剂

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。所用的水、化学药品和气体中 AOX 含量,需经过检测,所得的 AOX 值不影响对样品的测定下限。合格的水应贮存在带磨口的玻璃瓶中。

4.1 活性炭:

国家环境保护局 1995-12-21 批准

1996-08-01 实施

碘值： $\geq 1\ 050$ ；

氯化物： $< 0.001\ 5\%$ ；

颗粒度：约 $50\ \mu\text{m}$ ，作为振荡吸附用；

颗粒度：约 $100\ \mu\text{m}$ ，作为柱吸附用。

4.2 硝酸(HNO_3)： $\rho = 1.42\ \text{g/ml}$ 。

4.3 盐酸： $c(\text{HCl}) = 0.100\ \text{mol/L}$ 。

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

4.5 冰乙酸(CH_3COOH)：优级纯。

4.6 氯化钠(NaCl)：基准试剂。

4.7 氧气(O_2)。

4.8 氮气(N_2)。

4.9 硝酸钠贮备溶液： $17\ \text{g/L}$

称取 $17\ \text{g}$ 的硝酸钠(NaNO_3)溶于水中，加入 $1.4\ \text{ml}$ 硝酸(4.2)，移入 $1\ 000\ \text{ml}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度。

4.10 硝酸钠洗涤液： $0.85\ \text{g/L}$ 。

取 $50\ \text{ml}$ 硝酸钠贮备液(4.9)，移入 $1\ 000\ \text{ml}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度。

4.11 亚硫酸钠溶液： $c(\text{Na}_2\text{SO}_3) = 0.2\ \text{mol/L}$ 。

4.12 氯化物标准贮备液： $1\ 000\ \mu\text{gCl/ml}$ 。

称取 $0.164\ 8\ \text{g}$ 已在 $140\ \text{C}$ 烘至恒重的氯化钠(4.6)溶于水，移入 $100\ \text{ml}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度。

4.13 氯化物标准使用液： $100\ \mu\text{gCl/ml}$ 。

吸取氯化物标准贮备液(4.12) $10.0\ \text{ml}$ 于 $100\ \text{ml}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度。

4.14 乙酸电解液： $(7+3)$ 。量取 $70\ \text{ml}$ 冰乙酸(4.5)加入 $30\ \text{ml}$ 水，混匀。

4.15 对氯苯酚贮备溶液： $200\ \mu\text{gCl/ml}$ 。

称取 $72.5\ \text{mg}$ 对氯苯酚($\text{C}_6\text{H}_5\text{ClO}$)溶于水，移入 $100\ \text{ml}$ 容量瓶中，用水稀释至刻度。

5 仪器

常用实验室仪器和：

5.1 可吸附有机卤素测定仪和吹脱器

5.1.1 燃烧热解炉

由长度 $30\ \text{cm}$ ，直径 $2\sim 3\ \text{cm}$ 石英管和管式炉组成的热解炉，加热温度可调，至少可达 $950\ \text{C}$ ，见下图。