

---

附件八：

HJ

中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□-20□□

水质 应急监测 检测管法

Water quality-Emergency Monitoring-Method of Testing Tube

（征求意见稿）

20□□-□□-□□发布

20□□-□□-□□实施

---

环 境 保 护 部 发布



# 目 次

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

## 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、苯胺和磷酸盐等污染物的检测管法。

本标准首次发布。

本标准附录 A 为规范性附录，附录 B 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站。

本标准环境保护部 20□□年□□月□□日批准。

本标准自 20□□年□□月□□日起实施。

本标准由环境保护部解释。

# 水质 应急监测 检测管法

## 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、苯胺和磷酸盐等污染物的检测管法。

本标准适用于地表水、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、苯胺和磷酸盐等污染物的快速定性、半定量分析。也适用于受污染的地下水和海水中污染物的快速定性、半定量分析。其他的污染物项目如果通过验证也可适用于本标准。

本方法的检出限，见表1。

表1 本方法的检出限

序号	待测物名称	检出限 (mg/L)
1	氰化物	0.01
2	氟化物	0.5
3	硫化物	0.1
4	二价锰	1.0
5	六价铬	0.1
6	镍	0.2
7	氨氮	0.2
8	苯胺	0.2
9	磷酸盐	0.2

## 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 493	水质采样 样品的保存和管理技术规范
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 方法原理

使用真空玻璃检测管，按照使用说明将检测管前端的毛细管在水样中折断，使水样定量吸入管中，水中待测物与测试液快速定量反应，生成有色化合物。有色化合物颜色的深浅与

水样中的待测物含量成正比。通过电子比色计，直接读出水样中待测物的含量。

具体测定每种污染物项目的方法原理见附录 A。

#### **4 干扰和消除**

4.1 每项污染物的干扰和消除见附录 A。一般情况下，可以同实验室分析方法通过分离或掩蔽等处理方式消除污染物测定的干扰。

4.2 水中悬浮物质、沉淀或藻类会对不需要进行加热消解测定的污染物产生干扰，可以通过过滤、蒸馏或絮凝沉淀消除干扰；在测定浓度范围允许的情况下，也可通过稀释的方法消除干扰。

4.3 通过加标回收试验结果判断水样颜色是否产生干扰。当水样的色度对测定产生干扰时，同实验室分析方法消除干扰，如蒸馏或絮凝沉淀等；在测定浓度范围允许的情况下，也可通过稀释消除干扰。

#### **5 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。实验用水均使用无干扰试剂的纯水。按照检测管的使用说明进行试剂的制备。

5.1 专用助剂：固体或液态试剂。插入显色管前定量加入水样中进行规定时间的反应，辅助特定污染物检测，具体操作参考检测管使用说明书。

#### **6 仪器和设备**

6.1 电子比色计，或其他等效光度计。

6.2 检测管，玻璃材质、真空封装一定量的试剂。

6.3 加热装置，专为检测管加热设计，可对部分需要加热反应的检测管进行不同温度的加热，如氰化物等。

6.4 一般实验室常用仪器和设备。

#### **7 样品**

7.1 样品的采集：按照 HJ/T 91 和 HJ/T 164 等相关规定进行水样的采集。

7.2 样品保存：样品应尽快现场测定，不需要添加固定剂。样品如需保存，应按照 HJ 493 的相关规定进行。

## 8 分析步骤

根据水样中待测物的种类和浓度选择相应品种和规格的检测管。

8.1 参考仪器说明书，定量移取水样，并加入一定量的专用助剂（5.1），混合均匀。

注：不须加入专用助剂的项目不需要定量移取样品，直接进行 8.2 操作。

8.2 将检测管前端的毛细管在水样中折断，管内负压即刻将水样定量吸入管中。然后取出检测管并上下振摇几次，使管中待测物和测试液反应均匀。

注：部分污染物（氰化物等）需要进行加热反应，应严格控制检测管的加热温度和时间。加热后的检测管应放置冷却，待测。同批次测试样品放置的时间应保持一致。

8.3 将检测管插入电子比色计（6.1）插孔，按照仪器说明书操作，直接读数。

## 9 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。如果样品经过稀释，最后的测定结果应乘以稀释倍数。

当测定结果小于 1mg/L 时，保留到小数点后两位；当测定结果大于等于 1 mg/L 时，保留三位有效数字。

## 10 精密度和准确度

### 10.1 精密度

实验室内分别对高、中、低三种浓度的目标物进行六次平行测定，相对标准偏差为 0~30%，详见附录 B。

### 10.2 准确度

实验室内对两种实际样品进行了加标分析测定，加标回收率为 58%~125%，详见附录 B。

## 11 质量保证和质量控制

11.1 每分析一个样品应同时做一对平行样测定；同一样品在进行测试时，应同时进行一对样品加标回收测定，以判断基质存在的干扰。

11.2 每分析一批样品应做一个标准控制样品测定。

11.3 结果报出时应同时给出同批分析的质控数据，包括平行样、加标回收、方法检出限等。

11.4 电子比色计或其他等效仪器使用一段时间后，须由厂家重新校准。

## **12 注意事项**

- 12.1 检测管和专用助剂必须在规定的条件下贮存，并在保质期内使用。
- 12.2 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伤害。

## **13 废物处理**

使用后的检测管不要随便丢弃，视实验室废物进行安全处置。

## 附录 A

### (规范性附录)

#### 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<sup>-</sup>)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

游离氨基化合物≤30mg/L 时不干扰。

###### A.1.3 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) 如果检测管吸入水样后未经加热即开始呈现显色反应,说明水样中氰化物浓度过高,应稀释适当倍数后再测。

##### A.2 氟化物

###### A.2.1 方法原理

氟化物(F<sup>-</sup>)与羟基萘醌类测试液在镉存在下反应生成有色络合物,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) 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水样量和专用氟助剂加入量。
- b) SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>≤200mg/L、NO<sub>2</sub><sup>3-</sup>≤150mg/L 时不干扰测定。当超过此浓度时可使用蒸馏法消除。

##### 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)  $\text{SO}_3^{2-}$  和  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  均  $\leq 20\text{mg/L}$  时不干扰测定。

b) 水样中硫化物浓度  $\geq 20\text{mg/L}$  时显示颜色会降低，应稀释适当倍数后再测。

### A.3.3 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  $40\sim 60^\circ\text{C}$  的待测水样，2 分钟内即可显色完全；常温  $20\sim 30^\circ\text{C}$  时 5 分钟显色完全。而对于冬天低温待测水样，显色时间应适当延长，需确保显色完全。

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 二价锰

### A.4.1 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与二价锰的浓度呈一定的线性关系。

### A.4.2 干扰和消除

亚硝酸盐对此反应有干扰，应预先除去。

### A.4.3 注意事项

待测水样的 pH 值应控制在  $5\sim 8$  之间。

## A.5 六价铬

### A.5.1 方法原理

六价铬与二苯碳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，生成有色络合物，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.6 镍离子

### A.6.1 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.6.2 干扰和消除

$\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Mn}^{2+} \geq 20\text{mg/L}$ 、 $\text{Cu}^{2+} \geq 50\text{mg/L}$  时对此反应有干扰，应预先除去。 $\text{CN}^-$ 对此反应无干扰。

## A.6.3 注意事项

- a) 待测水样的 PH 值应控制在 7-11 之间。
- b) 待测水样若含有较多悬浮物，应加硝酸硝化后再按本方法测定。

## A.7 氨氮

### A.7.1 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棕色络合物，该络合物的色度与氨氮的浓度呈一定的线性关系。

### A.7.2 干扰和消除

$\text{Ca}^{2+}$ 和  $\text{Mg}^{2+}$  总量  $\leq 200\text{mg/L}$  时无干扰；硫化物对此反应有干扰，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.7.3 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) 水样若成份复杂，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.8 苯胺

### A.8.1 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.8.2 干扰和消除

酚含量  $\geq 100\text{mg/L}$  时对此反应有干扰，应预先除去。

### A.8.3 注意事项

- a) 加入助剂后应严格控制反应时间在 2-3 分钟之内。
- b) 待测水样的 pH 值应控制在  $\leq 7$ 。

## A.9 磷酸盐

#### A.9.1 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与磷酸盐的浓度呈一定的线性关系。

#### A.9.2 干扰和消除

砷化物对此反应有干扰，应预先用硫代硫酸钠除去。

#### A.9.3 注意事项

该测试管显色速度与水样温度有关，20~30℃应控制在3分钟时读数，20℃以下时应适当延长反应时间。

## 附录 B

### (资料性附录)

#### 精密度和准确度

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 (%)	实际样品 100ml 加标后浓度 (mg/L)	地表水样品		污水样品	
					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	0.02	100	4	95	13
	0.06	9	1.6	0.04	96	2	100	4
	0.1	6	3.4	/	95	1	/	/
氟化物	2	12	0	2	97	8	94	7
	4	7	7	4	84	9	84	7
	8	7	7	8	87	4	94	7
硫化物	4	1	1.1	/	76	0	/	/
	10	4	5.2	4	98	1.2	66	6.5
	15	2	2.5	6	88	0	68	2.2
二价锰	5	14	9.1	5	93	11	93	11.1
	10	10	0	10	100	0	103	5.0
	15	4	3.5	15	101	3	101	2.7
六价铬	0.5	20	0	0.6	111	1.8	94	10
	1	5	3.3	1	96	5.2	68	6
	3	3	5.3	3	93	3.6	58	5
镍	0.5	7	19	0.6	117	0	117	0
	1	0	0	1	102	5.2	107	6.7
	3	0	0	3	101	2.2	103	2.2
氨氮	1	1	0	1	115	0	93	3
	8	2	1.5	8	106	2.5	124	3
	15	11	5.8	15	111	1.3	118	2
苯胺	0.2	25	30	0.2	90	5.8	97	0

	0.4	0	19	0.8	88	1.5	88	3
	1	1	0	1.5	92	2.1	92	2
磷酸盐	0.5	6	4	0.5	112	0	120	0
	2	7	3	2	112	6	112	3
	4	7	4	4	113	4	116	2

---