



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ 659-2013

水质 氰化物等的测定 真空检测管- 电子比色法

Water quality Determination of cyanide and others by vacuum testing tube-
electric colorimeter

(发布稿)

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

2013-09-18 发布

2013-09-20 实施

环 境 保 护 部 发布

目 次

前 言	I
1 适用范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	2
4 方法原理	2
5 干扰和消除	2
6 试剂和材料	2
7 仪器和设备	2
8 样品	3
9 分析步骤	3
10 结果计算与表示	4
11 精密度和准确度	4
12 质量保证和质量控制	4
13 注意事项	4
14. 废物处理	5
附录 A	6
附录 B	11
附录 C	13

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，保护环境，保障人体健康，规范我国水环境监测方法，满足水质应急监测工作的需求，制定本标准。

本标准规定了测定水中氰化物、氟化物、硫化物、二价锰、六价铬、镍、氨氮、苯胺、硝酸盐氮、亚硝酸盐氮、磷酸盐和化学需氧量等污染物的真空检测管法。

本标准为首次发布。

本标准的附录 A 为规范性附录、附录 B 和附录 C 为资料性附录。

本标准由环境保护部科技标准司组织制订。

本标准主要起草单位：河南省环境监测中心。

本标准环境保护部 2013 年 9 月 18 日批准。

本标准自 2013 年 9 月 20 日起实施。

本标准由环境保护部解释。

水质 氰化物等的测定 真空检测管-电子比色法

1 适用范围

本标准规定了测定水中氰化物、氟化物、硫化物、二价锰、六价铬、镍、氨氮、苯胺、硝酸盐氮、亚硝酸盐氮、磷酸盐和化学需氧量等污染物的真空检测管法。

本标准适用于地下水、地表水、生活污水和工业废水中氰化物、氟化物、硫化物、二价锰、六价铬、镍、氨氮、苯胺、硝酸盐氮、亚硝酸盐氮、磷酸盐以及化学需氧量等污染物的快速分析。其他污染物项目如果通过验证也可适用于本标准，验证方法见资料性附录 C。

目标物的方法检出限见表 1。

表 1 本方法检出限

序号	化合物名称	检出限 (mg/L)	序号	化合物名称	检出限 (mg/L)
1	氰化物	0.009	7	亚硝酸盐(N)	0.03
2	氟化物	0.5	8	二价锰	0.5
3	硫化物	0.1	9	六价铬	0.1
4	氨 氮	0.2	10	镍	0.2
5	磷酸盐	0.05	11	苯胺	0.1
6	硝酸盐 (N)	0.7	12	COD _{Cr}	10

2 规范性引用文件

本标准内容引用了下列文件或其中的条款。凡是不注明日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ 589	突发环境事件应急监测技术规范
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标准。

3.1 真空检测管 **vaccum testing tube**

以硼硅玻璃或石英玻璃为材质，具有一定真空度，内置测试试剂，折断后可自动定量吸入待测水样，特定待测物与特定试剂发生化学显色反应的试管。

3.2 电子比色计 **electric colorimeter**

电子比色计由光源、色度传感器、比色池、信号模拟系统和显示等部分组成，是一种以色度传感器为信号接收器，对特定化学显色反应生成的有色化合物的颜色的色度信号进行定量解析的电子仪器。

4 方法原理

将封存反应试剂的真空玻璃检测管在水样中折断，样品自动定量吸入管中，样品中的待测物与反应试剂快速定量反应生成有色化合物，其色度值与待测物含量成正比。将化学显色反应的色度信号与待测物浓度间对应的函数关系存储于电子比色计中，测定后直接读出水样中待测物的含量。

每种污染物的测定方法原理，见附录 A。

5 干扰和消除

5.1 水中悬浮物质或藻类等会对测定产生干扰，可以通过过滤或沉淀消除干扰；在测定范围允许的情况下，也可通过稀释的方法消除干扰。

5.2 通过加标回收试验结果判断色度是否产生干扰。当水样的色度对测定产生干扰时，在测定范围允许的情况下，可通过稀释消除干扰。

5.3 其它干扰和消除办法见附录 A。

6 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。实验用水均使用无目标物干扰的蒸馏水或去离子水。

6.1 专用助剂：固体或液态试剂。用于辅助显色反应或消除干扰，配置方法参考检测管使用说明书。

7 仪器和设备

7.1 电子比色计：LED 或氙灯光源，开机稳定时间 ≤ 10 秒，传感器三基色波长范围：红：580-750nm；绿：500-600nm；蓝：410-510nm；内置工作曲线；电源：220v 交流电源、5 号、7 号电池或专用电源适配器；适应环境条件：温度 0-40℃，最大相对湿度 90%RH。

7.2 真空检测管：高硼硅或石英玻璃材质，真空度：-100~-80KPa，封存一定量试剂。外形均匀，应在保质期内，按说明书在常温、低温或避光处保存。

7.3 加热装置：使用 12v 直流或 220v 交流电源，温度设置为 50-150℃之间连续可调，温度精度±0.5℃，适合检测管加热设计。

7.4 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 样品的采集

按照 HJ/T91、HJ/T164 和 HJ589 的相关规定采集样品。

8.2 样品的保存

样品应尽快现场测定，不需要添加固定剂。

9 分析步骤

9.1 样品预处理

测试前先测定水样的 pH 值，并按说明书调至测定项目所要求的 pH 值范围内。

9.2 开机调试

打开电子比色计（7.1），选定参数，调至校零界面，先校零，然后调至测试状态备用。

当测试化学需氧量、硫化物和氰化物等需要加热的项目时，同时将加热装置调至说明书规定的加热温度备用。

9.3 直接显色测定方法（六价铬、二价锰、氨氮、亚硝酸盐氮、硝酸盐氮）

9.3.1 取样反应

取适量样品加入烧杯中（50ml、100ml 或 200ml），将真空检测管（7.2）毛细管部分完全插入液面下，使用配备的专用工具将前端毛细管在样品液面下折断，管内负压即刻将样品定量吸入管中。吸入时间约需 1~5 秒，至管中液体充满，只留下一直径约 4~8mm 气泡空间。然后取出检测管并上下倒置几次，使管中气泡上下移动而使液体反应均匀。不同品种的检测管反应时间不同，应严格参考仪器说明书。

注 1：当真空检测管折断时注意观察是否出现折断位置过高或管内试剂外溢等情况，若有，应重新取样测试。

9.3.2 比色

将反应后真空检测管（7.2）插入电子比色计（7.1）比色池中，直接读取测定结果。

9.4 加热反应测定方法（化学需氧量、硫化物、氰化物）

按照 9.3.1 操作使水样进入真空检测管（7.2），取出后将其来回倒置几次使管中液体混合均匀。然后放入预先调好温度的加热装置（7.3）中，按说明书控制反应温度和时间。化学需氧量、硫化物测试要求放置室温后测定，氰化物要求加热反应后立即测试，操作时严格按说明书要求进行。然后按 9.3.2 进行比色。

9.5 加助剂反应测定方法（磷酸盐、镍、氟化物、苯胺）

准确量取 20.0ml 水样于 50ml 小烧杯中，并按照操作说明加入适量专用助剂（6.1）（不同测试参数对应不同的助剂和不同的加入量，具体参考仪器说明书），混匀，不需要加热的按照 9.3 进行后续操作；需要加热的按照 9.4 进行后续操作。

注 2：上述三种不同方法测定前，注意将真空检测管外壁用滤纸或擦镜纸擦拭干净，防止对真空检测管外壁的沾污而干扰测定结果，同时防止对电子比色计器件的沾污腐蚀。

9.6 空白实验

用实验用水代替水样按照 9.3 或 9.4 或 9.5 样品测定的操作步骤进行空白样测定。

10 结果计算与表示

通过电子比色计直接读出结果，以 mg/L 表示。有效数字保留到定量下限位数，化学需氧量取整数。

11 精密度和准确度

11.1 精密度

实验室内分别对低、中、高三种浓度的空白加标样品进行了六次平行测定，测定目标物的相对标准偏差均在 0~30%，详见附录 B。

11.2 准确度

实验室内对地表水、生活污水和工业废水实际样品进行三个浓度的加标测定，加标回收率为 76%~125%，详见附录 B。

12 质量保证和质量控制

12.1 根据仪器说明书要求，定期对仪器和检测管进行检查，如仪器说明书未规定，至少半年检查一次。

仪器设备和检测管准确度检查方法：配置 0.1C、0.5C 和 0.9C 浓度的校准液，当测定结果相对误差大于 20%时，应将仪器和检测管同时送回厂家进行检查，确认误差来源后进行仪器定量曲线的校准或作废检测管。

注：0.1C、0.5C 和 0.9C 中的 C 指仪器定量曲线的最高浓度值。

12.2 每批样品应同步做一个全程序空白，测定结果应低于方法检出限，否则应检查真空检测管。

12.3 每个样品应做一对平行样测定，相对偏差应小于 20%。

12.4 每批样品应同步做一个有证标准物质或标准样品的平行双样测定，对准确度进行验证，其相对误差应小于 25%。

12.5 每种样品应同步做一对加标量为 0.5C 的实际样品加标样，回收率应为 70%~130%，超限数据测定结果无效。

12.6 结果报出时应同时给出同批分析的质控数据，注明方法检出限等。

13 注意事项

13.1 检测管和专用助剂应在规定的条件下贮存，并在保质期内使用。

13.2 根据测定目的和水样情况选择确定合适的检测管。

13.3 使用玻璃检测管时，要注意保护眼睛和面部，防止助剂溅出或玻璃的划伤。

14. 废物处理

使用后的检测管按实验室废物进行安全处置。

附录 A

(规范性附录)

一、方法原理、干扰和消除以及注意事项

A.1 氰化物

A.1.1 方法原理

氰化物(CN⁻)与有机酮类测试液在碳酸钠存在下加热,经离子缔合反应生成黄至深红色有色络合物,有色络合物的色度值与氰化物的浓度呈一定的线性关系。

A.1.2 干扰和消除

- a) S²⁻ ≤30mg/L, 丙酮≤5000mg/L 时不干扰;
- b) NH₃-N≤30mg/L 不干扰, >30mg/L 时为负干扰。

A.1.3 pH 和反应时间

待测水样应控制 PH 值≥4, 50℃加热反应时间 10 分钟。

A.1.4 注意事项

- a) 检测管在加热反应器中放置的时间须严格与规定的时间一致, 否则读数会有误差;
- b) 如果检测管吸入样品后未经加热即开始呈现显色反应, 说明样品中氰化物浓度过高, 应稀释适当倍数后再测定。

A.2 氟化物

A.2.1 方法原理

氟化物(F⁻)与羟基萘醌类测试液在镧存在下反应生成蓝至玫红色有色络合物, 有色络合物的色度值与氟化物的浓度呈一定的线性关系。

A.2.2 干扰和消除

- a) Cl⁻≤1000mg/L、NO₂⁻≤100mg/L、Ca²⁺≤80mg/L、SO₄²⁻≤300mg/L、NO₃⁻≤150mg/L 时不干扰测定;
- b) Cu²⁺、Cr⁶⁺、Pb²⁺>3.0mg/L, Mn²⁺>2.0mg/L, Ni²⁺、Hg²⁺>5.0mg/L, PO₄³⁻>30mg/L 时有干扰, 可通过蒸馏法除去干扰。

A.2.3 pH 和反应时间

待测水样的 PH 值应控制在≤8。反应时间 2~3 分钟。

A.2.4 注意事项

专用氟助剂加入量对显示颜色色调影响较大, 应按照说明书严格控制样品量和专用氟助剂加入量。

A.3 硫化物

A.3.1 方法原理

硫化物与 N, N-二甲基对苯二胺和高铁在酸性条件下反应, 生成亚甲基蓝有色络合物, 有色络合物的色度值与硫化物的浓度呈一定的线性关系。

A.3.2 干扰和消除

a) SO_3^{2-} 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-} \leq 20\text{mg/L}$, $\text{NO}_2^- \leq 15\text{mg/L}$, $\text{CN}^- < 7\text{mg/L}$ 时不干扰;

b) $\text{NO}_2^- \geq 16\text{mg/L}$ 时为负干扰, 若测试时显示颜色偏绿, 不是亚甲基蓝色, 可考虑是 NO_2^- 的干扰;

c) 样品中 $\text{S}^{2-} \geq 20\text{mg/L}$ 时显示颜色会降低, 应稀释适当倍数后再测定。

A.3.3 pH 和反应时间

待测水样的 pH 值应控制在 ≤ 9 。50±1℃准确加热 2 分钟时取出, 在常温下 1 分钟后测试。

A.3.4 注意事项

a) 判断硫化物浓度是否过高, 可通过定量稀释后再进行测试。如果稀释后测试结果与直接测试结果不成定量比例, 即可判定前者硫化物浓度过高;

b) 该检测管显色速度与待测水样温度有关, 对于 40~60℃的待测水样, 2 分钟内即可显色完全; 常温 20~30℃时 5 分钟显色完全。而对于冬天低温待测样品, 应在 50±1℃加热装置中放置显色, 确保显色完全。

c) 待测水样的 pH 值应控制在 9 以下, 因为碱度过高时样品会与试剂发生剧烈反应, 此时试液易冲出测试管而使检测结果出现较大误差。

A.4 硝酸盐氮

A.4.1 方法原理

硝酸盐在酸性条件下, 与 2,6-二甲基苯酚反应生成黄色的 4-硝基-2,6-二甲基苯酚, 该黄色化合物的色度值与硝酸盐氮的浓度呈一定的线性关系。

A.4.2 干扰和消除

a) $\text{NO}_2^- \geq 3.0 \text{ mg/L}$ 时为正干扰, 可加氨基磺酸消除;

b) $\text{Cl}^- < 500\text{mg/L}$ 时无干扰, $\geq 500 \text{ mg/L}$ 时为正干扰, 可加硫酸银沉淀后去除。

A.4.3 pH 和反应时间

该检测管显色反应在 100±1℃温度下准确加热 10 分钟时取出, 放置常温后即可测试。反应前水样不需调 pH。

A.4.3 注意事项

a) 检测管吸入水样后会发生剧烈放热现象, 建议戴橡胶手套保护操作。

b) 如果盐份过高, 待测水样吸入管时会出现大量浑浊, 将其摇匀后放置 20 分钟以上使浑浊澄清至底部再读数。

A.5 亚硝酸盐氮

A.5.1 方法原理

亚硝酸盐与靛亚胺类染料测试液在酸性条件下反应生成蓝紫色络合物, 该络合物的色度值与亚硝酸盐氮的浓度呈一定的线性关系。

A.5.2 干扰和消除

a) 硫代硫酸钠 $\leq 7.5\text{mg/L}$ 时不干扰, $> 7.5 \text{ mg/L}$ 时产生正干扰;

b) Ca^{2+} 、 $\text{Mg}^{2+} \leq 1,000\text{mg/L}$, Ni^{2+} 、 $\text{Cr}^{6+} \leq 50\text{mg/L}$ 时不干扰;

A.5.3 pH 和反应时间

25±1℃准确加热 10 分钟时取出后迅速测试，反应前不需调 pH。

A.5.4 注意事项

- a) 反应温度≥30℃时对亚硝酸盐氮的测定有正干扰，应控制在 30℃以下测定；
- b) 测试管吸取待测水样后应在黑暗处避光摇匀、放置，避免强光直射，否则显色色调会发生变化而造成读数误差。

A.6 二价锰

A.6.1 方法原理

二价锰在酸性条件和焦磷酸盐存在下，被高碘酸盐氧化为红色的高锰酸盐，该红色化合物的色度值与二价锰的浓度呈一定的线性关系。

A.6.2 干扰和消除

- a) NO_2^- 、 SO_4^{2-} 、 $\text{Cl}^- \leq 300\text{mg/L}$ ， PO_4^{3-} 、 $\text{NO}_3^- \leq 100\text{mg/L}$ 时不干扰；
- b) Fe^{3+} 、 $\text{Cu}^{2+} \leq 10\text{mg/L}$ ， $\text{Ni}^{2+} \leq 50\text{mg/L}$ ， $\text{Cr}^{6+} \leq 6.0\text{mg/L}$ 时不干扰；
- c) SO_3^{2-} 等还原剂对此反应有干扰，可预先加入硝酸和硫酸加热消解后除去。

A.6.3 pH 和反应时间

待测水样的 PH 值应控制在 3.0~5.0，反应时间 1~5 分钟。

A.7 六价铬

A.7.1 方法原理

六价铬与二苯羧酰二肼测试液在适当的 pH 条件下同时发生氧化还原和络合反应，生成红紫色络合物，该有色络合物的色度值与六价铬的浓度呈一定的线性关系。

A.7.2 干扰和消除

- a) $\text{Hg}^{2+} \leq 20\text{mg/L}$ ， $\text{Cu}^{2+} \leq 25\text{mg/L}$ 时不干扰；
- b) 水样中六价铬含量≥20mg/L 时显示颜色会降低，应稀释适当倍数后再测。

A.7.3 pH 和反应时间

常温反应 3~4 分钟，反应前不需调 pH。

A.7.3 注意事项

判断水样中六价铬浓度是否过高，可通过定量稀释后再进行测试。如果稀释后测试结果与直接测试结果不成定量比例，即可判定前者六价铬浓度过高。

A.8 镍离子

A.8.1 方法原理

在有碘存在的氨性溶液中，镍与丁二酮肟作用生成红色化合物，该红色化合物的色度值与镍离子的浓度呈一定的线性关系。

A.8.2 干扰和消除

- a) $\text{Hg}^{2+} \leq 5.0\text{mg/L}$ ， $\text{Co}^{2+} \leq 3.0\text{mg/L}$ 时不干扰； Cu^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Pb^{2+} 、 Cr^{6+} 、 Al^{3+} 、 $\text{CN}^- \leq 8.0\text{mg/L}$

时不干扰；

b) $Mn^{2+} \geq 1.0mg/L$ 对此反应有干扰，应预先除去。

A.8.3 pH 和反应时间

反应时间 1~5 分钟，水样 pH 应控制在 4~6 之间。

A.8.4 注意事项

水样及专用助剂的加入量一定要准确。助剂使用后盖紧，以防挥发。

A.9 氨氮

A.9.1 方法原理

以游离态的氨或铵离子等形式存在的氨氮与纳氏试剂反应生成黄至黄棕色有色络合物，该络合物的色度值与氨氮的浓度呈一定的线性关系。

A.9.2 干扰和消除

a) Ca^{2+} 和 Mg^{2+} 总量 $\leq 100mg/L$ ，甲醇、乙醇、 $NO_3^- \leq 100mg/L$ ，苯胺 $\leq 10mg/L$ 时不干扰；

b) S^{2-} 、 Pb^{2+} 、甲醛对此反应有正干扰，丙酮有负干扰，需做适当的预处理以消除干扰，如蒸馏或加乙酸锌使硫化物沉淀等。

A.9.3 pH 和反应时间

待测水样的 pH 值应控制在 ≥ 4 ，反应时间 2~5 分钟。

A.9.4 注意事项

a) 氨氮浓度过高时，显色会出现混浊，应先用蒸馏水定量稀释后再进行测定；

b) 若水样成份复杂，有时测试时会出现悬浮状态，此时应在悬浮物出现之前或在悬浮物刚出现时摇匀状态下迅速读数；

A.10 苯胺

A.10.1 方法原理

苯胺在酸性条件与亚硝酸盐反应生成重氮盐，重氮盐又与苯胺作用发生偶合反应生成红色染料，该红色染料的色度值与苯胺的浓度呈一定的线性关系。

A.10.2 干扰和消除

酚含量 $\leq 100mg/L$ ，甲醇、乙醇、丙酮时 $\leq 5000mg/L$ 对此反应无干扰。

A.10.3 pH 和反应时间

待测水样的 pH 值应控制在 ≤ 7 ；加入助剂后应严格控制反应时间在 2~3 分钟之内，测试时间要严格控制在 10~12 分钟，否则会使读数偏高。

A.11 磷酸盐

A.11.1 方法原理

在酸性条件和钼盐存在下，正磷酸盐与钼酸铵反应生成磷钼杂多酸后，被还原剂还原，生成蓝色的络合物，该蓝色络合物的色度值与磷酸盐的浓度呈一定的线性关系。

A.11.2 干扰和消除

a) 砷化物浓度大于磷酸盐含量时对此反应有干扰, 应预先用硫代硫酸钠除去。1%的硫代硫酸钠 5ml 可掩蔽 0.10mg 的砷;

b) $\text{Fe}^{3+} \leq 50\text{mg/L}$ 时无干扰;

c) $\text{Na}_2\text{SO}_4 \geq 500\text{mg/L}$ 对此反应有正干扰, $\text{Cl}^- \geq 300\text{mg/L}$ 对此反应有负干扰, 应预先除去。

A.11.3 pH 和反应时间

待测水样的 pH 值应控制在 ≤ 9 ; 加入助剂后水样放置时间应 < 5 分钟, 时间过长测试结果偏高, 测试时间要控制在 5~8 分钟。

A.11.4 注意事项

a) 反应温度在 $15^\circ\text{C} \sim 30^\circ\text{C}$ 对磷酸盐的测定基本无影响; 冬季温度过低则使测定结果偏低。

b) 因助剂有控制酸度的作用, 助剂加入量一定要准确, 以避免酸度不同引起的误差。

A.12 化学需氧量

A.12.1 方法原理

重铬酸钾溶液在强酸性介质和催化剂存在下, 经加热消解反应, 水中化学需氧量将重铬酸钾的六价铬还原为三价铬, 该氧化还原反应物的色度值与化学需氧量的浓度呈一定的线性关系。

A.12.2 干扰和消除

a) $\text{Cl}^- \leq 10,000\text{mg/L}$ 时无干扰;

b) NO_2^- 干扰一般采用氨基磺酸去除, 10 mg 氨基磺酸可掩蔽 1mgNO_2^- 。

A.12.3 pH 和反应时间

水样 PH 应 ≤ 9 。低浓度在 $130 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 加热 20 分钟, 中高浓度在 $120 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 加热 10 分钟, 冷却至室温测试。

A.12.4 注意事项

a) 反应消解温度和时间对 COD_{Cr} 的测定有较大影响, 应按照厂家的使用说明严格控制。

b) 待测水样的 pH 值应控制在 9 以下, 因为碱度过高时样品会与试剂发生剧烈反应, 此时试液易冲出测试管而使检测结果出现较大误差。

附录 B

(资料性附录)

实验室内的精密度和准确度数据

实验室内分别对高、中、低三种浓度的空白加标样品和实际样品进行了六次平行测定，精密度和准确度数据见附表 B.1。

附表B.1 准确度和精密度的测试结果

化合物名称	空白加标样品浓度 (mg/L)	相对误差 (%)	相对标准偏差 (%)	地表水样品		湖库水		工业废水处理后排水		城市污水处理厂排水	
				加标回收率 (%)	相对标准偏差 (%)	加标回收率 (%)	相对标准偏差 (%)	加标回收率 (%)	相对标准偏差 (%)	加标回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
氰化物	0.04	17	1.1	112	3.6	125	0	/	/	100	13.3
	0.06	8.3	1.6	96	1.3	105	0	/	/	83	2.9
	0.1	-6.0	3.4	93	1.1	100	2.5	/	/	/	/
氟化物	2.0	-12	0	97	7.9	76	9.6	98.0	0	94.0	6.7
	4.0	-7.0	6.6	84	8.5	93	8.2	95.0	6.8	84	6.2
	8.0	-7.0	6.8	87	3.5	89	6.4	98	3.7	94	6.4
硫化物	4.0	-1.0	1.1	90	0	98	3.7	98	3.7	/	/
	10.0	4.0	5.2	98	1.2	95	4.1	97	5.1	85	6.4
	15.0	-1.3	2.5	88	0	90	4.2	92	2.5	87	2.2
二价锰	5.0	20	9.1	93	10	90	12	99	0	93	10.4
	10	10	0	100	0	81	8.5	105	20	103	5.2
	15	6.7	3.5	101	2.7	103	7.2	80	0	101	2.7
六价铬	0.5	20	0	111	1.8	88	5.7	105	7.9	94	10
	1.0	-5.0	3.3	96	5.2	84	0	103	4.5	81	6.0
	3.0	-2.7	5.3	93	3.5	89	4.9	94	2.2	92	4.9
镍	0.5	6.0	19	117	0	103	6.4	117	0	117	0
	1.0	0	0	102	5.0	100	0	112	0	107	6.4
	3.0	0	0	101	2.3	101	1.7	103	3.9	103	2.3
氨氮	1.0	1.0	0	115	0	94	12	100	0	93	2.9
	8.0	1.2	1.5	106	0	116	5.0	99	1.4	115	2.9
	15	10.7	5.8	111	0	119	10	93	1.8	118	1.8

苯胺	0.2	25.0	30	90	0	85	29	/	/	97	0
	0.4	0	19	88	3.0	115	8.2	110	0	88	1.4
	1.0	-1.0	0	92	1.7	104	0	89	0	92	2.2
磷酸盐	0.5	6.0	3.8	112	0	102	0	108	5.4	101	0
	2.0	7.0	2.8	112	6.2	106	7.9	114	6.9	112	2.7
	4.0	7.0	3.3	113	4.2	97	2.8	115	3.7	116	1.9
硝酸盐氮	5.0	8.0	11	92	2.0	90	6.0	111	8.0	115	7.0
	10	0	10	99	2.0	94	6.0	99	3.0	103	4.0
	20	1.4	5.0	102	7.0	106	5.0	89	8.0	88	6.0
亚硝酸盐氮	0.6	8.3	8.4	112	0	70	3.1	72	5.4	79	5.7
	1.0	5.5	3.2	112	6.0	107	7.9	82	4.0	82	7.7
	3.0	8.1	3.0	113	4.1	99	4.2	94	4.1	89	2.7
CODCr (低)	50	7.0	9.2	86	6.9	85	8.0	90	19	90	9.0
	100	7.0	2.6	94	6.5	92	9.0	96	7.0	93	7.0
	450	3.0	3.7	109	2.7	108	6.0	95	15	91	7.0

附录 C

(资料性附录)

真空检测管方法性能验证试验推荐方法

C1.空白试验

选取有效期内的真空检测管，用无任何干扰的实验用水进行空白试验，当测定结果小于检出限时，说明所用真空检测管内试剂或其它参与反应试剂没有明显干扰。在此基础上才能继续进行其它实验测定。

C2 检出限

使用性能良好的电子比色计和真空检测管，按照仪器说明书给出的检出限的4倍配置标准溶液，测定结果和理论值相对偏差在20%以内，可认为方法检出限可用，否则应和仪器公司联系，重新测定方法的检出限。

C3 精密度验证

分别配置低、中、高三个浓度的标准样品，低浓度应在测定下限附近，中浓度在测定范围中点附近，高浓度在测定上限附近。每个浓度配置6个平行样进行测定，其相对标准偏差应控制在30%以内。

C4 准确度验证

真空检测管的准确度，可通过测定有证标准物质和实际样品加标回收实验验证。当测定有证标准物质时，测定值和有证标准物质的中值相对误差应小于20%；选取具有代表性的地表水和废水实际样品进行加标回收实验，加标后浓度可参考C3中低、中、高的范围，回收率应在70%~130%之间。

在完成上述实验内容并全部合格后，方可认为测定项目达到了本标准的要求。
