

HJ

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ□□□□-202□

固体废物 氰化物的测定 硝酸银滴定法

Solid waste— Determination of cyanide— Silver nitrate titration

(征求意见稿)

202□-□□-□□发布

202□-□□-□□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	4
8 样品	4
9 分析步骤	6
10 结果计算与表示	6
11 准确度	7
12 质量保证和质量控制	8
附录 A（资料性附录）方法准确度	10

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。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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 202□年□□月□□日批准。

本标准自 202□年□□月□□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，整个实验过程应在通风橱内操作，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。

当固体废物浸出液取样体积为200 ml时，氰化物的检出限为0.2 mg/L，测定下限为0.8 mg/L；当固体废物样品量为5 g时，氰化物的检出限为5 mg/kg，测定下限为20 mg/kg。

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

是指在pH≈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）和锌氰络合物，不包括铁氰化物、亚铁氰化物、铜氰络合物、镍氰络合物和钴氰络合物。

3.2 总氰化物 total cyanide

是指在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、镍氰络合物、铜氰络合物等），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。

5 干扰和消除

5.1 当浸出液中碳酸根浓度大于 2000 mg/L （或固体废物中含量大于 $8 \times 10^4 \text{ mg/kg}$ ），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 当浸出液中亚硝酸根浓度大于 100 mg/L （或固体废物中含量大于 $4 \times 10^3 \text{ mg/kg}$ ），对总氰化物测定有负干扰，可在蒸馏时加入亚硝酸根质量 2.5 倍的氨基磺酸（6.1）予以消除。

5.3 当测定易释放氰化物时，浸出液中硫化物浓度大于 5 mg/L （或固体废物中含量大于 200 mg/kg ）会影响滴定终点判定，制备时需先进行一次蒸馏，并对馏出液补加 100 ml 实验用水，再加 10 ml 硝酸银溶液（6.21）按总氰化物条件进行二次蒸馏。当测定总氰化物时，浸出液中硫化物浓度大于 1 mg/L （或固体废物中含量大于 40 mg/kg ）会影响滴定终点判定，可在蒸馏时加入 10 ml 硝酸银溶液（6.21）予以消除。

5.4 当测定易释放氰化物时，浸出液中硫氰酸根浓度大于 500 mg/L （或固体废物中含量大于 $2 \times 10^4 \text{ mg/kg}$ ）会影响滴定终点判定，制备时需先进行一次蒸馏，并对馏出液补加 100 ml 实验用水，再加 10 ml 硝酸银溶液（6.21）按总氰化物条件进行二次蒸馏。当测定总氰化物时，浸出液中硫氰酸根浓度大于 50 mg/L （或固体废物中含量大于 $2 \times 10^3 \text{ mg/kg}$ ）会影响滴定终点判定，制备时需先加入 10 ml 硝酸银溶液（6.21）进行一次蒸馏，并对馏出液补加 100 ml 实验用水，再加 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。实验用水为新制备的去离子水。

6.1 氨基磺酸（ $\text{NH}_2\text{SO}_2\text{OH}$ ）。

6.2 氢氧化钠（ NaOH ）。

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

6.4 硝酸锌 $[\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 。

6.5 酒石酸（ $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ ）。

6.6 氯化钠（ NaCl ）：基准试剂。

6.7 硝酸银（ AgNO_3 ）。

6.8 铬酸钾（ K_2CrO_4 ）。

6.9 甲基橙（ $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{NaO}_3\text{S}$ ）。

6.10 试银灵（对二甲氨基亚苄基罗丹宁， $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{OS}_2$ ）。

6.11 磷酸（ H_3PO_4 ）： $\rho=1.69 \text{ g/ml}$ ， $\omega \in 83\% \sim 98\%$ 。

6.12 盐酸（ HCl ）： $\rho=1.19 \text{ g/ml}$ ， $\omega \in 36\% \sim 38\%$ 。

6.13 丙酮（ $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$ ）。

6.14 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, 常温可保存 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, 常温可保存12个月。

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

盐酸 (6.12) 和实验用水以1: 11的体积比混合, 常温可保存12个月。

6.17 乙二胺四乙酸二钠盐 (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乙二胺四乙酸二钠盐 (6.3) 溶于水中, 稀释至100 ml, 摇匀, 常温可保存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, 常温可保存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, 常温可保存6个月。

6.20 氯化钠标准溶液: $c(\text{NaCl})=0.0100\text{ mol/L}$ 。

将氯化钠 (6.6) 置瓷坩埚内, 经 500 °C~600 °C 灼烧 40~50 min, 在干燥器内冷却, 称取 0.5844 g 溶于适量水中, 稀释定容至 1000 ml, 摇匀, 常温可保存 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1000 ml, 摇匀。贮于棕色试剂瓶中, 常温可保存12个月。

6.22 硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3)\approx 0.0100\text{ mol/L}$ 。

称取 1.699 g 硝酸银 (6.7) 溶于适量水中, 移至 1000 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。另取 60 ml 实验用水做空白试验。

向氯化钠标准溶液中加入 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 (7.5) 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)。同样滴定空白溶液, 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）至产生橙红色沉淀为止，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℃ 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，常温可保存 12 个月。

6.25 试银灵指示剂。

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 分析天平：分度值，0.01 g。

7.3 预蒸馏装置：由 500 ml 蒸馏烧瓶、冷凝管、导管和接收瓶等组成，或等效的蒸馏装置。

7.4 接收瓶：100 ml 容量瓶。

7.5 棕色酸式滴定管：25.00 ml；或使用数字滴定仪。

7.6 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 4℃ 以下冷藏保存，保存期为 14d。

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，使用实验用水作为浸提剂和淋洗剂，按照“除挥发性有机物外的其他物质的浸出步骤”（HJ/T 299 7.4）进行浸出液的制备。浸出液需贮存于用实验用水清洗并干燥后的聚乙烯塑料瓶中，并加氢氧化钠固定，使其 $\text{pH}>12$ 。若不能及时分析，将浸出液 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

连接预蒸馏装置（7.3），打开冷凝水，往接收瓶（7.4）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，使瓶内溶液保持红色。加热蒸馏，使馏出液速率约为 2 ml/min~4 ml/min，待接收瓶内试样体积接近 100 ml 时，停止蒸馏，用少量水冲洗馏出液导管，取出接收瓶，用水稀释至标线，此为待测试样。

注 1：如样品中氰化物含量较高，可适当减少样品称量体积（质量）或对吸收液稀释后进行滴定，下同。

注 2：如在试样制备过程中，蒸馏或吸收装置发生漏气导致氰化氢挥发，将使氰化物分析产生误差且污染实验室环境，并对人体产生伤害，所以在蒸馏过程中一定要时刻检查预蒸馏装置的气密性。蒸馏时，馏出液导管下端务必要插入吸收液液面下，使氰化氢吸收完全。

8.3.2 固体废物浸出液中总氰化物试样

连接预蒸馏装置（7.3），打开冷凝水，往接收瓶（7.4）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，使馏出液速率约为 2 ml/min~4 ml/min，待接收瓶内试样体积接近 100 ml 时，停止蒸馏，用少量水冲洗馏出液导管，取出接收瓶，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

连接预蒸馏装置（7.3），打开冷凝水，往接收瓶（7.4）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；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）、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，使馏出液速率约为 2 ml/min~4 ml/min，待接收瓶内试样体积接近 100 ml 时，停止蒸馏，用少量水冲洗馏出液导管，取出接收瓶，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

连接预蒸馏装置（7.3），打开冷凝水，往接收瓶（7.4）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。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 $\text{pH} < 2$, 立即盖好瓶塞。加热蒸馏, 使馏出液速率约为 2 ml/min ~ 4 ml/min, 待接收瓶内试样体积接近 100 ml 时, 停止蒸馏, 用少量水冲洗馏出液导管, 取出接收瓶, 用水稀释至标线, 此为待测试样。

8.4 实验室空白试样制备

8.4.1 固体废物浸出液空白试样

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。

8.4.2 固体废物空白试样

不称取样品, 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)。

注3: 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, 应加氢氧化钠溶液 II (6.15) 调节至 $\text{pH} > 11$ 。

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 进行滴定, 记下读数 (V_0)。

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:

$$\rho = \frac{c \times (V_a - V_0) \times 52.04 \times V_1 \times 1000}{V_2 \times V} \quad (2)$$

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 —— 滴定空白试样时硝酸银标准溶液的用量, ml;

V ——样品的体积, ml;
 V_1 ——待测试样的总体积, ml;
 V_2 ——试料(滴定时,分取待测试样)的体积, ml;
52.04——氰离子(2CN^-)摩尔质量, g/mol。

10.2 固体废物

固体废物中氰化物的含量 ω (mg/kg), 以氰离子 (CN^-) 计, 按式 (3) 计算:

$$\omega = \frac{c \times (V_a - V_0) \times 52.04 \times V_1 \times 1000}{V_2 \times m} \quad (3)$$

式中: ω ——固体废物中氰化物的含量, 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 ——滴定空白试样时硝酸银标准溶液的用量, ml;
 V_1 ——待测试样的总体积, ml;
 V_2 ——试料(滴定时,分取待测试样)的体积, ml;
52.04——氰离子(2CN^-)摩尔质量, g/mol;
 m ——固体废物样品质量, g;

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测定浓度为 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测定浓度为 0.9 mg/L、3.5 mg/L、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测定含量为 19 mg/kg、40 mg/kg、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测定含量为 19 mg/kg、629 mg/kg、 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。

方法精密度具体测试结果参见附录 A 中的表 A.1 和表 A.2。

11.2 正确度

6 家实验室对浸出液中易释放氰化物平均测定浓度分别为未检出、0.2 mg/L 和 1.2 mg/L，加标浓度为 5.0 mg/L、0.5 mg/L 和 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 81.3%~94.7%、84.3%~96.8%、90.3%~95.3%，加标回收率最终值分别为 $88.0\% \pm 10.0\%$ 、 $86.7\% \pm 10.8\%$ 、 $90.3\% \pm 9.2\%$ 。

6 家实验室对浸出液中总氰化物平均测定浓度分别为未检出、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 $87.2\% \pm 10.8\%$ 、 $90.7\% \pm 6.2\%$ ， $88.8\% \pm 6.0\%$ 。

6 家实验室对固体废物中易释放氰化物平均测定含量为未检出、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、电镀氰渣和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 $94.0\% \pm 19.2\%$ 、 $84.5\% \pm 9.4\%$ ， $82.0\% \pm 8.2\%$ 。

6 家实验室对固体废物中总氰化物平均测定含量为未检出、629 mg/kg、 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、电镀固废和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 $94.1\% \pm 13.2\%$ 、 $91.6\% \pm 10.0\%$ ， $93.1\% \pm 11.4\%$ 。

方法正确度具体测试结果参见附录 A 中的表 A.3 和表 A.4。

12 质量保证和质量控制

12.1 采样过程

采样过程严格按照 HJ/20 和 HJ 298 的相关规定进行，充分保证样品的均匀性。

12.2 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。

12.3 平行样

每 20 个或每批次样品（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 $\pm 20\%$ 以内。

12.4 基体加标

每 20 个或每批次样品（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%之间。

附录 A
(资料性附录)
方法准确度

表 A.1 方法的精密度 (固体废物浸出液)

目标化合物 名称	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)
易释放 氰化物	0.6	5.2~9.7	5.5	0.1	0.2
	1.2	4.0~7.9	8.3	0.2	0.3
	4.5	3.0~5.0	5.1	0.5	0.8
总氰化物	0.9	4.6~12	6.1	0.2	0.2
	3.5	3.3~6.0	3.5	0.4	0.5
	5.2	3.6~4.7	4.7	0.6	0.9

表 A.2 方法的精密度 (固体废物)

目标化合物 名称	含量 (mg/kg)	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/kg)	再现性限 (mg/kg)
易释放 氰化物	19	5.0~12	10	4	7
	40	5.2~12	4.1	9	9
	239	6.6~9.4	7.2	55	69
总氰化物	19	9.2~11	7.1	5	6
	629	3.2~8.3	4.6	84	111
	2.32×10^3	4.2~6.1	3.7	319	378

表 A.3 方法的正确度（固体废物浸出液）

目标化合物名称	原始浓度 (mg/L)	加标浓度 (mg/L)	加标回收率 (%)	加标回收率最终值 (%)
易释放 氰化物	ND	5.0	81.3~94.7	88.0±10.0
	0.2	0.5	84.3~96.8	86.7±10.8
	1.2	1.0	90.3~95.3	90.3±9.2
总氰化物	ND	1.0	79.5~95.0	87.2±10.8
	3.5	3.0	85.2~93.7	90.7±6.2
	5.2	4.0	84.5~92.3	88.8±6.0

表 A.4 方法的正确度（固体废物）

目标化合物名称	原始含量 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标回收率 (%)	加标回收率最终值 (%)
易释放 氰化物	ND	20	80.8~107	94.0±19.2
	40	40	78.2~89.9	84.5±9.4
	239	250	75.0~85.1	82.0±8.2
总氰化物	ND	20	85.4~101	94.1±13.2
	629	500	86.4~98.9	91.6±10.0
	2.32×10^3	2.00×10^3	85.0~101	93.1±11.4