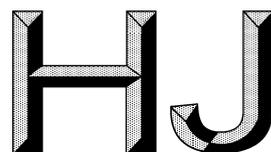


附件 6



中华人民共和国国家环境保护标准

HJ□□□□—20□□

代替 GB/T16489-1996

水质 硫化物的测定

亚甲基蓝分光光度法

Water quality—Determination of sulfide
—Methylene blue spectrophotometric method

(征求意见稿)

20□□-□□-□□发布

20□□-□□-□□实施

生态环境部 发布

目 次

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

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》，保护生态环境，保障人体健康，规范水中硫化物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定水中硫化物的亚甲基蓝分光光度法。

本标准是对《水质 硫化物的测定 亚甲基蓝分光光度法》（GB/T 16489-1996）的修订。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

本标准首次发布于 1996 年，原标准起草单位为中国石油化工总公司和中国环境监测总站。本次为第一次修订，修订的主要内容如下：

- 修订了适用范围；
- 修订了方法检出限；
- 删除沉淀分离法；
- 增加了“酸化-蒸馏-吸收”前处理方法；
- 增加了测定可溶性硫化物的内容；
- 增加了质量保证和质量控制；
- 增加了废物处理。

自本标准实施之日起，原国家环境保护局 1996 年 4 月 26 日发布的《水质 硫化物的测定 亚甲基蓝分光光度法》（GB/T 16489-1996）废止。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准起草单位：大连市生态环境事务服务中心。

本标准验证单位：辽宁省环境监测实验中心、天津市生态环境监测中心、青岛市环境监测中心站、鞍山市环境监测实验中心站、锦州市监测实验中心站、抚顺市监测实验中心站。

本标准生态环境部 20□□年□□月□□日批准。

本标准自 20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水质 硫化物的测定 亚甲基蓝分光光度法

警告：实验中所使用的硫酸、盐酸有较强的腐蚀性，N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐和硫化氢有一定的毒性，操作时应按规定要求佩戴防护器具，避免直接接触，样品前处理过程应在通风橱中进行。

1 适用范围

本标准规定了测定水中硫化物的亚甲基蓝分光光度法。

本标准适用于地表水、地下水、海水、生活污水和工业废水中硫化物的测定。

当样品量为200 ml，使用光程为10 mm比色皿时，方法检出限为0.01 mg/L，测定下限为0.04 mg/L；使用光程为30 mm比色皿时，方法检出限为0.003 mg/L，测定下限为0.012 mg/L。

2 规范性引用文件

本标准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。

GB 173783.3 海洋监测规范 第3部分：样品采集、贮存与运输

GB/T 14581 水质湖泊和水库采样技术指导

HJ 493 水质 样品的保存和管理技术规定

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 91.1 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。

硫化物 sulfide

酸化后能生成硫化氢的水和悬浮物中的硫化物。

4 方法原理

样品中的硫化物经酸化、加热氮吹或蒸馏后，产生的硫化氢用氢氧化钠溶液吸收，生成的硫离子在硫酸铁铵酸性溶液中与N,N-二甲基对苯二胺反应生成亚甲基蓝，于665 nm波长处测定其吸光度，硫化物含量与吸光度值成正比。

5 干扰和消除

主要干扰物为 SO_3^{2-} 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、 SCN^- 、 NO_2^- 、 CN^- 和部分重金属离子。硫化物含量为0.3 mg/L

时,样品中干扰物质的最高允许含量分别为 SO_3^{2-} 700 mg/L、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 900 mg/L、 SCN^- 900 mg/L、 NO_3^- 200 mg/L、 I^- 400 mg/L、 CN^- 5 mg/L、 Cu^{2+} 2 mg/L、 Pb^{2+} 25 mg/L、 Hg^{2+} 4 mg/L。 NO_2^- 可与亚甲基蓝反应,使测定结果偏低, NO_2^- 浓度(以N计)高于2.0 mg/L时,本方法不适用。

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,实验用水为去离子除氧水。

6.1 去离子除氧水:将蒸馏水通过离子交换柱制得去离子水,通入氮气至饱和(以200 ml/min~300 ml/min的速度通氮气约20 min),以除去水中溶解氧。制得的去离子除氧水应立即盖严,并存放于玻璃瓶内,现用现制;或使用纯水机新制备的超纯水。

6.2 硫酸(H_2SO_4): $\rho=1.84$ g/ml。

6.3 盐酸(HCl): $\rho=1.19$ g/ml,优级纯。

6.4 氢氧化钠(NaOH)。

6.5 N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐 $[\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{N}(\text{CH}_3)_2\cdot 2\text{HCl}]$ 。

6.6 硫酸铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2\cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 。

6.7 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 。

6.8 抗坏血酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$)。

6.9 乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

6.10 盐酸溶液:1+1(V/V)。

量取250 ml盐酸(6.3)缓慢注入250 ml水中,冷却。

6.11 乙酸锌溶液: $c[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2]=1$ mol/L

称取220 g乙酸锌(6.7),溶于水(6.1)并稀释至1000 ml,若浑浊需过滤后使用。

6.12 氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH})=10$ g/L。

称取10.0 g氢氧化钠(6.4)溶于1000 ml水(6.1)中,摇匀。

6.13 抗氧化剂溶液。

称取4.0 g抗坏血酸(6.8)、0.2 g乙二胺四乙酸二钠(6.9)、0.6 g氢氧化钠(6.4)溶于100 ml水(6.1)中,摇匀并贮存于棕色试剂瓶中。现用现配。

6.14 N,N-二甲基对苯二胺溶液: $\rho[\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{N}(\text{CH}_3)_2\cdot 2\text{HCl}]=2$ g/L。

称取2.0 g N,N-二甲基对苯二胺盐酸盐(6.5)溶于700 ml水中,缓缓加入200 ml硫酸(6.2),冷却后用水稀释至1000 ml,摇匀。此溶液室温下贮存于密闭的棕色瓶内,可稳定三个月。

6.15 硫酸铁铵溶液: $\rho[\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2]=100$ g/L。

称取25.0 g硫酸铁铵(6.6)溶于100 ml水(6.1)中,缓缓加入5.0 ml硫酸(6.2),冷却后用水稀释至250 ml,摇匀。溶液如出现不溶物,应过滤后使用。

6.16 硫化物标准溶液:可直接购买市售有证标准物质或自行配制,配制和标定方法见附录A。

6.17 硫化物标准使用液: $\rho(\text{S}^{2-})=10.00$ mg/L。

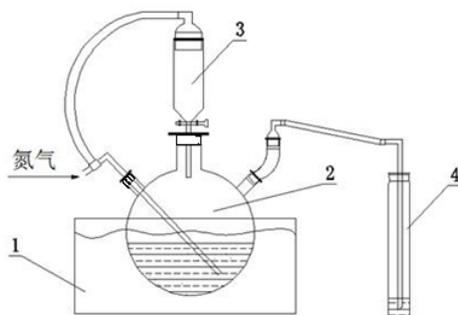
将一定量硫化物标准溶液(6.16)移入到已加入2.0 ml氢氧化钠溶液(6.12)和适量的水(6.1)的100 ml棕色容量瓶中,用水(6.1)定容,配制成含硫离子浓度为10.00 mg/L的

硫化物标准使用液。现用现配。

6.18 氮气：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

7 仪器和设备

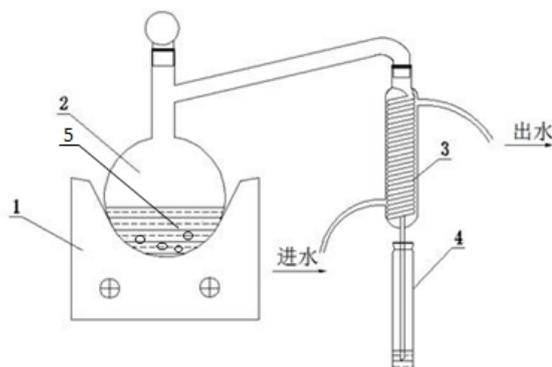
7.1 酸化-吹气-吸收装置（图1）。



1—水浴；2—500 ml反应瓶；3—加酸分液漏斗；4—100 ml吸收管。

图1 硫化物“酸化-吹气-吸收”装置示意图

7.2 酸化-蒸馏-吸收装置（图2）。



1—加热装置；2—500 ml蒸馏瓶；3—冷凝管；4—100 ml吸收管；5—防爆玻璃珠。

图2 硫化物“酸化-蒸馏-吸收”装置示意图

7.3 分光光度计：具10 mm和30 mm比色皿。

7.4 吸收管：100 ml具塞比色管。

7.5 200 ml棕色具塞磨口玻璃瓶。

7.6 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 样品采集和保存

样品使用200 ml棕色具塞磨口玻璃采样瓶，按照HJ 493、GB/T 14581、HJ/T 91、HJ/T 91.1和HJ/T 164的相关规定进行样品的采集。

采样时，先加乙酸锌溶液（6.11），再加水样近满瓶，然后加氢氧化钠溶液（6.12），最后加抗氧化剂溶液（6.13），盖盖后不留液上空间。通常乙酸锌溶液的加入量为每升水样加2 ml，氢氧化钠溶液的加入量为每升水样加1 ml，抗氧化剂的加入量为每升水样加2 ml。硫化物含量较高时应酌情多加乙酸锌溶液（6.11）直至沉淀完全。固定后样品于4 d内测定。

在采样现场用实验用水代替水样同样步骤加入乙酸锌溶液（6.11）、氢氧化钠溶液（6.12）和加抗氧化剂溶液（6.13）后，作为全程序空白样品带回实验室。

注1：当测定可溶性硫化物时，样品需经0.45 μm滤膜过滤后固定。

8.2 试样的制备

8.2.1 “酸化-吹气-吸收”法

取200 ml混匀的水样，或适量样品加水稀释至200 ml，迅速转移至500 ml反应瓶中，再加入5 ml抗氧化剂溶液（6.13），轻轻摇动。量取20.0 ml氢氧化钠溶液（6.12）于100 ml吸收比色管中作为吸收液，导气管下端插入吸收液液面下，以保证吸收完全。连接好装置，关闭加酸分液漏斗活塞，在分液漏斗中加入10 ml盐酸溶液（6.10），开启氮气，调整氮气（6.18）流量至300 ml/min，5 min后，开启水浴装置使温度升至60℃~70℃。打开活塞缓慢注入10 ml盐酸于反应瓶中，关闭加酸分液漏斗活塞。连续吹气30 min，关闭气源。断开导气管，用少量水冲洗导气管，并入吸收液中，加水至约60 ml，待测。

注2：因氮气中含有一定量氧气，能氧化硫化氢，因此低浓度试样(如海水、地下水)不建议使用“酸化-吹气-吸收”法制备样品。

8.2.2 “酸化-蒸馏-吸收”法

取200 ml混匀的水样，或适量样品加水稀释至200 ml，迅速转移至500 ml蒸馏瓶中，再加入5 ml抗氧化剂（6.13），轻轻摇动，加数粒玻璃珠。量取20.0 ml氢氧化钠溶液（6.12）于100 ml吸收比色管中作为吸收液，馏出液导管下端插入吸收液液面下，以保证吸收完全。打开冷凝水，向蒸馏瓶中迅速加入10 ml盐酸溶液（6.10），并立即盖紧塞子，打开温控电炉，调节合适加热温度，以2 ml/min~4 ml/min的馏出速度进行蒸馏。当比色管中的溶液达到约60 ml时，停止蒸馏。断开导气管，用少量水冲洗馏出液导管，并入吸收液中，待测。

8.3 空白试样的制备

用水（6.1）代替实际样品，按照与试样的制备（8.2）相同的步骤进行实验室空白试样的制备。

9 分析步骤

9.1 标准曲线的建立

取6支100 ml具塞比色管，各加20 ml氢氧化钠吸收液（6.12），分别量取0.00 ml、0.50 ml、1.00 ml、2.00 ml、4.00 ml、7.00 ml硫化物标准使用溶液（6.17）移入各比色管，加水（6.1）至约60 ml，沿比色管壁缓慢加入10 ml N,N—二甲基对苯二胺溶液（6.14），立即密塞并缓慢倒转一次，拔塞开小口加1 ml硫酸铁铵溶液（6.15），立即密塞并充分摇匀，配制成浓度为0.00 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、40.0 μg/L、70.0 μg/L的标准序列，放置10 min后，用水（6.1）定容至标线，摇匀。使用10 mm比色皿，以水（6.1）作参比，在波长665 nm处测量吸光度。以硫化物的含量(μg)为横坐标，以扣除零浓度点后的吸光度值为纵坐标，绘制测定高浓度样品的标准曲线。

分别量取0.00 ml、0.20 ml、0.50 ml、1.00 ml、1.50 ml、2.00 ml硫化物标准使用液（6.17），按上述步骤，配制成浓度为0.00 μg/L、2.0 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L、15.0 μg/L、20.0 μg/L的标准序列，用30 mm比色皿比色，绘制用于测定低浓度样品的标准曲线。

9.2 试样的测定

按照与标准曲线的建立（9.1）相同的步骤进行试样（8.2）吸光度的测定。

9.3 空白试验

按照与试样测定（9.2）相同的步骤测定空白试样（8.3）的吸光度。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

样品中的硫化物浓度 ρ (mg/L)，按照公式（1）进行计算：

$$\rho(S^{2-}) = \frac{A - A_0 - a}{b \times V} \quad (1)$$

式中： ρ (S^{2-})——样品中硫化物的浓度，mg/L；

A ——试样的吸光度；

A_0 ——试剂空白（每批样品按步骤 9.1 制备的零浓度点）的吸光度；

a ——标准曲线的截距；

b ——标准曲线的斜率；

V ——试样的体积，ml。

10.2 结果表示

测定结果小数点后位数与检出限一致，最多保留三位有效数字。

11 精密度和准确度

11.1 精密度

当样品量为200 ml，用10 mm比色皿，6家实验室对硫化物浓度为低、中、高浓度的空白加标样品和1个实际加标样品采用“酸化-吹气-吸收法”和“酸化-蒸馏-吸收法”平行测定6次，实验室内相对标准偏差范围为13%~19%、5.5%~13%、2.8%~7.7%、6.6%~13%；实验室间相对标准偏差范围为3.1%~4.1%、5.2%~6.7%、6.4%~6.9%、12.3%~14.9%；重复性限范围分别为0.01 mg/L~0.01 mg/L、0.02 mg/L~0.03 mg/L、0.04 mg/L~0.05 mg/L、0.02 mg/L~0.03 mg/L，再现性限范围分别为0.01 mg/L~0.01 mg/L、0.02 mg/L~0.03 mg/L、0.04 mg/L~0.05 mg/L、0.02 mg/L~0.03 mg/L。

当样品量为200 ml，用30 mm比色皿，6家实验室对加标浓度为低、中、高浓度的硫化物实际样品采用“酸化-蒸馏-吸收法”制样并测定6次，实验室内相对标准偏差为11%~14%、6.2%~12%、3.8%~9.8%；实验室间相对标准偏差为4.3%、4.1%、3.3%，重复性限分别为0.01 mg/L、0.03 mg/L、0.04 mg/L，再现性限分别为0.01 mg/L、0.03 mg/L、0.04 mg/L。

11.2 准确度

当样品量为200 ml，用10 mm比色皿，6家实验室对硫化物浓度为低、中、高浓度的空白加标和实际加标样品采用“酸化-吹气-吸收法”和“酸化-蒸馏-吸收法”平行测定6次，加标回收率范围为62.8%~110%。

当样品量为200 ml，用30 mm比色皿，6家实验室对硫化物浓度为低、中、高浓度的实际加标样品采用“酸化-蒸馏-吸收法”平行测定6次，加标回收率范围为63.2%~94.8%。

精密度和准确度具体数据见附录B。

12 质量保证和质量控制

12.1 空白试验

每批样品应至少采集一个全程序空白样品和制备一个实验室空白样品，其测定结果应低于方法检出限。

12.2 标准曲线

标准曲线回归方程的相关系数应大于等于 0.999。每批样品应测定一个标准曲线中间点，其测定结果与标准曲线相应点浓度的相对偏差不超过 10%。

12.3 精密度

每批样品应至少测定10%的平行双样，样品数量不足10个时，应至少测定1个平行双样。平行双样测定结果相对偏差应≤30%。

12.4 准确度

每批样品应至少测定5%的基体加标样品，样品数量不足10个时，应至少测定1个基体加标样品，加标回收率应在60%~120%之间，或测定有证标准物质，结果应在保证值范围内。

13 废物处理

对实验过程中产生的废物，应放置于适当的密闭容器中保存，并做好相应标识，委托有资质的单位进行处理，防止对人员及环境造成危害。

14 注意事项

14.1 玻璃器皿的接口均应采用磨口设计，以防止漏气，各连接管最好采用玻璃管连接。

14.2 当采用硅胶管连接时，若加标回收率明显降低，应立即更换，以避免硅胶管老化对硫化氢气体产生吸附。

14.3 显色时，加入的N,N-二甲基对苯二胺和硫酸铁铵两种试剂均含有硫酸，所以在加入这两种试剂时，均应沿比色管壁缓慢加入，然后迅速密塞混匀，避免硫化氢逸出损失。

14.4 试样制备过程中，应注意检查吹气或蒸馏装置的气密性，以防止发生漏气导致硫化氢挥发。若发生漏气，应重新取样进行分析。

附录 A
(规范性附录)
硫化物标准溶液的配制和标定

A. 1 可溶性淀粉 $[(C_6H_{10}O_5)_n]$ 。

A. 2 碘 (I_2)。

A. 3 碘化钾 (KI)。

A. 4 硫代硫酸钠 ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)。

A. 5 无水碳酸钠 (Na_2CO_3)。

A. 6 硫化钠 ($Na_2S \cdot 9H_2O$)。

A. 7 重铬酸钾 ($K_2Cr_2O_7$): 基准试剂。

取适量重铬酸钾于称量瓶中, 置于 $105^\circ C$ 烘箱中干燥 2 h, 于干燥器内冷却, 备用。

A. 8 硫酸溶液: 1+5 (V/V)。

量取 20.0 ml 硫酸 (6.2) 缓慢注入 100 ml 水中, 冷却。

A. 9 淀粉溶液: $\rho[(C_6H_{10}O_5)_n]=10\text{ g/L}$ 。

称取 1.0 g 可溶性淀粉 (A. 1), 用少量水调成糊状, 慢慢倒入 50 ml 沸水, 继续煮沸至溶液澄清, 定容至 100 ml, 冷却后贮存于试剂瓶中。临用现配。

A. 10 重铬酸钾标准溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1000\text{ mol/L}$ 。

准确称取 4.9032 g 重铬酸钾 (A. 7) 溶于 100 ml 水中, 转移至 1000 ml 容量瓶, 稀释至标线, 摇匀。

A. 11 碘标准溶液: $c(1/2I_2)\approx 0.01\text{ mol/L}$ 。

准确称取 1.27 g 碘 (A. 2) 溶于 100 ml 水中, 再加入 10.0 g 碘化钾 (A. 3), 溶解后转移至 1000 ml 棕色容量瓶, 稀释至标线, 摇匀。临用现配。

A. 12 硫代硫酸钠标准溶液: $c(Na_2S_2O_3)\approx 0.1\text{ mol/L}$ 。

称取 24.8 g 硫代硫酸钠 (A. 4) 溶于水, 加 1 g 无水碳酸钠 (A. 5), 移入 1000 ml 棕色容量瓶, 用水稀释至标线, 摇匀, 放置一周后标定其准确浓度。溶液如呈现浑浊, 必须过滤。

标定方法: 在 250 ml 碘量瓶中, 加 1 g 碘化钾 (A. 3) 和 50 ml 水 (6.1), 加 15.00 ml 重铬酸钾标准溶液 (A. 10), 振摇至完全溶解后。加 5 ml 硫酸溶液 (A. 8), 立即密塞摇匀。于暗处放置 5 min 后, 用待标定的硫代硫酸钠标准溶液滴至溶液呈淡黄色时, 加 1 ml 淀粉溶液 (A. 9), 继续滴定至蓝色刚好消失为终点。记录硫代硫酸钠标准溶液的用量, 同时作空白滴定。

硫代硫酸钠标准溶液的准确浓度按公式 (A1) 进行计算:

$$c(Na_2S_2O_3) = \frac{0.1000 \times 10.00}{V_1 - V_0} \quad (A1)$$

式中: $c(Na_2S_2O_3)$ ——硫代硫酸钠标准溶液浓度, mol/L;

0.1000——重铬酸钾标准溶液浓度, mol/L;

10.00——重铬酸钾标准溶液体积, ml;

V_1 ——滴定重铬酸钾标准溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积, ml;

V_0 ——滴定空白溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，ml。

A. 13 硫化物标准溶液： $\rho(\text{S}^{2-}) \approx 100 \text{ mg/L}$ 。

取一定量结晶状硫化钠（A.6）于布氏漏斗小烧杯中，用水淋洗除去表面杂质。用干滤纸吸去水分后，称取约0.75 g溶于少量水，移入100 ml棕色容量瓶。用水（6.1）稀释至标线，摇匀后标定其准确浓度。每次配制硫化物标准使用液之前，均应标定硫化物标准溶液的浓度。

标定方法：在250 ml碘量瓶中，加10 ml氢氧化钠溶液（6.12）、10.00 ml待标定的硫化物标准溶液（6.16）和20.00 ml碘标准溶液（A.11）。用水稀释至约60 ml，加5 ml硫酸溶液（A.8），立即密塞摇匀。于暗处放置5 min后，用硫代硫酸钠标准溶液（A.12）滴定至溶液呈淡黄色时，加1 g淀粉溶液（A.9），继续滴定至蓝色刚好消失为终点。记录硫代硫酸钠标准溶液（A.12）的用量，同时以10 ml水代替硫化物标准溶液，作空白滴定。

硫化物标准溶液的浓度按公式（A2）进行计算：

$$\rho(\text{S}^{2-}) = \frac{(V_1 - V_0) \times c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times 16.03 \times 1000}{10.00} \quad (\text{A2})$$

式中： $\rho(\text{S}^{2-})$ ——硫化物标准溶液的浓度，mg/L；

V_1 ——滴定硫化物标准贮备液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，ml；

V_0 ——滴定空白溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，ml；

$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，mol/L；

16.03——硫化物(1/2S²⁻)的摩尔质量，g/mol；

10.00——待标定的硫化物标准贮备液体积，ml。

附录 B
(资料性附录)
方法的精密度和准确度

B.1 精密度数据汇总表

B.1.1 10 mm 比色皿精密度数据汇总表

物质名称	前处理方法	样品类型	浓度 (mg/L)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/L)	再现性限 (mg/L)	
硫化物	酸化-吹气-吸收	空白样品加标	0.03	13~17	3.1	0.01	0.01	
			0.10	5.5~13	6.7	0.03	0.03	
			0.30	2.8~6.6	6.4	0.04	0.04	
	酸化-蒸馏-吸收	实际样品加标	0.10	7.6~13	14.9	0.02	0.02	
			空白样品加标	0.03	13~19	4.1	0.01	0.01
				0.10	7.3~9.9	5.2	0.02	0.02
0.30	3.4~7.7	6.9	0.05	0.05				
0.10	6.6~13	12.3	0.03	0.03				

B.1.2 30 mm 比色皿精密度数据汇总表

物质名称	前处理方法	样品类型	浓度 (mg/L)	实验室内相对标准偏差 (%)	实验室间相对标准偏差 (%)	重复性限 (mg/L)	再现性限 (mg/L)
硫化物	酸化-蒸馏-吸收	实际样品加标	0.01	11~14	4.3	0.01	0.01
			0.05	6.2~12	4.1	0.03	0.03
			0.09	3.8~9.8	3.3	0.04	0.04

B.2 准确度数据汇总表

B.2.1 10 mm 比色皿准确度数据汇总表

物质名称	前处理方法	样品类型	浓度 (mg/L)	加标回收率 (%)	
硫化物	酸化-吹气-吸收	空白加标	0.03	63.3~68.9	
			0.10	81.7~95.7	
			0.30	84.4~99.4	
	酸化-蒸馏-吸收	实际样品加标	0.10	72.3~110	
			空白加标	0.03	62.8~69.4
				0.10	77.3~90.7
0.30	80.1~95.7				
0.10	77.3~103				

B.2.2 30 mm 比色皿准确度数据汇总表

物质名称	前处理类型	样品类型	浓度 (mg/L)	加标回收率 (%)
硫化物	酸化-蒸馏-吸收	实际样品加标	0.01	63.2~69.8
			0.05	75.7~85.3
			0.09	87.2~94.8

注：实际样品包括地表水、生活污水和工业废水。