



中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1460—2026

固体废物 氰化物的测定 硝酸银滴定法

Solid waste—Determination of cyanide—Silver nitrate titration

本电子版为正式标准文件，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2026-01-20发布

2026-05-01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 2

6 试剂和材料 2

7 仪器和设备 3

8 样品 4

9 分析步骤 5

10 结果计算与表示..... 5

11 准确度..... 6

12 质量保证和质量控制..... 7

前 言

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范固体废物及其浸出液中氰化物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定固体废物及其浸出液中氰化物的硝酸银滴定法。

本标准为首次发布。

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。

本标准主要起草单位：江苏省南京环境监测中心。

本标准验证单位：长春黄金研究院有限公司、江苏省泰州环境监测中心、江苏省南通环境监测中心、江苏新锐环境监测有限公司、江苏省无锡环境监测中心、南京市生态环境监测监控中心。

本标准生态环境部 2026年1月20日批准。

本标准自 2026年5月1日起实施。

本标准由生态环境部解释。

固体废物 氰化物的测定 硝酸银滴定法

警告：氢氰酸和氰化物有剧毒，实验过程应在通风橱内操作，注意蒸馏装置的气密性。实验人员应佩戴防护器具，避免吸入呼吸道或接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定固体废物及其浸出液中氰化物的硝酸银滴定法。

本标准适用于固体废物及其浸出液中氰化物的测定。

当固体废物取样量为 5 g，氰化物（以 CN^- 计，下同）的检出限为 5 mg/kg，测定下限为 20 mg/kg；当固体废物浸出液取样体积为 200 mL，氰化物的检出限为 0.2 mg/L，测定下限为 0.8 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。凡是注明日期的引用标准，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用标准，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。其他文件被新文件废止、修改、修订的，新文件适用于本标准。

HJ/T 20 工业固体废物采样制样技术规范

HJ 298 危险废物鉴别技术规范

HJ/T 299 固体废物 浸出毒性浸出方法 硫酸硝酸法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

易释放氰化物 easily liberatable cyanide

在 $\text{pH} \approx 4$ 介质中，硝酸锌存在下，加热蒸馏能形成氰化氢的氰化物，包括全部简单氰化物（多为碱金属和碱土金属的氰化物、铵的氰化物）和锌氰络合物，不包括铁氰络合物、亚铁氰络合物、铜氰络合物、镍氰络合物和钴氰络合物。

3.2

总氰化物 total cyanide

在 $\text{pH} < 2$ 介质中，磷酸和 EDTA 存在下，加热蒸馏能形成氰化氢的氰化物，包括全部简单氰化物（多为碱金属和碱土金属的氰化物、铵的氰化物）和绝大部分络合氰化物（锌氰络合物、铁氰络合物、亚铁氰络合物、铜氰络合物、镍氰络合物等），不包括钴氰络合物。

4 方法原理

固体废物或其浸出液样品在酸性条件下经加热蒸馏，释放出的氰化氢气体被氢氧化钠溶液吸收，得到的碱性试样用硝酸银标准溶液滴定，氰离子与硝酸银作用生成可溶性的银氰络合离子 $[\text{Ag}(\text{CN})_2]^-$ ，过量的银离子与试银灵指示剂反应，溶液由黄色变为橙红色，指示滴定终点，根据硝酸银标准溶液消耗量

计算氰化物结果。

5 干扰和消除

5.1 碳酸根干扰的消除：当浸出液中碳酸根浓度大于 $2 \times 10^3 \text{ mg/L}$ （或固体废物中质量分数大于 $8 \times 10^4 \text{ mg/kg}$ ），对易释放氰化物或总氰化物测定有负干扰，可通过提高氢氧化钠吸收液浓度至 40 g/L 予以消除。

5.2 亚硝酸根干扰的消除：当浸出液中亚硝酸根浓度大于 100 mg/L （或固体废物中质量分数大于 $4 \times 10^3 \text{ mg/kg}$ ），对总氰化物测定有干扰，可在蒸馏前加适量氨基磺酸予以消除。加入 0.5 g 氨基磺酸，可消除 0.2 g 的亚硝酸根干扰。

5.3 硫化物干扰的消除：

- 当分析易释放氰化物，因浸出液中硫化物浓度大于 5 mg/L （或固体废物中质量分数大于 200 mg/kg ）影响滴定终点判定时，需先按 8.3.1（或 8.3.3）进行蒸馏，再对馏出液补加 100 mL 实验用水，并加 10 mL 硝酸银溶液（6.21）按总氰化物条件（8.3.2）进行二次蒸馏。
- 当分析总氰化物，因浸出液中硫化物浓度大于 1 mg/L （或固体废物中质量分数大于 40 mg/kg ）影响滴定终点判定时，可在蒸馏时加入 10 mL 硝酸银溶液（6.21）予以消除。

5.4 硫氰酸根干扰的消除：

- 当分析易释放氰化物，因浸出液中硫氰酸根浓度大于 500 mg/L （或固体废物中质量分数大于 $2 \times 10^4 \text{ mg/kg}$ ）影响滴定终点判定时，需先按 8.3.1（或 8.3.3）进行蒸馏，再对馏出液补加 100 mL 实验用水，并加 10 mL 硝酸银溶液（6.21）按总氰化物条件（8.3.2）进行二次蒸馏。
- 当分析总氰化物，因浸出液中硫氰酸根浓度大于 50 mg/L （或固体废物中质量分数大于 $2 \times 10^3 \text{ mg/kg}$ ）影响滴定终点判定时，需先加入 10 mL 硝酸银溶液（6.21）进行蒸馏，再对馏出液补加 100 mL 实验用水，并加 5 mL 硝酸银溶液（6.21）进行二次蒸馏。

6 试剂和材料

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂。实验用水为去离子水或蒸馏水。

- 氨基磺酸（ $\text{NH}_2\text{SO}_2\text{OH}$ ）。
- 氢氧化钠（ NaOH ）。
- 乙二胺四乙酸二钠（ EDTA-2Na ， $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）。
- 硝酸锌 $[\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 。
- 酒石酸（ $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ ）。
- 氯化钠（ NaCl ）：基准试剂。
- 硝酸银（ AgNO_3 ）。
- 铬酸钾（ K_2CrO_4 ）。
- 甲基橙（ $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$ ）。
- 试银灵（对二甲氨基亚苄基罗丹宁， $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{OS}_2$ ）。
- 磷酸（ H_3PO_4 ）： $\rho=1.69 \text{ g/mL}$ ， $w \in [83.0\% \sim 98.0\%]$ 。
- 盐酸（ HCl ）： $\rho=1.18 \text{ g/mL}$ ， $w \in [36.0\% \sim 38.0\%]$ 。
- 丙酮（ $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ）。
- 氢氧化钠溶液 I： $\rho(\text{NaOH})=20 \text{ g/L}$ 。

称取 20.0 g 氢氧化钠（6.2）溶于水中，稀释至 1000 mL ，摇匀，贮于聚乙烯容器中，可保存 12 个月。

6.15 氢氧化钠溶液 II: $\rho(\text{NaOH})=100 \text{ g/L}$ 。

称取 10.0 g 氢氧化钠 (6.2) 溶于水中, 稀释至 100 mL, 摇匀, 贮于聚乙烯容器中, 可保存 12 个月。

6.16 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ 。

盐酸 (6.12) 和水以 1:11 的体积比混合, 可保存 12 个月。

6.17 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA-2Na) 溶液: $\rho(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=100 \text{ g/L}$ 。

称取 10.0 g 乙二胺四乙酸二钠 (6.3) 溶于水中, 稀释至 100 mL, 摇匀, 可保存 12 个月。

6.18 硝酸锌溶液: $\rho[\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]=100 \text{ g/L}$ 。

称取 10.0 g 硝酸锌 (6.4) 溶于水中, 稀释至 100 mL, 摇匀, 可保存 6 个月。

6.19 酒石酸溶液: $\rho(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6)=150 \text{ g/L}$ 。

称取 15.0 g 酒石酸 (6.5) 溶于水中, 稀释至 100 mL, 摇匀, 可保存 6 个月。

6.20 氯化钠标准溶液: $c(\text{NaCl})=0.010 0 \text{ mol/L}$ 。

将氯化钠 (6.6) 置瓷坩埚内, 经 $500^\circ\text{C} \sim 600^\circ\text{C}$ 灼烧 40 min ~ 50 min, 在干燥器内冷却, 称取 0.584 4 g 溶于适量水中, 稀释定容至 1 000 mL, 摇匀, 可保存 2 个月。

6.21 硝酸银溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.10 \text{ mol/L}$ 。

称取 17.0 g 硝酸银 (6.7) 溶于适量水中, 稀释定容至 1 000 mL, 摇匀。贮于棕色试剂瓶中, 可保存 12 个月。

6.22 硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.010 0 \text{ mol/L}$ 。

称取 1.699 g 硝酸银 (6.7) 溶于适量水中, 移至 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释定容至标线, 贮于棕色试剂瓶中, 于 4°C 以下冷藏保存, 临用前标定。也可直接购买市售有证标准物质。

硝酸银标准溶液的标定: 吸取氯化钠标准溶液 (6.20) 10.00 mL 于锥形瓶中, 加入 50 mL 水。向锥形瓶中加入 3~5 滴铬酸钾指示剂 (6.23), 将待标定的硝酸银标准溶液 (6.22) 加入棕色酸式滴定管 (7.4) 中, 在不断旋摇下, 滴定直至氯化钠标准溶液由黄色变成浅砖红色为止, 记下读数 (V)。另取 60 mL 实验用水做空白滴定, 记下读数 (V_0)。

硝酸银标准溶液浓度按式 (1) 计算:

$$c_1 = \frac{c \times 10.00}{V - V_0} \quad (1)$$

式中: c_1 ——硝酸银标准溶液浓度, mol/L;

c ——氯化钠标准溶液浓度, mol/L;

V ——滴定氯化钠标准溶液时硝酸银标准溶液的用量, mL;

V_0 ——滴定空白溶液时硝酸银标准溶液的用量, mL。

6.23 铬酸钾指示剂: $\rho(\text{K}_2\text{CrO}_4)=50 \text{ g/L}$ 。

称取 5.0 g 铬酸钾 (6.8) 溶于少量水中, 滴加硝酸银标准溶液 (6.22) 至产生砖红色沉淀为止, 放置过夜后, 过滤, 弃去沉淀, 滤液用水稀释定容至 100 mL, 贮存于棕色试剂瓶中, 于 4°C 以下冷藏可保存 6 个月。

6.24 甲基橙指示剂: $\rho(\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S})=0.5 \text{ g/L}$ 。

称取 0.05 g 甲基橙 (6.9) 溶于水中, 稀释至 100 mL, 摇匀, 可保存 12 个月。

6.25 试银灵指示剂: $\rho(\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{OS}_2)=0.2 \text{ g/L}$ 。

称取 0.02 g 试银灵 (6.10) 溶于 100 mL 丙酮 (6.13) 中, 贮存于棕色瓶并放于暗处可稳定 1 个月。

7 仪器和设备

7.1 采样瓶: 具塞 (盖) 的聚乙烯瓶或硬质玻璃瓶, 容量不小于 1 L。

7.2 蒸馏装置: 主要由 500 mL 蒸馏烧瓶、冷凝管、导管和接收管等组成, 或使用等效的蒸馏装置。

7.3 接收管：100 mL 具塞比色管。

7.4 棕色酸式滴定管：10.00 mL 或 25.00 mL，A 级；或等效精度的数字滴定仪。

7.5 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 样品采集与保存

按照 HJ/T 20 和 HJ 298 的规定进行固体废物样品的采集。样品采集后用具塞（盖）的聚乙烯瓶或硬质玻璃瓶（7.1）密封保存，尽快分析。若不能及时分析，将采集的样品在 4℃ 以下冷藏保存，保存期为 14 d。

8.2 样品制备

8.2.1 固体废物浸出液

按照 HJ/T 299 的相关规定，使用水作为浸提剂和淋洗剂进行浸出液的制备。浸出液需贮存于洁净干燥的聚乙烯瓶中，并加氢氧化钠固定，使其 $\text{pH} \geq 12$ [一般 1 L 浸出液加 0.4 g 氢氧化钠（6.2）]。若不能及时分析，将浸出液在 4℃ 以下冷藏保存，保存期为 24 h。

8.2.2 固体废物

称取鲜样直接进行分析；对于固态或半固态样品，若粒径过大，可通过破碎、切割或碾压降低粒径。

8.3 试样制备

8.3.1 固体废物浸出液中易释放氰化物试样

连接蒸馏装置（7.2），打开冷凝水，向接收管（7.3）内加入 10 mL 氢氧化钠溶液 I（6.14）作为吸收液。

用量筒量取 200 mL 待测样品，移入 500 mL 蒸馏瓶中，加入数粒玻璃珠。将 10 mL 硝酸锌溶液（6.18）加入蒸馏瓶内，加入 7~8 滴甲基橙指示剂（6.24），迅速加入 5 mL 酒石酸溶液（6.19），立即盖好瓶塞，使瓶内溶液保持橙红色。加热蒸馏，使馏出液速率为 2 mL/min~4 mL/min，待接收管内试样体积接近 100 mL 时，停止蒸馏，用少量水冲洗馏出液导管，取出接收管，用水稀释至标线，此为待测试样。

注：如样品中氰化物含量较高，可适当减少取样体积（质量）或对试样稀释后进行测定，下同。

8.3.2 固体废物浸出液中总氰化物试样

连接蒸馏装置（7.2），打开冷凝水，向接收管（7.3）内加入 10 mL 氢氧化钠溶液 I（6.14）作为吸收液。

用量筒量取 200 mL 待测样品，移入 500 mL 蒸馏瓶中，加入数粒玻璃珠。将 10 mL EDTA-2Na 溶液（6.17）加入蒸馏瓶内，迅速加入 10 mL 磷酸（6.11），当样品碱性强时，可适当多加磷酸，使 $\text{pH} < 2$ ，立即盖好瓶塞。加热蒸馏，使馏出液速率为 2 mL/min~4 mL/min，待接收管内试样体积接近 100 mL 时，停止蒸馏，用少量水冲洗馏出液导管，取出接收管，用水稀释至标线，此为待测试样。

8.3.3 固体废物中易释放氰化物试样

连接蒸馏装置（7.2），打开冷凝水，向接收管（7.3）内加入 10 mL 氢氧化钠溶液 I（6.14）作为吸

收液。

称取 5 g (精确到 0.01 g) 固体废物样品于 500 mL 蒸馏瓶中, 加入 200 mL 实验用水, 加入数粒玻璃珠。检查溶液 pH 为 6~8, 必要时加入氢氧化钠溶液 II (6.15) 或盐酸溶液 (6.16) 进行调节。在蒸馏瓶中依次加入 2.5 mL 氢氧化钠溶液 II (6.15) 和 10 mL 硝酸锌溶液 (6.18), 摇匀, 迅速加入 5 mL 酒石酸溶液 (6.19), 立即盖好瓶塞。加热蒸馏, 使馏出液速率为 2 mL/min~4 mL/min, 待接收管内试样体积接近 100 mL 时, 停止蒸馏, 用少量水冲洗馏出液导管, 取出接收管, 用水稀释至标线, 此为待测试样。

8.3.4 固体废物中总氰化物试样

连接蒸馏装置 (7.2), 打开冷凝水, 向接收管 (7.3) 内加入 10 mL 氢氧化钠溶液 I (6.14) 作为吸收液。

称取 5 g (精确到 0.01 g) 固体废物样品于 500 mL 蒸馏瓶中, 加入 200 mL 实验用水, 加入数粒玻璃珠。在蒸馏瓶中加入 10 mL EDTA-2Na 溶液 (6.17), 迅速加入 10 mL 磷酸 (6.11), 当样品碱性强时, 可适当多加磷酸, 使 pH<2, 立即盖好瓶塞。加热蒸馏, 使馏出液速率为 2 mL/min~4 mL/min, 待接收管内试样体积接近 100 mL 时, 停止蒸馏, 用少量水冲洗馏出液导管, 取出接收管, 用水稀释至标线, 此为待测试样。

8.4 实验室空白试样制备

不称取样品, 按 8.2.1 和 8.3.1 (8.3.2) 相同的步骤操作, 制备固体废物浸出液空白试样; 或按 8.3.3 (8.3.4) 相同的步骤操作, 制备固体废物空白试样。

9 分析步骤

9.1 试样测定

取 100 mL 待测试样 (8.3) 于锥形瓶中, 加入 0.2 mL 试银灵指示剂 (6.25), 摇匀, 在不断旋摇下, 用硝酸银标准溶液 (6.22) 滴定至溶液由黄色变为橙红色为止, 记下读数 (V_a)。另取一锥形瓶加入 90 mL 实验用水及 10 mL 氢氧化钠溶液 I (6.14) 做空白滴定, 记下读数 (V_0)。

注: 用硝酸银标准溶液 (6.22) 滴定试样前, 应测定试样 pH 值。必要时, 应加入氢氧化钠溶液 II (6.15) 调节至 pH>11。

9.2 实验室空白试样测定

取 100 mL 空白试样 (8.4) 于锥形瓶中, 按 9.1 进行测定。

10 结果计算与表示

10.1 固体废物浸出液

固体废物浸出液中氰化物的质量浓度 ρ (mg/L), 以氰离子 (CN⁻) 计, 按式 (2) 计算:

$$r = \frac{c \times (V_a - V_0) \times 52.04 \times 1000}{V} \times D \quad (2)$$

式中: ρ ——固体废物浸出液中氰化物的质量浓度, mg/L;

c ——硝酸银标准溶液的浓度, mol/L;

- V_a ——滴定试样时硝酸银标准溶液的用量, mL;
 V_0 ——滴定实验用水时硝酸银标准溶液的用量, mL;
 52.04 ——氰离子 (2CN^-) 摩尔质量, g/mol;
 V ——浸出液取样体积, mL;
 D ——稀释倍数。

10.2 固体废物

固体废物中氰化物的质量分数 w (mg/kg), 以氰离子 (CN^-) 计, 按式 (3) 计算:

$$w = \frac{c \times (V_a - V_0) \times 52.04 \times 1000}{m} \times D \quad (3)$$

- 式中: w ——固体废物中氰化物的质量分数, mg/kg;
 c ——硝酸银标准溶液的浓度, mol/L;
 V_a ——滴定试样时硝酸银标准溶液的用量, mL;
 V_0 ——滴定实验用水时硝酸银标准溶液的用量, mL;
 52.04 ——氰离子 (2CN^-) 摩尔质量, g/mol;
 m ——固体废物样品质量, g;
 D ——稀释倍数。

10.3 结果表示

测定结果小数位数与方法检出限保持一致, 最多保留3位有效数字。

11 准确度

11.1 精密度

6 家实验室分别对浸出液中易释放氰化物质量浓度为 0.6 mg/L、1.2 mg/L 和 4.5 mg/L 的金矿氰渣加标、电镀氰渣、物化污泥加标统一样品重复测定 6 次: 实验室内相对标准偏差范围分别为 5.2%~9.7%、4.0%~7.9%、3.0%~5.0%; 实验室间相对标准偏差分别为 5.5%、8.3%、5.1%; 重复性限分别为 0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L; 再现性限分别为 0.2 mg/L、0.3 mg/L、0.8 mg/L。

6 家实验室分别对浸出液中总氰化物质量浓度为 0.9 mg/L、3.5 mg/L 和 5.2 mg/L 的物化污泥加标、金矿氰渣、电镀氰渣统一样品重复测定 6 次: 实验室内相对标准偏差范围分别为 4.6%~12%、3.3%~6.0%、3.6%~4.7%; 实验室间相对标准偏差分别为 6.1%、3.5%、4.7%; 重复性限分别为 0.2 mg/L、0.4 mg/L、0.6 mg/L; 再现性限分别为 0.2 mg/L、0.5 mg/L、0.9 mg/L。

6 家实验室分别对固体废物中易释放氰化物质量分数为 19 mg/kg、40 mg/kg 和 239 mg/kg 的物化污泥加标、电镀氰渣、黄金氰渣统一样品重复测定 6 次: 实验室内相对标准偏差范围分别为 5.0%~12%、5.2%~12%、6.6%~9.4%; 实验室间相对标准偏差分别为 10%、4.1%、7.2%; 重复性限分别为 4 mg/kg、9 mg/kg、55 mg/kg; 再现性限分别为 7 mg/kg、9 mg/kg、69 mg/kg。

6 家实验室分别对固体废物中总氰化物质量分数为 19 mg/kg、629 mg/kg 和 2.32×10^3 mg/kg 的物化污泥加标、电镀固废、黄金氰渣统一样品重复测定 6 次: 实验室内相对标准偏差范围分别为 9.2%~11%、3.2%~8.3%、4.2%~6.1%; 实验室间相对标准偏差分别为 7.1%、4.6%、3.7%; 重复性限分别为 5 mg/kg、84 mg/kg、319 mg/kg; 再现性限分别为 6 mg/kg、111 mg/kg、378 mg/kg。

11.2 正确度

6家实验室对浸出液中易释放氰化物平均质量浓度为未检出、0.2 mg/L 和 1.2 mg/L, 加标浓度为 5.0 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L 的物化污泥、金矿氰渣、电镀氰渣统一样品重复测定 6 次, 加标回收率分别为 83.3%~95.3%、81.3%~94.7%、82.2%~96.8%, 加标回收率最终值分别为 90.3%±9.2%、88.0%±10.0%、86.7%±10.8%。

6家实验室对浸出液中总氰化物平均质量浓度为未检出、3.5 mg/L 和 5.2 mg/L, 加标浓度为 1.0 mg/L、3.0 mg/L、4.0 mg/L 的物化污泥、金矿氰渣、电镀氰渣统一样品重复测定 6 次, 加标回收率分别为 79.5%~95.0%、85.2%~93.7%、84.5%~92.3%, 加标回收率最终值分别为 87.2%±10.8%、90.7%±6.2%、88.8%±6.0%。

6家实验室对固体废物中易释放氰化物平均质量分数为未检出、40 mg/kg 和 239 mg/kg, 加标量为 20 mg/kg、40 mg/kg、250 mg/kg 的物化污泥、电镀氰渣、黄金氰渣统一样品重复测定 6 次, 加标回收率分别为 80.8%~107%、78.2%~89.9%、75.0%~85.1%, 加标回收率最终值分别为 94.0%±19.2%、84.5%±9.4%、82.0%±8.2%。

6家实验室对固体废物中总氰化物平均质量分数为未检出、629 mg/kg 和 2.32×10^3 mg/kg, 加标量为 20 mg/kg、500 mg/kg、 2.00×10^3 mg/kg 的物化污泥、电镀固废、黄金氰渣统一样品重复测定 6 次, 加标回收率分别为 85.4%~101%、86.4%~98.9%、85.0%~101%, 加标回收率最终值分别为 94.1%±13.2%、91.6%±10.0%、93.1%±11.4%。

12 质量保证和质量控制

12.1 空白试验

每批样品至少分析 1 个实验室空白, 其测定结果应低于方法检出限。

12.2 平行样

每 20 个或每批样品 (少于 20 个) 至少分析 1 个实验室平行样, 平行样测定结果的相对偏差应在 ±20% 以内。

12.3 基体加标

每 20 个或每批样品 (少于 20 个) 至少分析 1 个基体加标样品, 加标回收率应控制在 70%~120%。