

中华人民共和国国家标准

GB 8978—1996

污水综合排放标准

代替 GB 8978—88

Integrated wastewater discharge standard

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》、《中华人民共和国水污染防治法》和《中华人民共和国海洋环境保护法》，控制水污染，保护江河、湖泊、运河、渠道、水库和海洋等地面水以及地下水水质的良好状态，

## 1 主题内容与适用范围

### 1.1 主题内容

本标准按照污水排放去向，分年限规定了69种水污染物最高允许排放浓度及部分行业最高允许排水量。

### 1.2 适用范围

本标准适用于现有单位水污染物的排放管理，以及建设项目的环评、建设项目环境保护设施设计、竣工验收及其投产后的排放管理。

按照国家综合排放标准与国家行业排放标准不交叉执行的原则，造纸工业执行 GB 3544—92《造纸工业水污染物排放标准》，船舶执行 GB 3552—83《船舶污染物排放标准》，船舶工业执行 GB 4286—84《船舶工业水污染物排放标准》，海洋石油开发工业执行 GB 4014—85《海洋石油开发工业含油污水排放标

3.2 排水量

指在生产过程中直接用于工艺生产的水的排放量。不包括间接冷却水、厂区锅炉、电站排水。

3.3 一切排污单位

指本标准适用范围所包括的一切排污单位。

3.4 其他排污单位

指在某一控制项目中,除所列行业外的一切排污单位。

4 技术内容

4.1 标准分级

4.1.1 排入 GB 3838 Ⅲ类水域(划定的保护区和游泳区除外)和排入 GB 3097 中二类海域的污水,执行一级标准。

4.1.2 排入 GB 3838 中Ⅳ、Ⅴ类水域和排入 GB 3097 中三类海域的污水,执行二级标准。

4.1.3 排入设置二级污水处理厂的城镇排水系统的污水,执行三级标准。

4.1.4 排入未设置二级污水处理厂的城市排水系统的污水,必须根据排水系统出水受纳水域的功能要

求,分别执行 4.1.1 和 4.1.2 的规定。

4.1.5 GB 3838 中Ⅰ、Ⅱ类水域和Ⅲ类水域中划定的保护区,GB 3097 中一类海域,禁止新建排污口,现有排污口应按水体功能要求,实行污染物总量控制,以保证受纳水体水质符合规定用途的水质标准。

4.2 标准值

4.2.1 本标准将排放的污染物按其性质及控制方式分为二类。

4.2.1.1 第一类污染物:不分行业和污水排放方式,也不分受纳水体的功能类别,一律在车间或车间处理设施排放口采样,其最高允许排放浓度必须达到本标准要求(采矿行业的尾矿坝出水口不得视为车间排放口)。

4.2.1.2 第二类污染物:在排污单位排放口采样,其最高允许排放浓度必须达到本标准要求。

4.2.2 本标准按年限规定了第一类污染物和第一类污染物最高允许排放浓度及部分行业最高允许排

GB 8978—1996

表 1(完)

mg/L

序 号	污 染 物	最 高 允 许 排 放 浓 度
5	六价铬	0.5
6	总磷	0.5
7	总铅	1.0
8	总镍	1.0

表 2(完)

mg/L

序号	污染物	适用范围	一级标准	二级标准	三级标准
10	硫化物	一切排污单位	1.0	1.0	2.0
11	氨氮	医药原料药、染料、石油化工工业	15	50	—
		其他排污单位	15	25	—
		黄磷工业	10	20	20
		低氟地区			



表 3(完)

序号	行业类别		最高允许排水量或 最低允许水重复利用率
15	粘胶纤维工业(单纯纤维)	短纤维(棉型中长纤维、毛型中长纤维)	300m <sup>3</sup> /t(纤维)
		长纤维	800m <sup>3</sup> /t(纤维)
16	铁路货车洗刷		5.0m <sup>3</sup> /辆

表 4 第二类污染物最高允许排放浓度  
(1998年1月1日后建设的单位)

mg/L

序号	污染物	适用范围	一级标准	二级标准	三级标准
1	pH	一切排污单位	6~9	6~9	6~9
2	色度(稀释倍数)	一切排污单位	50	80	—
		采矿、选矿、选煤工业	70	300	—

表 4(续)

mg/L

序号	污染物	适用范围	一级标准	二级标准	三级标准
12	氟化物	黄磷工业	10	15	20
		低氟地区 (水体含氟量<0.5mg/L)	10	20	30
		其他排污单位	10	10	20
13	磷酸盐(以 P 计)	一切排污单位	0.5	1.0	—
14	甲醛	一切排污单位	1.0	2.0	5.0
15	苯胺类	一切排污单位	1.0	2.0	5.0
16	硝基苯类	一切排污单位	2.0	3.0	5.0
17	阴离子表面活性剂 (LAS)	一切排污单位	5.0	10	20
18	总铜	一切排污单位	0.5	1.0	2.0
19	总锌	一切排污单位	2.0	5.0	5.0
20	总锰	合成脂肪酸工业	2.0	5.0	5.0
		其他排污单位	2.0	2.0	5.0
21	彩色显影剂	电影洗片	1.0	2.0	3.0
22	显影剂及氧化物总量	电影洗片	3.0	3.0	6.0
23	元素磷	一切排污单位	0.1	0.1	0.3
24	有机磷农药(以 P 计)	一切排污单位	不得检出	0.5	0.5
25	乐果	一切排污单位	不得检出	1.0	2.0

GB 8978-1996

表 4(完)

mg/L

序 号	项 目	浓度限值		
		一级标准	二级标准	三级标准
	悬浮物			
	五日生化需氧量(BOD <sub>5</sub> )			
	化学需氧量(COD)			
	石油类			
	挥发酚			
	总酚			
	氨氮			
	硝酸盐氮			
	亚硝酸盐氮			
	总氮			
	总磷			
	铜			
	镍			
	锰			
	氟化物			
	镉			
	汞			
	铬			
	铅			
	锌			
	镉			
	汞			
	铬			
	铅			
	锌			
	砷			
	硒			
	铊			
	铍			
	钡			
	钒			
	钴			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑			
	碲			
	钨			
	钼			
	钽			
	铋			
	锑</			



表 5 部分行业最高允许排水量  
(1998年1月1日后建设的单位)

序号	行业类别	最高允许排水量或 最低允许水重复利用率
	有色金属系统选矿	水重复利用率75% 水重复利用率90%(洗煤)

表 5(续)

序号	行业类别		最高允许排水量或 最低允许水重复利用率
14	粘胶纤维工业 单纯纤维	短纤维(棉型中长纤维、毛型中长纤维)	300.0m <sup>3</sup> /t(纤维)
		长纤维	800.0m <sup>3</sup> /t(纤维)
15	化纤浆粕		本色:150m <sup>3</sup> /t(浆);漂白:240m <sup>3</sup> /t(浆)
16	制药工业 医药原料药	青霉素	4 700m <sup>3</sup> /t(青霉素)
		链霉素	1 450m <sup>3</sup> /t(链霉素)
		土霉素	1 300m <sup>3</sup> /t(土霉素)
		四环素	1 900m <sup>3</sup> /t(四环素)
		洁霉素	9 200m <sup>3</sup> /t(洁霉素)
		金霉素	3 000m <sup>3</sup> /t(金霉素)
		庆大霉素	20 400m <sup>3</sup> /t(庆大霉素)
		维生素 C	1 200m <sup>3</sup> /t(维生素 C)
		氯霉素	2 700m <sup>3</sup> /t(氯霉素)
		新诺明	2 000m <sup>3</sup> /t(新诺明)
		维生素 B <sub>1</sub>	3 400m <sup>3</sup> /t(维生素 B <sub>1</sub> )
		安乃近	180m <sup>3</sup> /t(安乃近)
		非那西汀	750m <sup>3</sup> /t(非那西汀)
		呋喃唑酮	2 400m <sup>3</sup> /t(呋喃唑酮)
咖啡因	1 200m <sup>3</sup> /t(咖啡因)		
17	有机磷 农药工业	乐果**	700m <sup>3</sup> /t(产品)
		甲基对硫磷(水相法)**	300m <sup>3</sup> /t(产品)
		对硫磷(P <sub>2</sub> S <sub>5</sub> 法)**	500m <sup>3</sup> /t(产品)
		对硫磷(PSCl <sub>3</sub> 法)**	550m <sup>3</sup> /t(产品)
		敌敌畏(敌百虫碱解法)	200m <sup>3</sup> /t(产品)
		敌百虫	40m <sup>3</sup> /t(产品)(不包括三氯乙醛生产废水)
		马拉硫磷	700m <sup>3</sup> /t(产品)
18	除草剂 工业	除草醚	5m <sup>3</sup> /t(产品)
		五氯酚钠	2m <sup>3</sup> /t(产品)
		五氯酚	4m <sup>3</sup> /t(产品)
		2甲4氯	14m <sup>3</sup> /t(产品)
		2,4-D	4m <sup>3</sup> /t(产品)
		丁草胺	4.5m <sup>3</sup> /t(产品)
		绿麦隆(以 Fe 粉还原)	2m <sup>3</sup> /t(产品)
		绿麦隆(以 Na <sub>2</sub> S 还原)	3m <sup>3</sup> /t(产品)
19	火力发电工业		3.5m <sup>3</sup> /(MW·h)

表5(完)

序号	行业类别	最高允许排水量或 最低允许水重复利用率
20	铁路货车洗刷	5.0m <sup>3</sup> /辆
21	电影洗片	5m <sup>3</sup> /1000m(35mm 胶片)
22	石油沥青工业	冷却池的水循环利用率 95%
* 产品按100%浓度计。		
** 不包括P <sub>2</sub> S <sub>5</sub> 、PSCl <sub>3</sub> 、PCl <sub>3</sub> 原料生产废水。		

## 5 监测

### 5.1 采样点

采样点应按4.2.1.1及4.2.1.2第一、二类污染物排放口的规定设置,在排放口必须设置排放口标志、污水水量计量装置和污水比例采样装置。

### 5.2 采样频率

工业污水按生产周期确定监测频率。生产周期在8h以内的,每2h采样一次;生产周期大于8h的,每4h采样一次。其他污水采样,24h不少于2次。最高允许排放浓度按日均值计算。

### 5.3 排水量

以最高允许排水量或最低允许水重复利用率来控制,均以月均值计。

### 5.4 统计

企业的原材料使用量、产品产量等,以法定月报表或年报表为准。

### 5.5 测定方法

本标准采用的测定方法见表6。

表6 测定方法

序号	项目	测定方法	方法来源
1	总汞	冷原子吸收光度法	GB 7468—87
2	烷基汞	气相色谱法	GB/T 14204—93
3	总镉	原子吸收分光光度法	GB 7475—87
4	总铬	高锰酸钾氧化-二苯碳酰二肼分光光度法	GB 7466—87
5	六价铬	二苯碳酰二肼分光光度法	GB 7467—87
6	总砷	二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法	GB 7485—87
7	总铅	原子吸收分光光度法	GB 7475—87
8	总镍	火焰原子吸收分光光度法 丁二肟分光光度法	GB 11912—89 GB 19910—89
9	苯并(a)芘	乙酰化滤纸层析荧光分光光度法	GB 11895—89
10	总铍	活性炭吸附-铭天菁S光度法	1)
11	总银	火焰原子吸收分光光度法	GB 11907—89
12	总α	物理法	2)
13	总β	物理法	2)
14	pH值	玻璃电极法	GB 6920—86
15	色度	稀释倍数法	GB 11903—89

表 6(续)

序号	项目	测定方法	方法来源
18	化学需氧量(COD)	重铬酸钾法	GB 11914—89
19	石油类	红外光度法	GB/T 16488—1996
20	动植物油	红外光度法	GB/T 16488—1996
21	挥发酚	蒸馏后用 4-氨基安替比林分光光度法	GB 7490—87
22	总氰化物	硝酸银滴定法	GB 7486—87
23	硫化物	亚甲基蓝分光光度法	GB/T 16489—1996
24	氨氮	纳氏试剂比色法 蒸馏和滴定法	GB 7478—87 GB 7479—87
25	氟化物	离子选择电极法	GB 7484—87
26	磷酸盐	钼蓝比色法	1)
27	甲醛	乙酰丙酮分光光度法	GB 13197—91
28	苯胺类	N-(1-萘基)乙二胺偶氮分光光度法	GB 11889—89
29	硝基苯类	还原-偶氮比色法或分光光度法	1)
30	阴离子表面活性剂	亚甲基蓝分光光度法	GB 7494—87
31	总铜	原子吸收分光光度法 二乙基二硫氨基甲酸钠分光光度法	GB 7475—87 GB 7474—87
32	总锌	原子吸收分光光度法	GB 7475—87
33	总锰	双硫腙分光光度法 火焰原子吸收分光光度法 高碘酸钾分光光度法	GB 7472—87 GB 11911—89 GB 11906—89
34	彩色显影剂	169 成色剂法	3)
35	显影剂及氰化物总量	碘-淀粉比色法	2)



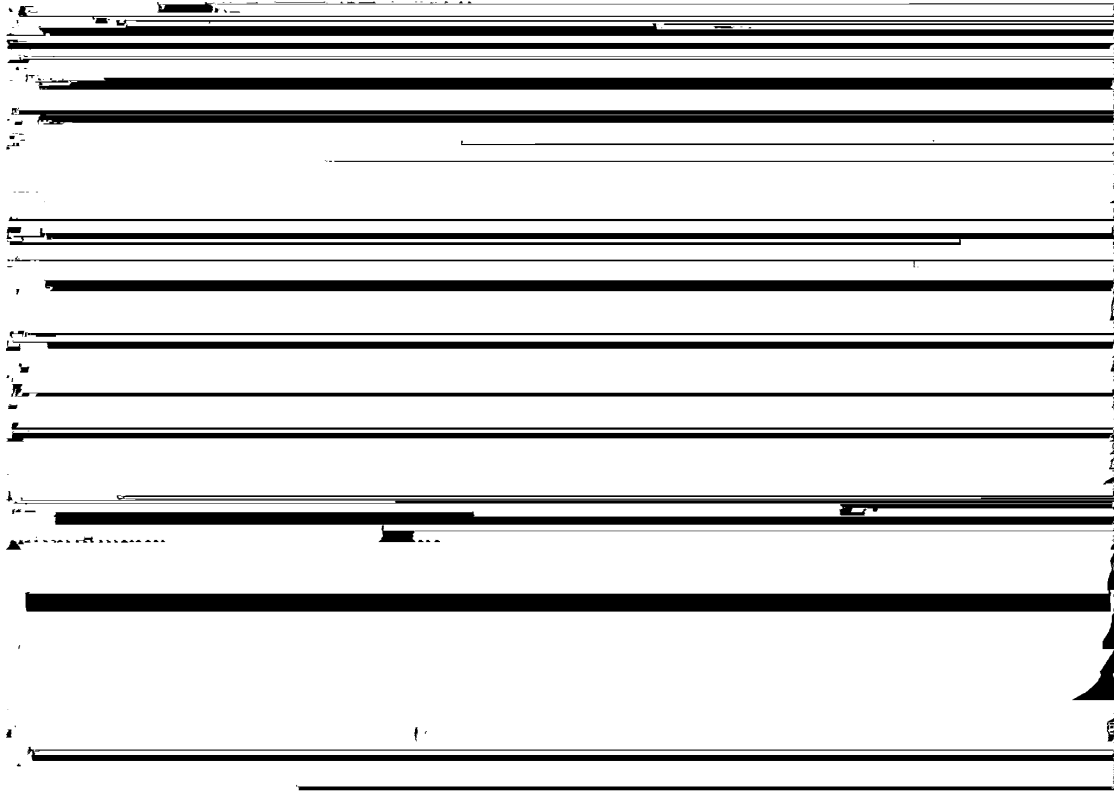
附录 A  
(标准的附录)

关于排放单位在同一个排污口排放两种或两种以上工业污水,且每种工业污水中同一污染物的排放标准又不同时,可采用如下方法计算混合排放时该污染物的最高允许排放浓度( $C_{混合}$ )。

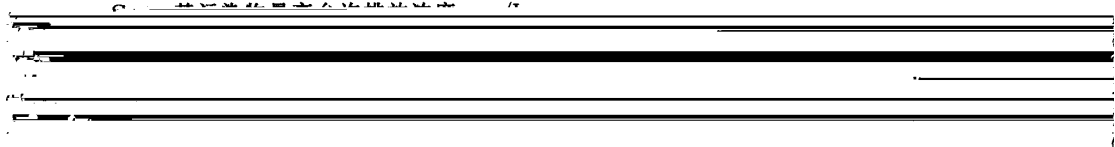
$$C_{混合} = \frac{\sum_{i=1}^n C_i Q_i Y_i}{\sum_{i=1}^n Q_i Y_i} \dots\dots\dots (A1)$$

式中:  $C_{混合}$ ——混合污水某污染物最高允许排放浓度,mg/L;  
 $C_i$ ——不同工业污水某污染物最高允许排放浓度,mg/L;  
 $Q_i$ ——不同工业的最高允许排水量, $m^3/t$ (产品)  
(本标准未作规定的行业,其最高允许排水量由地方环保部门与有关部门协商确定);  
 $Y_i$ ——分别为某种工业产品产量(t/d,以月平均计)。

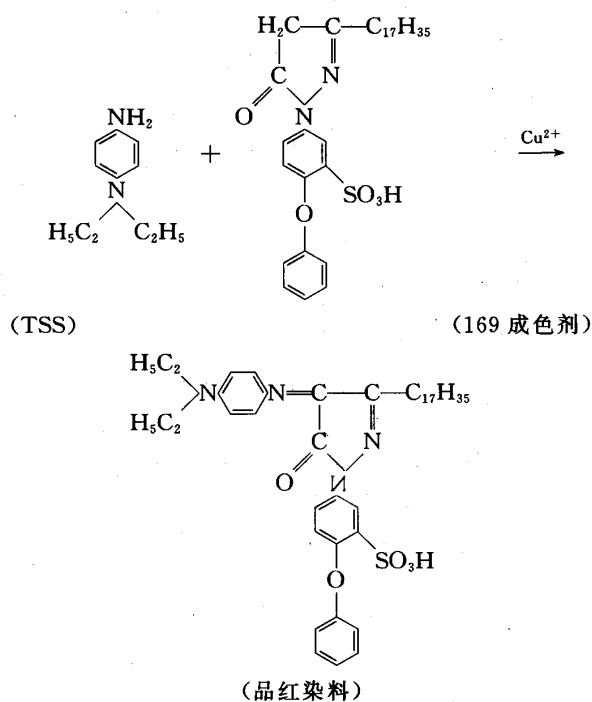
附录 B  
(标准的附录)



式中:  $L_{排}$ ——工业污水污染物最高允许排放负荷,kg/t(产品);



以 TSS 为例,反应如下:



## D1.2 仪器及设备

721 型或类似型号分光光度计及 1cm 比色槽

50mL、100mL 及 1000mL 的容量瓶

## D1.3 试剂

**D1.3.1 0.5%成色剂:**称取 0.5g 169 成色剂置于有 100mL 蒸馏水的烧杯中。在搅拌下,加入 1~2 粒氢氧化钠,使其完全溶解。

**D1.3.2 混合氧化剂溶液:**将  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  5.0g,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  5.0g,  $\text{NaNO}_2$  5.0g 以及  $\text{NH}_4\text{Cl}$  5.0g 依次溶解于 100mL 蒸馏水中。

**D1.3.3 标准溶液:**精确称取照相级的彩色显影剂(生产中使用最多的一种)100mg,溶解于少量蒸馏水中。其已溶入 100mg  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  作保护剂,移入 1L 容量瓶中,并加蒸馏水至刻度。此标准溶液相当 0.1mg/mL,必须在使用前配制。

## D1.4 步骤

### D1.4.1 标准曲线的制作

在 6 个 50mL 容量瓶中,分别加入以下不同量的显影剂标准液。

编号	加入标准液的毫升数	相当显影剂含量(mg/L)
0	0	0
1	1	2
2	2	4
3	3	6
4	4	8
5	5	10

以上 6 个容量瓶中皆加入 1mL 成色剂溶液,并用蒸馏水加至刻度。分别加入 1mL 混合氧化剂溶液,摇匀。在 5min 内在分光光度计 550nm 处测定其不同试样生成染料的光密度(以编号 0 为零),绘制不同显影剂含量的相应光密度曲线。横坐标为 2,4,6,8,10mg/L。

**D1.4.2 水样的测定**

取 2 份水样(一般为 20mL)分别置于两个 50mL 的容量瓶中。一个为测定水样,另一个为空白试验。在前者测定水样中加 1mL 成色剂溶液。然后分别在两个瓶中加蒸馏水至刻度,其他步骤同标准曲线的制作。以空白液为零,测出水样的光密度,在标准曲线中查出相应的浓度。

**D1.5 计算**

从标准曲线中查出的浓度  $\times \frac{50}{a}$  = 废水中彩色显影剂的总量(mg/L) ..... (D1)

式中:  $a$ ——为废水取样的 mL 数。

**D1.6 注意事项**

**D1.6.1** 生成的品红染料在 8min 之内光密度是稳定的,故宜在染料生成后 5min 之内测定。

**D1.6.2** 本方法不包括黑白显影剂。

**D2 显影剂及其氧化物总量的测定方法**

电影洗印废水中存在不同量的赤血盐漂白液,将排放的显影剂部分或全部氧化,因此废水中一种情况是存在显影剂及其氧化物,另一种情况是只存在大量的氧化物而无显影剂。本方法测出的结果在第一种情况下是废水中显影剂及氧化物的总量,在第二种情况下是废水中原有显影剂氧化物的含量。

**D2.1 原理**

通常使用的显影剂,大都具有对苯二酚、对氨基酚、对苯二胺类的结构。经氧化水解后都能得到对苯



D2.3.7 0.2%淀粉溶液。称1g可溶性淀粉，加少量水搅匀，注入沸腾的500mL水中，继续煮沸5min。

夏季可加水杨酸0.2g。

D2.3.8 配制标准液：准确称取对苯二酚(分子量为110.11g)0.276g，如果是照相级米吐尔(分子量为344.40g)可称取0.861g，照相级TSS(分子量为262.33g)可称取0.656g，(或根据所使用药品的分子量及纯度另行计算)，溶于25mL的6NHCl中，移入250mL容量瓶中，用蒸馏水加至刻度。此溶液浓度为0.010 OM。

#### D2.4 步骤

##### D2.4.1 标准曲线的制作

D2.4.1.1 取标准液25mL，加蒸馏水稀释至1000mL，此溶液浓度为0.00025M，即每毫升含对苯二酚

0.25 $\mu$ mol(甲液)。

D2.4.1.2 取甲液25mL用蒸馏水稀释至250mL，此溶液浓度为0.000025M，即每毫升含对苯二酚0.025 $\mu$ mol(乙液)。

D2.4.1.3 取6个50mL容量瓶，分别加入标准稀释液(乙液)0;0.1;0.2;0.3;0.4;0.5 $\mu$ mol对苯二酚(即4.0;8.0;12.0;16.0;20.0mL乙液)，加入适量蒸馏水，使各容量瓶中大约为20mL溶液。

D2.4.1.4 用刻度吸管加入1:1磷酸2mL。

D2.4.1.5 用吸管取饱和氯化钠溶液5mL。

D2.4.1.6 用吸管取0.1N溴酸钾-溴化钾溶液2mL，尽可能不要沾在瓶壁上。用极少量的水冲洗瓶壁

- D2.6.1 本试验步骤多,时间长,因此要求操作仔细认真。
- D2.6.2 所用玻璃器皿必须用清洁液洗净。
- D2.6.3 水浴温度要准确在  $35^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ,每个步骤反应时间要准确控制。
- D2.6.4 加入溴酸钾-溴化钾后,必须用蒸馏水冲洗容量瓶壁,否则残留溴酸钾与碘化钾作用生成碘,使光密度增加。
- D2.6.5 在无铬离子的废水中,水样可不必处理,直接进行测定。
- D2.6.6 水样如太浓,则预先稀释再进行测定。

### D3 元素磷的测定——钼钒砷比色法

#### D3.1 原理

元素磷经苯萃取后氧化形成的钼磷酸为氯化亚锡还原成蓝色络合物。灵敏度比钒钼磷酸比色法高,并且易于富集,富集后能提高元素磷含量小于  $0.1\text{mg/L}$  时检测的可靠性,并减少干扰。

水样中含砷化物、硅化物和硫化物的量分别为元素磷含量的 100 倍、200 倍和 300 倍时,对本方法无明显干扰。

#### D3.2 仪器和试剂

- D3.2.1 仪器:分光光度计;3cm 比色皿。
- D3.2.2 比色管:50mL。
- D3.2.3 分液漏斗:60、125、250mL。
- D3.2.4 磨口锥形瓶:250mL。
- D3.2.5 试剂:以下试剂均为分析纯:苯、高氯酸、溴酸钾、溴化钾、甘油、氯化亚锡、钼酸铵、磷酸二氢钾、乙酸丁酯、硫酸、硝酸、无水乙醇、酚酞指示剂。

#### D3.3 溶液的配制

- D3.3.1 磷酸二氢钾标准溶液:准确称取  $0.4394\text{g}$  干燥过的磷酸二氢钾,溶于少量水中,移入  $1000\text{mL}$  容量瓶中,定容。此溶液  $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$  含量为  $0.1\text{mg/mL}$ 。取  $10\text{mL}$  上述溶液于  $1000\text{mL}$  容量瓶中,定容,得到  $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$  含量为  $1\mu\text{g/mL}$  的磷酸二氢钾标准溶液。
- D3.3.2 溴酸钾-溴化钾溶液:溶解  $10\text{g}$  溴酸钾和  $8\text{g}$  溴化钾于  $400\text{mL}$  水中。
- D3.3.3 2.5%钼酸铵溶液:称取  $2.5\text{g}$  钼酸铵,加 1:1 硫酸溶液  $70\text{mL}$ ,待钼酸铵溶解后再加入  $30\text{mL}$  水。
- D3.3.4 2.5%氯化亚锡甘油溶液:溶解  $2.5\text{g}$  氯化亚锡于  $100\text{mL}$  甘油中(可在水浴中加热,促进溶解)。
- D3.3.5 5%钼钒砷溶液:溶解  $12.5\text{g}$  钼钒砷于  $150\text{mL}$  水中,溶解后将此液缓慢地倒入  $100\text{mL}$  1:5 的

溴(勿使样品溅出或蒸干),至白烟减少时,取下冷却。加入少量水及1滴酚酞指示剂,用20%氢氧化钠溶液中和至呈粉红色,加1滴1:1硫酸溶液至粉红色消失,移入容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度(据元素磷的含量确定稀释体积)。

**D3.4.1.2 比色**

移取适量上述的稀释液于50mL比色管中,加2mL2.5%钼酸铵溶液及6滴2.5%氯化亚锡甘油溶液,加水稀释至刻度,混匀,于20~30℃放置20~30min,倾入3cm比色皿中,在分光光度计690nm波长处,以试剂空白为零,测光密度。

**D3.4.1.3 直接比色工作曲线的绘制**

移取适量的磷酸二氢钾标准溶液,使PO<sub>4</sub>-P的含量分别为0.1、0.5、1.0、5.0、10.0、50.0、100.0、500.0、1000.0μg,按D3.4.1.2的方法进行比色,测光密度,绘制工作曲线。

1.3.4.1.3.1 直接比色工作曲线的绘制