

HJ

国家环境保护总局标准

HJ/T 32—1999

固定污染源排气中酚类化合物的测定 4-氨基安替比林分光光度法

Stationary source emission—Determination of phenols—
4-Amino-antipyrine spectrophotometric method

1999-08-18 发布

2000-01-01 实施

国家环境保护总局 发布

国家环境保护总局标准

固定污染源排气中酚类化合物的测定 4-氨基安替比林分光光度法

HJ/T 32—1999

Stationary source emission—Determination of phenols—
4-Amino-antipyrine spectrophotometric method

1 适用范围

1.1 本标准适用于固定污染源有组织排放和无组织排放的酚类化合物测定。

1.2 在无组织排放样品分析中,当采样体积为 60 L、吸收液体积为 20 ml 时,直接比色法测定酚类化合物的检出限为 0.03 mg/m³,定量测定的浓度范围为 0.083~6.0 mg/m³;萃取比色法测定酚类化合物的检出限为 0.003 mg/m³,定量测定的浓度范围为 0.0083~0.17 mg/m³。

在有组织排放样品分析中,当采样体积为 10 L、吸收液体积为 50 ml,用蒸馏-直接比色法测定酚类化合物的检出限为 0.3 mg/m³,定量测定的浓度范围为 1.0~80 mg/m³。

1.3 用本方法测定酚类化合物的主要干扰为高浓度的二氧化硫、硫化物等还原性物质和氯、溴等酸性气体,详见本标准 11.1、11.2。

2 定义

酚类化合物指在苯环结构中具有羟基(—OH)取代基的化合物总称。在本标准规定条件下所测得的是能与 4-氨基安替比林反应生成有色物的酚类化合物,或是能随水蒸气馏出并与 4-氨基安替比林反应生成有色物的酚类化合物,均以苯酚计。

3 方法原理

用氢氧化钠吸收液采集样品,在 pH=10.0±0.2、有铁氰化钾存在的情况下,酚类化合物与 4-氨基安替比林反应,生成红色的安替比林染料,根据颜色的深浅进行比色测定。

4 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。

GB 16297—1996 大气污染物综合排放标准

GB 16157—1996 固定污染源排气中颗粒物测定和气态污染物采样方法

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和无酚蒸馏水(5.41)。

5.1 盐酸:ρ=1.19 g/ml。

5.2 磷酸:ρ=1.71 g/ml。

5.3 氨水:ρ=0.90 g/ml。

5.4 碘化钾。

5.5 溴化钾

国家环境保护总局 1999-08-18 批准

2000-01-01 实施

- 5.6 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。
- 5.7 氯化铵。
- 5.8 4-氨基安替比林。
- 5.9 铁氰化钾。
- 5.10 碘酸钾:优级纯,使用前,在 110°C 下干燥 2 h。
- 5.11 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。
- 5.12 溴酸钾:使用前,在 105°C 下干燥 1 h。
- 5.13 苯酚:使用前经蒸馏纯化(或色谱纯)。
- 5.14 无水碳酸钠。
- 5.15 三氯甲烷。
- 5.16 氢氧化钠。
- 5.17 甲基橙。
- 5.18 淀粉。
- 5.19 高锰酸钾。
- 5.20 氢氧化钠吸收液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$
称取 4.0 g 氢氧化钠 (5.16), 溶解于新煮沸并已冷却的水中, 稀释至 1 L。
- 5.21 盐酸溶液:(1+1)
量取 100 ml 盐酸 (5.1), 于 100 ml 水中混匀。
- 5.22 盐酸溶液:(1+9)
量取 10 ml 盐酸 (5.1), 于 90 ml 水中混匀。
- 5.23 磷酸溶液:(1+9)
量取 10 ml 磷酸 (5.2), 于 90 ml 水中混匀。
- 5.24 硫酸铜溶液: $c=100 \text{ g/L}$
称取 10.0 g 硫酸铜 (5.6) 溶解于水中, 稀释至 100 ml。
- 5.25 氨-氯化铵缓冲液 A: $\text{pH}=10.0 \pm 0.2$
称取 20.0 g 氯化铵 (5.7) 溶解于 100.0 ml 浓氨水 (5.3) 中, 密塞, $3\sim 5^\circ\text{C}$ 下保存, 使用一周。
- 5.26 氨-氯化铵缓冲液 B: $\text{pH}=10.0 \pm 0.2$
吸取 10.0 ml 氨-氯化铵缓冲液 A (5.25), 用水稀释至 100.0 ml, 临用现配。
- 5.27 4-氨基安替比林溶液 A: $c=20.0 \text{ g/L}$
称取 2.00 g 4-氨基安替比林 (5.8), 溶解于水中, 稀释至 100.0 ml。 $3\sim 5^\circ\text{C}$ 下保存, 使用一周。
- 5.28 4-氨基安替比林溶液 B: $c=2.00 \text{ g/L}$
吸取 10.0 ml 4-氨基安替比林溶液 A (5.27), 用水稀释至 100.0 ml, 临用现配。
- 5.29 铁氰化钾溶液 A: $c=80.0 \text{ g/L}$
称取 8.00 g 铁氰化钾 (5.9) 溶解于水中, 稀释至 100.0 ml。 $3\sim 5^\circ\text{C}$ 下保存, 使用一周。
- 5.30 铁氰化钾溶液 B: $c=8.00 \text{ g/L}$
吸取 10.0 ml 铁氰化钾溶液 A (5.29), 用水稀释至 100.0 ml, 临用现配。
- 5.31 碘酸钾标准溶液
准确称取 1.5000 g 碘酸钾 (5.10), 溶解于水, 移入 500 ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度。
- 5.32 硫代硫酸钠溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$
称取 25 g 硫代硫酸钠 (5.11), 溶于 1 L 新煮沸并已冷却的水中, 加 0.2 g 无水碳酸钠, 贮于棕色试剂瓶中, 放置一周后, 用碘量法标定其浓度。若溶液出现混浊, 需过滤。使用前需标定, 标定方法如下:
吸取 25.00 ml 碘酸钾标准溶液 (5.31), 置于 250 ml 碘量瓶中, 加 70 ml 新煮沸并已冷却的水, 加 1.0 g 碘化钾 (5.4), 振荡至完全溶解后, 再加 10 ml 盐酸溶液 (5.21), 立即盖好瓶塞, 混匀。在暗处

放置 5 min 后,用硫代硫酸钠溶液滴定至淡黄色,加 5 ml 淀粉指示剂(5.38),继续滴定至蓝色刚好褪去,按下式计算硫代硫酸钠溶液的浓度。

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{W \times 1\,000}{35.67 \times V} \times \frac{25.00}{500.0} = \frac{50 \times W}{35.67 \times V} \quad (1)$$

式中: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ ——硫代硫酸钠溶液的浓度, mol/L;

W ——称取的碘酸钾的重量, g;

V ——滴定所用硫代硫酸钠溶液的体积, ml;

35.67——相当于 1 L mol/L 硫代硫酸钠溶液($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)的碘酸钾($1/6\text{KIO}_3$)的质量, g。

5.33 溴酸钾标准溶液: $c(1/6 \text{KBrO}_3) = 0.1000 \text{ mol/L}$

准确称取 2.7840 g 溴酸钾(5.12)和 10 g 溴化钾(5.5),溶解于水,移入 1 000 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度。

5.34 酚标准储备溶液

称取 1.0 g 苯酚(5.13)溶解于水,稀释到 1 000 ml,用碘量法标定其浓度。

酚标准储备溶液的标定:吸取 10.00 ml 酚标准储备液于 250 ml 碘量瓶中,加水 90 ml 及 10.00 ml 溴酸钾溶液(5.33),将碘量瓶塞子轻轻提起,从缝隙中加 5.0 ml 浓盐酸(5.1),立即塞紧塞子,以防溴蒸气逸出。轻轻摇动至有絮状物(三溴苯酚)出现,溶液应呈现溴的浅棕黄色(若溶液无溴的颜色,说明酚浓度过大,应稀释后重做)。用水封口,放置 15~25 min,气温高时,应将碘量瓶浸在冷水浴中。用少量水淋洗瓶壁后,迅速加入 1.0 g 碘化钾晶体(5.4),再用水淋洗瓶壁,密塞,瓶用水封口,置于暗处 5 min,用硫代硫酸钠标准溶液(5.32)滴定析出的碘,至溶液呈淡黄色,加 1.0 ml 淀粉指示剂(5.38),继续滴定至蓝色刚刚消失。另取 10.0 ml 无酚水,同时进行空白试验。

$$c(\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}) = \frac{(V_0 - V) \times c \times 15.67}{10.00} \quad (2)$$

式中: $c(\text{C}_6\text{H}_5\text{OH})$ ——酚储备液浓度, mg/ml;

V_0 ——空白试验所用硫代硫酸钠标准溶液体积, ml;

V ——滴定酚溶液所用硫代硫酸钠标准溶液体积, ml;

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度, mol/L;

15.67——相当于 1 L 1mol/L 硫代硫酸钠标准溶液的酚 ($1/6 \text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$) 的质量, g。

5.35 酚标准使用液 A: $c = 10.0 \mu\text{g/ml}$

取适量酚标准储备溶液(5.34)用水稀释,临用现配。

5.36 酚标准使用液 B: $c = 1.0 \mu\text{g/ml}$

吸取 10.00 ml 酚标准使用液 A(5.35)于 100 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,临用现配。

5.37 甲基橙指示剂: $c = 0.5 \text{ g/L}$

称取 50 mg 甲基橙,溶解于水中,稀释至 100 ml。

5.38 淀粉指示剂: $c = 2 \text{ g/L}$

称取 0.2 g 可溶性淀粉溶于水中,稀释至 100 ml,临用现配。

5.39 脱脂棉。

5.40 无碱玻璃棉。

5.41 无酚蒸馏水

置蒸馏水于全玻璃蒸馏器中,加氢氧化钠至强碱性,滴加高锰酸钾溶液至深紫红色,蒸馏。

6 仪器

6.1 采样仪器

参考 GB 16157—1996 中 9.3 配置采样系统。

6.1.1 有组织排放监测采样仪器

6.1.1.1 采样管

用适当尺寸的不锈钢、硬质玻璃、氟树脂材质管料，采样管应附有加热夹套，保证采样管的温度可大于 120 °C。

6.1.1.2 冲击式吸收瓶：50 ml。

6.1.1.3 流量计量装置

见 GB 16157—1996 中 9.3.6。

6.1.1.4 抽气泵

见 GB 16157—1996 中 9.3.7。

6.1.1.5 连接管

聚四氟乙烯软管或内衬聚四氟乙烯薄膜的硅橡胶管。

6.1.2 无组织排放监测采样仪器

无组织排放监测的采样仪器与有组织排放监测采样仪器基本相同，但采用 25 ml 冲击式吸收管采样，并在吸收管前不接采样管。如有必要，可在吸收管前接聚四氟乙烯软管作为引气管，并在引气管前端接一玻璃漏斗。

6.2 皂膜流量计。

6.3 全玻璃蒸馏器：250 ml。

6.4 分液漏斗：125 ml。

6.5 具塞比色管：20 ml。

6.6 分光光度计：附 1cm 比色皿。

7 样品的采集和保存

参考 GB 16157—1996 中 9.4 进行采样。

7.1 有组织排放样品采集

7.1.1 采样位置和采样点

按 GB 16157—1996 中 9.1.1 和 9.1.2 确定采样位置和采样点。

7.1.2 连接采样系统

参考 GB 16157—1996 中 9.3 图 28 连接采样系统，连接管要尽可能短，按 GB 16157—1996 中 9.4 的要求检查其气密性和可靠性。

7.1.3 样品采集

在采样管头部塞入适量无碱玻璃棉 (5.40)，其尾部通过连接管 (6.1.1.5) 接入两只串联的 50 ml 冲击式吸收瓶 (6.1.1.2)，每瓶各装 25.0 ml 氢氧化钠吸收液 (5.20)，以 1.0 L/min 采气 10~30 min，记录采样时的温度、压力和流量等参数。采样后，小心取出采样管头部的玻璃棉，置于一清洁干燥的玻璃小瓶中，与吸收瓶一起带回实验室分析。

7.2 无组织排放样品采集

7.2.1 采样位置和采样点

按照 GB 16297—1996 《大气污染物综合排放标准》附录 C 的规定，确定大气污染物无组织排放监控点的位置和采样点。或按其他特定要求设置环境空气采样点。

7.2.2 样品采集

串联两只 25 ml 冲击式吸收瓶 (6.1.1.2)，每瓶各装 10.0 ml 氢氧化钠吸收液 (5.20)，以 1.0 L/min 采气 60 min，记录采样时的温度、压力和流量等参数。

7.3 样品保存

采集好的样品最好于当天分析完毕。在室温不超过 25 °C，干扰物质影响不大时，碱性样品可存放 3

天。

8 分析步骤

8.1 无组织排放样品中酚的测定

8.1.1 绘制校准曲线

8.1.1.1 直接比色法：取 7 支 20 ml 比色管，用酚标准使用液 B(5.36)，按下表配制标准系列：

管 号	0	1	2	3	4	5	6
标准溶液,ml	0	1.00	2.00	4.00	6.00	8.00	10.0
无酚水,ml	10.0	9.00	8.00	6.00	4.00	2.00	0
酚含量,μg	0	1.00	2.00	4.00	6.00	8.00	10.0

然后依次加入 1.00 ml 氨-氯化铵缓冲液 B(5.26)，摇匀；1.00 ml 4-氨基安替比林溶液 B(5.28)，摇匀；再加 1.00 ml 铁氰化钾溶液 B(5.30)，摇匀，放置 10 min。在波长 510 nm 处，用 1 cm 比色皿，以蒸馏水为参比，测定吸光度。以扣除空白值的吸光度对酚含量 (μg) 绘制校准曲线，并计算校准曲线的线性回归方程。

8.1.1.2 萃取比色法：取 7 个 125 ml 分液漏斗，用酚标准使用液 B(5.36)，按下表配制标准系列：

管 号	0	1	2	3	4	5	6
标准溶液,ml	0	1.00	2.00	4.00	6.00	8.00	10.0
无酚水,ml	50	49.0	48.0	46.0	44.0	42.0	40.0
酚含量,μg	0	1.00	2.00	4.00	6.00	8.00	10.0

然后依次加入 2.00 ml 氨-氯化铵缓冲液 B(5.26)，摇匀；2.00 ml 4-氨基安替比林溶液 B(5.28)，摇匀；再加 2.00 ml 铁氰化钾溶液 B(5.30)，摇匀，放置 10 min。加入 5.00 ml 三氯甲烷 (5.15)，剧烈振荡 2 min，静置分层。用脱脂棉擦拭分液漏斗颈管内壁，于颈管内塞一小团干脱脂棉。弃去最初滤出的数滴萃取液后，直接放入 1 cm 比色皿中，于波长 460 nm 处，以三氯甲烷 (5.15) 为参比，测定吸光度，以扣除空白值的吸光度对酚含量 (μg) 绘制校准曲线，并计算校准曲线的线性回归方程。

8.1.2 样品测定：将采样后的吸收管中的吸收液 (7.2.2) 合并于一小烧杯中，并用少量水洗涤吸收管三次，洗涤液并入小烧杯中。当连接管内有水蒸气凝聚时，用 10 ml 氢氧化钠吸收液 (5.20) 慢慢淋洗连接管内壁，淋洗液并入小烧杯中。用盐酸溶液 (5.21) (5.22) 调节样品液的 pH 至 7~8 之间，然后将调好 pH 的样品液转移至 50 ml 容量瓶中，用少量水洗涤小烧杯三次，洗涤液并入容量瓶，稀释至刻度。如酚含量大于 0.1 mg/L，可取 10.00 ml 定容后的样品液，同校准曲线绘制 (8.1.1.1) 步骤进行测定，记录样品显色液的吸光度。如酚含量很低，可将 50 ml 样品液定量转移至 125 ml 分液漏斗中，同校准曲线绘制 (8.1.1.2) 步骤进行测定，记录样品显色液的吸光度。

8.2 有组织排放样品中酚的测定

8.2.1 校准曲线的绘制：取 7 支 20 ml 比色管，用酚标准使用液 A(5.34)，按下表配制标准系列。

管 号	0	1	2	3	4	5	6
标准溶液,ml	0	0.50	1.00	2.00	4.00	6.00	8.00
无酚水,ml	10.0	9.50	9.00	8.00	6.00	4.00	2.00
酚含量,μg	0	5.00	10.0	20.0	40.0	60.0	80.0

然后依次加入 1.00 ml 氨-氯化铵缓冲液 B(5.26)，摇匀；1.00 ml 4-氨基安替比林溶液 B(5.28) 摇匀；再加 1.00 ml 铁氰化钾溶液 B(5.30)，摇匀，放置 10 min。在波长 510 nm 处，用 1 cm 比色皿，以蒸馏水为参比，测定吸光度。以扣除空白值的吸光度对酚含量 (μg) 绘制校准曲线，并计算校准曲线的线性回归方程 (3)。酚浓度较低时，校准曲线的绘制参照 8.1.1.1。

8.2.2 样品测定

8.2.2.1 样品的处理：将采样后的吸收瓶中的吸收液 (7.1.3) 合并于一小烧杯中，并用少量水洗涤采

样瓶三次，洗涤液并入小烧杯中。当连接管内有水蒸气凝聚时，用 10~20 ml 氢氧化钠吸收液 (5.20) 慢慢淋洗连接管内壁，淋洗液并入小烧杯中。用盐酸溶液 (5.21) (5.22) 调节样品液的 pH 至 7~8 之间，然后将调好 pH 的样品液转移至 100 ml 容量瓶中，用少量水洗涤小烧杯三次，洗涤液并入容量瓶，稀释至刻度。

8.2.2.2 预蒸馏：将 8.2.2.1 定容好的样品液转移到 250 ml 全玻璃蒸馏瓶中，用少量水洗涤容量瓶，洗涤液倒入蒸馏瓶中，另将采样管头部的玻璃棉也置于蒸馏瓶中。加数滴甲基橙指示剂 (5.37)，用磷酸溶液 (5.23) 调节到 pH 为 4 (溶液呈橙红色)。加 5.0 ml 硫酸铜溶液 (5.24) 及数粒玻璃珠，加热蒸馏。用 100 ml 容量瓶收集蒸馏液，当蒸馏出约 90 ml 时，停止加热，放冷后向蒸馏瓶中加 10.0 ml 水，小心继续蒸馏至馏出液为 100 ml 时为止。

8.2.2.3 样品分析：取 10.00 ml 馏出液 (8.2.2.2)，同校准曲线绘制 (8.2.1) 步骤进行测定，记录样品显色液的吸光度。如酚含量很低，可按 8.1.1.2 萃取比色法步骤进行测定

9 计算和结果表示

9.1 根据样品扣除空白值的吸光度 (8.1.2 或 8.2.2.3) 从相应的校准曲线上查出，或用相应的回归方程计算出样品的酚类化合物含量 (W , μg)。

9.2 无组织排放样品中酚类化合物浓度的计算

9.2.1 直接比色法

$$\text{样品中酚类化合物的浓度 (mg/m}^3\text{)} = \frac{W \times V_0}{V_s \times V_{nd}}$$

式中： W ——测定样品中酚类化合物的含量， μg ；

V_0 ——采集样品吸收液的定容体积，ml；

V_s ——测定样品所分取的溶液体积，ml；

V_{nd} ——换算成标准状态下的干采气体积，L。

9.2.2 萃取比色法

$$\text{样品中酚类化合物的浓度 (mg/m}^3\text{)} = \frac{W}{V_{nd}}$$

式中： W ——测定样品中酚类化合物的含量， μg ；

V_{nd} ——换算成标准状态下干采气体积，L。

9.3 有组织排放样品中酚类化合物的浓度计算

$$\text{样品中酚类化合物的浓度 (mg/m}^3\text{)} = \frac{W \times 10}{V_{nd}}$$

式中： W ——测定样品中酚类化合物的含量， μg ；

V_0 ——样品经蒸馏处理后的定容体积，ml；

V_s ——测定样品所分取的溶液体积，ml；

V_{nd} ——换算成标准状态下的干采气体积，L。

按 GB 16157—1996 中 10.1 或 10.2 计算 V_{nd} 。

9.4 酚类化合物有组织排放的“排放浓度”计算

按 GB 16157—1996 中 11.1.2 或 11.1.4 计算酚类化合物的“排放浓度”。

9.5 酚类化合物有组织排放的“排放速率”计算

按 GB 16157—1996 中 11.4 计算酚类化合物的“排放速率”。

9.6 酚类化合物的“无组织排放监控浓度值”计算

9.6.1 按下式计算一个无组织排放监控点的酚类化合物平均浓度

$$c = \frac{\sum_{i=1}^n c_i}{n}$$

式中：c——一个无组织排放监控点的酚类化合物平均浓度；

c_i ——一个样品中的酚类化合物浓度；

n——一个无组织排放监控点采集的样品数目。

9.6.2 “无组织排放监控浓度值”的计算

按 GB 16297—1996 附录 C 中 C2.3 计酚类化合物的“无组织排放监控浓度值”。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

五个实验室分别以直接比色、蒸馏-比色和萃取比色三种方法六次平行测定浓度为 0.50 mg/L、4.0 mg/L 和 0.050 mg/L 的统一样品，得到方法的精密度数据见下表。

(mg/L)

	直接比色法	蒸馏-比色	萃取比色法
统一样品浓度	0.50	4.0	0.050
重复性标准偏差	0.0084	0.038	0.0011
重复性相对标准偏差	1.7%	1.0%	2.3%
重复性	0.025	0.11	0.032
再现性标准偏差	0.017	0.063	0.013
再现性相对标准偏差	3.3%	1.6%	2.6%
再现性	0.054	0.21	0.0037

五个实验室同时对某企业的有组织排放和无组织排放进行平行采样分析的结果见下表，从表中可见三种方法的重复性相对标准偏差在 11%~14% 范围内；再现性相对标准偏差在 26%~30% 范围内。

(mg/m³)

	直接比色法	蒸馏-比色	萃取比色法
总平均值	1.25	1.14	0.012
重复性标准偏差	0.17	0.14	0.0014
重复性相对标准偏差	14%	13%	11%
重复性	0.60	0.48	0.0052
再现性标准偏差	0.37	0.32	0.0031
再现性相对标准偏差	30%	28%	26%
再现性	1.3	1.1	0.012

10.2 准确度

五个实验室分别以三种方法六次平行测定浓度为 0.50 mg/L、4.0 mg/L 和 0.050 mg/L 的统一样品，得到三种方法的准确度数据见下表：

(mg/L)

方 法	直接比色法	蒸馏-比色	萃取比色法
标准样品浓度	0.50	4.0	0.050
相对误差 RE%	2.8%	2.2%	2.6%
相对误差范围	-5.4%~1.0%	-3.0%~0.002%	-3.6%~0.006%

五个实验室对浓度范围为 0.01 mg/m³—5.2 mg/m³ 的八个实际样品进行加标回收率测定的结果表明：三种方法的加标回收率在 88.5%~118% 的范围内。

11 说明

11.1 二氧化硫、硫化物存在时，吸收液中以亚硫酸钠计的浓度达 240 mg/L、以硫化钠计浓度达 100 mg/L 以下时，用一次蒸馏预处理基本上可以除去上述干扰，碱性样品放置一天分析，上述干扰可以消弱。

11.2 对有氯气存在的碱性样品，样品液中以次氯酸钠计的浓度达 21 mg/L 以下时，4 小时内分析对结果影响不大，否则，结果严重偏低。

11.3 试剂空白值增高，除因蒸馏水、器皿、容器等受沾污，以及萃取比色法中由于室温升高致使萃取溶剂挥发等因素外，主要是 4-氨基安替比林易受潮并氧化所造成的。因此该试剂应置于干燥器内避光保存，水溶液也应妥善保管并经常更换。

11.4 显色反应受 pH 影响很大。如所测水样中含有挥发性酸，经蒸馏，馏出液仍带酸性，遇此情况，在加入缓冲液前，应先用氨水调节馏出液 pH 至 7~8 后再进行下一步骤分析。

11.5 在分析过程中加入三种显色用试剂时，每加入一种必须摇匀后再加入后一种，否则严重影响分析结果。

附加说明：

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准由上海大学化工系负责起草。

本标准主要起草人：金至清、吴芯芯、刘笃玉、秦益琴、王雪飞。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。