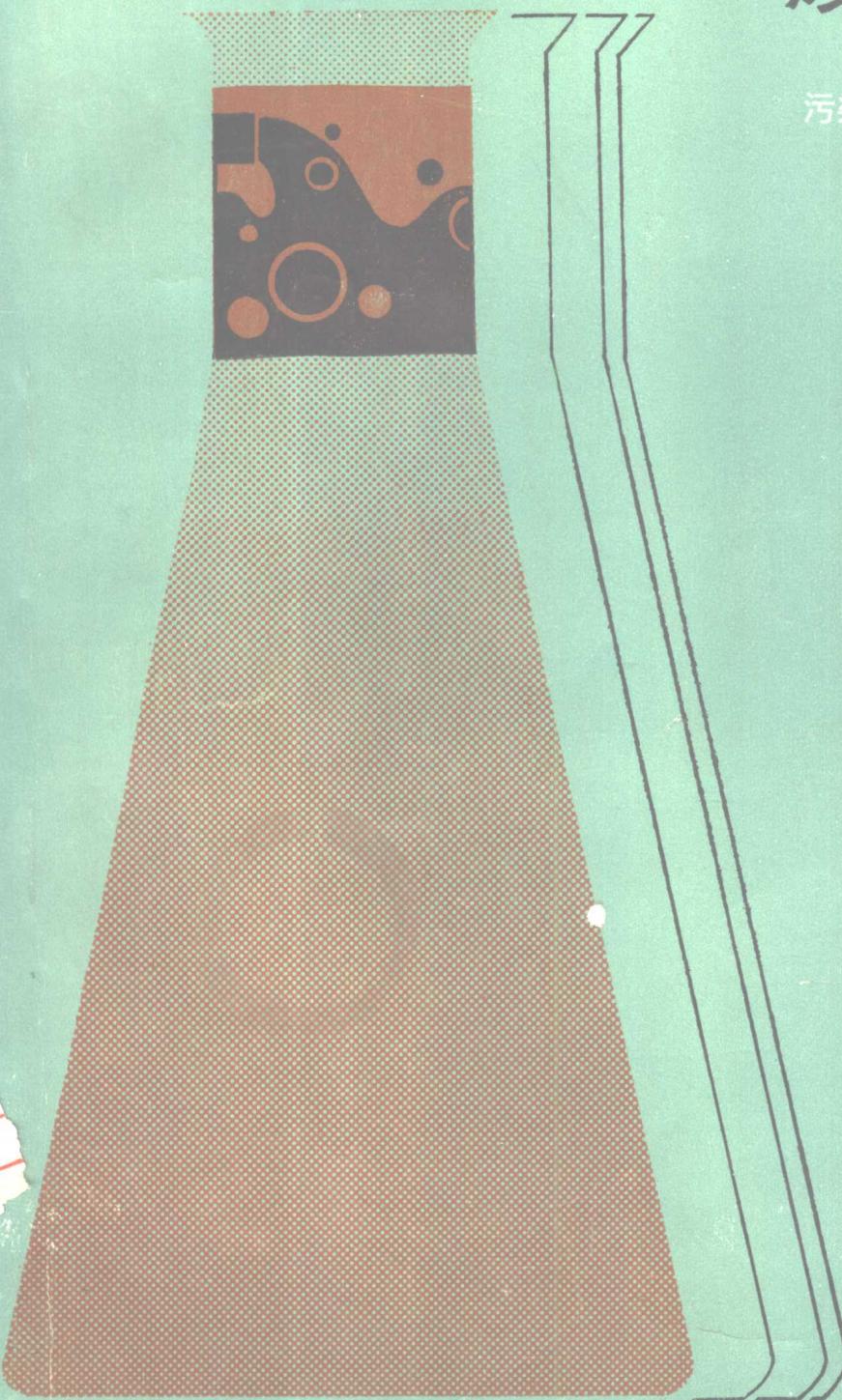


# 污染源 统一监测分析方法 废水部分

污染源统一监测分析方法编写组



技术标准出版社

污染源统一监测分析方法编写组 编

污染源统一监测分析方法  
(废 水 部 分)

技术标准出版社

## 内 容 提 要

本书汇集了三十项六十三个方法，包括化学分析、仪器分析和生化分析方法。分六章叙述即：第一章“废水样品的采集和保存”，第二章“物理性质的测定”，第三章“金属化合物的测定”，第四章“无机非金属化合物的测定”，第五章“有机化合物的测定”，第六章“大肠菌群的测定（发酵法）”。

本书在编写过程中，力图对排放量大的各种工业废水的污染物项目，给出适用于不同浓度和较准确的分析方法；尽量选取操作简便、仪器易于获得、便于推广的方法，尽量考虑各工业部门的行业特点及地方监测站的实际可行性，以便能普遍为环境监测部门和工矿企业的环保监测单位掌握和采用。

## 污染源统一监测分析方法

(废水部分)

污染源统一监测分析方法编写组编

技术标准出版社出版  
(北京复外三里河)

技术标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

开本 787×1092 1/16 印张 11 字数 228,000  
1983年8月第一版 1983年8月第一次印刷  
印数 1—40,000

书号：15169·3-239 定价 1.55 元

科 技 新 书 目

49—184

## 城乡建设环境保护部文件

(82) 城环监字第 66 号

关于颁发《污染源统一监测分析方法》(试行)的通知：  
各省、市、自治区、国务院各部门环保局(办)：

为了统一全国污染源监测分析方法，我局委托中国环境监测总站组织，由北京市环境监测中心、中国医学科学院卫生研究所等二十多个单位参加，共同编写了《污染源统一监测分析方法》，分废水、废气两册，现正式出版试行，望在试行过程中，不断总结经验，提出改进意见，以便进一步修改和完善。

城乡建设环境保护部环保局

一九八二年九月一日

## 前 言

污染源监测分析方法是环境监测分析方法的一部分，是贯彻环境保护法规、执行环境标准、计算工业污染物排放量、评价环境质量的重要手段。由于各生产部门污染源性质不同，工艺流程和产品种类千差万别，各种工业排出的污染物基体复杂、浓度变化大，因此目前各单位、各部门采取的监测分析方法差别较大，且不统一。为了使环境监测部门各实验室之间取得可比的污染物监测数据，极需制订一个各方公认、普遍适用、相对统一的污染源监测分析方法。为此，城乡建设环境保护部环境保护局委托中国环境监测总站组织编写《污染源统一监测分析方法(废水部分)》一书。参加本书编写、审订工作的单位有：北京市环境保护监测中心、中国医科院卫生研究所、杭州市环境监测站、秦皇岛市环境监测站、太原市环境监测站、重庆市环境科研监测所、河北省科学院地理研究所、抚顺市石油炼制研究所、包钢环保劳卫研究所、冶金部建研总院环保所、化工部北京化工研究院环保所、轻工业部环保研究所、北京市化工研究院三废监测室、兵器部三七五厂、兵器部八〇四厂、广西省环境保护研究所、北京工业大学环化系监测教研室、吉林市环境监测站、北京师范大学化学系、北京市环境保护研究所、湖南省环境监测中心、中国科学院环境化学研究所、长沙市环境监测站、冶金部监测中心等单位。在此，对参加编写的单位和对本书提出宝贵意见的同志表示感谢。

书中所列污染物分析方法以1973年国家颁发的《工业“三废”排放试行标准》的项目为基础，适当吸收了工业部门部颁标准中一些项目和方法。本书共汇集了三十项六十三个方法。有待补充的项目与方法，将在今后陆续制订。

本书目前为试用本，在编写过程中，力图对排放量大的各种工业废水的污染物项目，给出适用于不同浓度和较准确的分析方法；尽量选取操作简便、仪器易于获得、便于推广的方法。尽量考虑各工业部门的行业特点及地方监测站的实际可行性，以便能普遍为环境监测部门和工矿企业的环保监测单位掌握和采用。但由于编写时间紧迫、经验不足、水平有限，缺点与错误在所难免。希望广大监测工作者在实践中提出宝贵意见，在试行中总结经验，逐步修改、补充、使本书不断完善，成为适合我国国情的污染源统一监测分析方法，并逐步向方法标准化过渡。

中国环境监测总站

一九八二年九月一日

# 目 录

## 绪论

一、废水理化分析的一些说明	( 1 )
二、分析结果的数据处理	( 3 )
三、废水分析的质量控制	( 11 )
第一章 废水样品的采集与保存	( 19 )
一、废水样品的采集	( 19 )
二、废水样品的保存	( 23 )
第二章 物理性质的测定	( 25 )
一、色度	( 25 )
二、悬浮物	( 25 )
(一) 滤纸法	( 26 )
(二) 石棉坩埚法	( 27 )
第三章 金属化合物的测定	( 29 )
一、原子吸收分光光度法测定铜、铅、锌、镉和锰	( 29 )
二、铍	( 32 )
(一) 铍试剂置法	( 32 )
(二) 铬菁R比色法	( 33 )
三、镉	( 35 )
(一) 原子吸收分光光度法	( 35 )
(二) 极谱法	( 35 )
(三) 双硫腙比色法 (用氯化钾)	( 35 )
(四) 双硫腙比色法 (不用氯化钾)	( 38 )
四、铬	( 41 )
(一) 六价铬的测定 (二苯碳酰二肼比色法)	( 41 )
(二) 总铬的测定	( 44 )
I. 二苯碳酰二肼比色法	( 44 )
II. 硫酸亚铁铵容量法	( 47 )
五、铜	( 48 )
(一) 原子吸收分光光度法	( 49 )
(二) 极谱法	( 49 )
(三) 二乙基二硫代氨基甲酸钠比色法	( 49 )

(四) 新铜试剂比色法	( 50 )
<b>六、铅</b>	<b>( 52 )</b>
(一) 原子吸收分光光度法	( 52 )
(二) 极谱法	( 52 )
(三) 双硫腙比色法	( 52 )
<b>七、锰</b>	<b>( 54 )</b>
(一) 原子吸收分光光度法	( 55 )
(二) 过硫酸铵比色法	( 55 )
(三) 络合滴定法	( 58 )
<b>八、汞</b>	<b>( 59 )</b>
(一) 无焰原子吸收法	( 59 )
(二) 双硫腙比色法 (吹气分离)	( 61 )
<b>九、极谱法测定铜、镉、铅和锌</b>	<b>( 64 )</b>
(一) 铜、镉、铅和锌的示波极谱测定	( 64 )
(二) 镉的催化示波极谱测定	( 68 )
(三) 铅的催化示波极谱测定	( 69 )
<b>十、锌</b>	<b>( 70 )</b>
(一) 原子吸收分光光度法	( 71 )
(二) 极谱法	( 71 )
(三) 双硫腙比色法	( 71 )
<b>第四章 无机非金属化合物的测定</b>	<b>( 74 )</b>
<b>一、酸度 (碱标准溶液滴定法)</b>	<b>( 74 )</b>
<b>二、碱度 (酸标准溶液滴定法)</b>	<b>( 76 )</b>
<b>三、砷</b>	<b>( 78 )</b>
(一) 二乙基二硫代氨基甲酸银比色法	( 78 )
(二) 砷斑法	( 80 )
<b>四、氯化物 (铬酸钾指示剂滴定法)</b>	<b>( 82 )</b>
<b>五、氰化物</b>	<b>( 84 )</b>
(一) 预蒸馏	( 84 )
(二) 硝酸银滴定法	( 87 )
(三) 异烟酸-毗唑啉酮比色法	( 89 )
(四) 比啶-巴比妥酸比色法	( 91 )
<b>六、溶解氧 (DO)</b>	<b>( 92 )</b>
(一) 碘量法	( 93 )
(二) 叠氮化钠改良法	( 94 )
(三) 高锰酸钾改良法	( 95 )
(四) 硫酸铝钾混凝改良法	( 96 )
(五) 硫酸铜-氨基磺酸混凝改良法	( 96 )

七、氟化物	( 97 )
(一) 预处理	( 97 )
(二) 硝酸钍滴定法	( 100 )
(三) 氟试剂比色法	( 101 )
(四) 氟离子选择电极法	( 102 )
八、pH值	( 104 )
(一) 玻璃电极法	( 104 )
(二) 比色法	( 107 )
九、硫化物	( 112 )
(一) 预处理	( 113 )
(二) 碘量法	( 116 )
(三) 对氨基二甲基苯胺比色法	( 117 )
第五章 有机化合物的测定	( 119 )
一、苯胺类 (蒸馏-偶氮比色法)	( 119 )
二、化学需氧量 (COD)	( 121 )
(一) 重铬酸钾法 ( $COD_{Cr}$ )	( 122 )
(二) 高锰酸钾法	( 124 )
I、酸性高锰酸钾法 ( $COD_{Mn}$ )	( 124 )
II、碱性高锰酸钾法 ( $COD_{OH}$ )	( 126 )
三、生化需氧量 ( $BOD_5$ )	( 127 )
四、硝基苯类	( 131 )
(一) 一硝基和二硝基化合物 (还原-偶氮比色法)	( 131 )
(二) 三硝基化合物 (氯代十六烷基吡啶比色法)	( 133 )
五、石油类物质	( 135 )
(一) 重量法	( 135 )
(二) 紫外分光光度法	( 136 )
(三) 红外光度法	( 138 )
I、红外分光光度法	( 138 )
II、红外非分光水中油测定仪法	( 140 )
(四) 荧光光度法	( 141 )
六、挥发酚	( 142 )
(一) 预处理	( 143 )
(二) 溴化滴定法	( 144 )
(三) 4-氨基安替比林直接比色法	( 146 )
第六章 大肠菌群的测定 (发酵法)	( 148 )
附录	
附表 1 一些元素的国际原子量 (1979)	( 157 )
附表 2 主要试剂的分子量和当量	( 157 )

附表 3 几种酸、氨水的近似比重和浓度 .....	( 159 )
附表 4 金属氢氧化物沉淀时的 pH 值 .....	( 160 )
附表 5 标准电极电位 (25℃) .....	( 160 )
附表 6 难溶化合物的溶度积 (25℃) .....	( 162 )
参考文献 .....	( 164 )

# 绪论

## 一、废水理化分析的一些说明

### 1. 单位

本书各项分析结果，除色度用文字描述和 pH 值以数字表示外，一般均用毫克/升为单位。分光光度法测定时，波长单位统一用纳米（nm，与毫微米 m $\mu$  同）；光度计读数用吸光度表示。

### 2. 蒸馏水、去离子水和重蒸馏水

(1) 蒸馏水：即普通蒸馏水，书中简称为水。蒸馏水用于配制试剂和稀释废水。但蒸馏水一般含有二氧化碳，pH 值为 6 左右，某些场合还可能存在氨、挥发酚和微量金属离子。

(2) 去离子水：将自来水通过阴离子和阳离子交换树脂，得到去离子水（即一般去离子水）。但此法不能去除某些有机污染物。如将蒸馏水通过离子交换树脂，可制得较高纯度的水。

(3) 重蒸馏水：用硬质全玻璃蒸馏器或石英蒸馏器将蒸馏水重蒸馏一次即可。重蒸馏水的 pH 值在 6.5~7.5 之间。

### 3. 试剂

本书所用试剂，除特别注明外，均为分析纯规格。配制试剂和稀释溶液时，除特别说明者外，均为蒸馏水或去离子水。在配制溶液时，如溶质为固体，其浓度以重量/体积百分比表示，即称取一定量（克）溶质，溶于溶剂中，再稀释至 100 毫升。如溶质为液体，其浓度以体积百分比表示，即量取一定量（毫升）溶质，溶于溶剂中，再稀释至 100 毫升。此外，按体积比配制的溶液，用  $X+Y$  表示，即  $X$  为溶质的体积， $Y$  为溶剂的体积，如：1+5 硫酸，表示量取 1 体积浓硫酸溶于 5 体积水中。

### 4. 滤纸

除专门指定者外，一般过滤使用定性滤纸。

### 5. 恒重

恒重是指连续两次烘干或灼烧后的重量，差值不超过  $\pm 0.0004$  克。

## 6. 空白测定

系指在分析样品的同时进行的空白测定，所采用的方法、步骤和试剂用量等应与废水样的操作完全一致。

## 7. 废水样的取用

本书各分析项目所取用的废水试样，均为在临用前振荡均匀的废水样。

8. 本书对于标准溶液中溶质的含量，沿用国外与国内的习惯用法表示。如：此溶液 1.00 毫升等于 0.100 毫克镉。即 1.00 毫升溶液中含溶质镉 0.100 毫克。

## 9. 玻璃仪器的清洗

所用的玻璃器皿均需彻底清洗。器皿的清洁是取得良好结果的基本保证。使用后，应尽快洗刷，以免某些物质附于玻璃壁上，干燥后不易洗掉。应根据具体情况，选择适当的洗涤方法。洗涤滴定管和分液漏斗时将活塞处附带的胶皮圈取下，除去凡士林。通常用合成洗涤剂，即可取得很好的洗涤效果；如被有机物污染严重时，可用重铬酸钾洗液浸泡。玻璃器皿在正式洗涤前，应先用自来水冲洗 1～2 次。吸量管、移液管、容量瓶和滴定管用重铬酸钾洗液浸泡数小时，内壁即可洁净。当洗液变为绿色时，表明其中大部分高价的铬已被还原成低价的铬，应予重配。一些不溶性无机盐残渣和内壁吸附的金属离子，可用 6 N 盐酸或硝酸洗涤。油脂等可用 2% 氢氧化钠或合成洗涤剂洗刷，也可用丙酮清洗。但测 COD 的仪器，不可用洗涤剂和丙酮。测铬的仪器不要用重铬酸钾洗液浸泡。玻璃器皿洗净后，内壁应无固体物质粘附，水能均匀地浸渍器皿的内壁，不挂水珠。玻璃器皿经过洗刷后，用自来水冲洗，最后用蒸馏水冲洗数次，自然干燥后备用。

## 10. 测量仪器的校准

监测分析中经常使用的分析天平（及砝码），各种玻璃量器和分光光度计的准确可靠与否，对分析结果有着十分重要的关系。分析天平的感量、不等臂性和示值变动性以及砝码的质量是否符合要求；各种玻璃量器和标度是否准确，密合性是否良好；分光光度计的波长与刻度表示是否一致，直接影响到分析结果的准确性。因此，对以上仪器必须定期检定和校准。

## 11. 通风橱

废水分析实验室应设有一个有效的通风橱。当蒸发除去有机溶剂，加酸消解，以及在分析过程中，一切产生酸蒸气或有毒气体的操作，均应在通风橱内进行。

## 二、分析结果的数据处理

### (一) 有效数字及其运算规则

#### 1. 有效数字

有效数字是实际测得的数字。它不仅表示测得数值的大小，而且表示测量的准确度。有效数字的最后一位数是可疑的。如 15.23 毫升，不但表示测量出的体积大小，而且表示测得的体积准确到小数点以后第二位。因为是用滴定管测量的，所以最后一位数 3 是可疑数。15.23 毫升是四位有效数字。又如：1.2300 克，它不但表示称得重量的大小，而且表示称量准确到小数点以后第四位。是在万分之一分析天平上称得的重量，最后一位数 0 是可疑的。1.2300 克是五位有效数字，最后的两个 0 不能省去。同理，1.2 克表示称量只准确到小数点后一位，是用台秤称得的重量，2 是可疑数。1.2 克不能写成 1.2000 克；因为，台秤不能准确地称量到小数点以后第四位。

“0”可能是有效数字，也可能不是有效数字。如果 0 在数字中只起定位作用时，就不是有效数字；如果起定值作用，则是有效数字。具体地说：0 在数字之首，只起定位作用，不是有效数字。0 在数尾，并在小数点后，是有效数字。0 在数字中间，则要看具体情况而定，如：0.023 克，中间一个 0 不是有效数字。如：0.203 克，中间一个 0 是有效数字。如果数字中没有小数点，数尾的 0 是否算有效数字？不能确定。如 2500 毫升，这种写法，后面两个 0 是起定位作用还是起定值作用，含混不清。因此，一般写成以下形式：

$2.5 \times 10^3$  表示两位有效数字，

$2.50 \times 10^3$  表示三位有效数字。

决定有效数字，不单有仪器的准确度，还有方法的准确度。经典的滴定法，消耗标准溶液几十毫升时，准确度可到千分之几，可以保留四位有效数字。分光光度法准确度只有百分之几或十分之几，分析结果只能保留三位或两位有效数字。废水分析的干扰大，分析结果也只能保留两位或三位有效数字。

#### 2. 有效数字在进行运算时的保留规则

##### 加减法

加减法计算的结果，小数点以后保留的位数，应由参加运算各数中，绝对误差最大的数来决定。即与各数中小数点后位数最少的相同。

如：

$$15.4216 + 1.42 + 0.123 + 0.05421$$

以上各数中 1.42 小数点后位数最少，只有两位，因而计算结果小数点后只可保留两位。

即：

$$\begin{array}{r}
 15.4216 \\
 1.42 \\
 0.123 \\
 + 0.05421 \\
 \hline
 17.02
 \end{array}$$

### 乘除法

在乘除法运算中，有效数字保留的位数，应由参加运算各数中相对误差最大的一个数来决定。即与所参加运算的各数中有效数字位数最少者相同。

例如： $9.2814 \times 6.25$

6.25 位数最少，只有三位。最后结果，也只可保留三位有效数字。为了避免误差的积累，在计算过程中可比应保留的位数多保留一位，在最后结果中，再舍弃多余的位数。

即：

$$\begin{array}{r}
 9.2814 \rightarrow 9.281 \\
 6.25 \rightarrow \times 6.25 \\
 \hline
 46405 \\
 18562 \\
 55686 \\
 \hline
 58.00625
 \end{array}$$

再将 58.00625 取舍为 58.0

在加减乘除运算时，如位数最少的一个数首位是 8 或 9 时，有效数字的位数可多算一位。如 0.94，可看作 3 位有效数字。

在监测的数据用对数进行计算时，最后结果所取的位数，应由原来参加计算的各真数的有效数字的保留规则来决定。

在算式中，对常数，如  $\pi$ 、 $e$  以及系数  $2$ 、 $\sqrt{2}$ 、 $500$ 、 $1/2$ 、 $1/6$  等，这些数不是实际测出来的，所以，可以认为其有效数字的位数是无限的，需要取几位有效数字就取几位，不因它而影响运算结果的位数。

例如： $0.1005 \times 20 = 2.010$

### 3. 平均值的有效数字

当测定结果遵从正态分布时，其平均值为最可信赖值与最佳值，精度应优于个别测定值。因此，在计算不少于 4 个测定值的平均值时，平均值有效数字的位数可增加一位。

### 4. 误差和偏差的有效数字

在表示误差值或偏差值的精度时，大多数场合下，只取一位有效数字。只有在测定次数很多时，方可取两位有效数字，但最多只能取两位。

## 5. 有效数字的修约规则

在确定了有效数字应保留的位数后，就要对不必要的位数进行修约。在修约时，应按国家标准总局提出的，1982年实施的数值修约原则进行。即：

(1) 在拟舍弃的数字中，若左边第一个数字小于5(不包括5)时，则舍去，即所拟保留的末位数字不变。

例如：将14.2432修约到保留一位小数。

修约前	修约后
14.2432	14.2

(2) 在拟舍弃的数字中，若左边第一个数字大于5(不包括5)时，则进一，即所拟保留的末位数字加一。

例如：将26.4843修约到只保留一位小数。

修约前	修约后
26.4843	26.5

(3) 在拟舍弃的数字中，若左边第一个数字等于5，其右边的数字并非全部为零时，则进一，即所拟保留的末位数字加一。

例如：将1.0501修约到只保留一位小数。

修约前	修约后
1.0501	1.1

(4) 在拟舍弃的数字中，若左边第一个数字等于5，其右边的数字皆为零时，所拟保留的末位数字若为奇数则进一，若为偶数(包括“0”)则不进。

例如：将下列数字修约到只保留一位小数。

修约前	修约后
0.3500	0.4
0.4500	0.4
1.0500	1.0

(5) 所拟舍弃的数字，若为两位以上数字时，不得连续多次进行修约，应根据所拟舍弃数字中左边第一个数字的大小，按上述规定，一次修约出结果。

例如：将15.4546修约成整数。

正确的做法是：

修约前	修约后
15.4546	15

不正确的做法是：

修约前	一次修约	二次修约	三次修约	四次修约
15.4546	15.455	15.46	15.5	16

## (二) 准确度和精密度

### 1. 准确度

准确度表示分析结果与真实值之间的符合程度。分析结果与真实值之间差别越小，则分析结果的准确度越高。如果相反，准确度越低。准确度的大小，用误差表示。误差是测定值与真实值之间的差值。误差越小，准确度越高。反之，准确度越低。误差有两种表示方法，即绝对误差和相对误差。

$$\text{绝对误差} = \text{测定值} - \text{真值}$$

即绝对误差表示测定值与真值之差。

$$\text{相对误差} = \frac{\text{测定值} - \text{真值}}{\text{真值}} \times 100\%$$

即相对误差表示绝对误差在真实值中所占的百分数。

### 2. 精密度

精密度表示在同一条件下，测定一均匀样品时，多次测定结果之间的符合程度。精密度的大小，用偏差表示。偏差是测定结果与平均值之差。偏差越小，精密度越高；反之，精密度越低。同误差一样，偏差也有绝对偏差和相对偏差两种。

$$\text{绝对偏差} = \text{测定值} - \text{平均值}$$

$$\text{相对偏差} = \frac{\text{测定值} - \text{平均值}}{\text{平均值}} \times 100\%$$

如果一组平行测定的数据，精密度好，也就是说几次测定的数值之间很符合，但不一定准确度也好。但是，要准确度好，必须要以精密度好为前题。

在分析监测工作中，常用测定回收率的方法确定准确度。即向一未知样品中加入已知量的标准物质，并同时测定该样品和样品加标准物质的结果，按下式计算回收率。

$$\text{回收率} = \frac{\text{样品加标准的测定值} - \text{样品的测定值}}{\text{加入标准物质的量}} \times 100\%$$

在分析监测工作中，即使条件完全相同，同一样品的多次测定结果也不会完全相同。虽然各测定值的偏差彼此独立，互不相关，但全部测定值有明显集中的趋势，并按概率统计中的高斯方程呈正态分布。为了描述这种测定数值之间的分散程度，即精密度，常使用标准差或变异系数来表示。

$$\text{标准差 } (s) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

式中： $x_i$ ——各次测定值；

$\bar{X}$ ——各次测定值的平均值；

$n$ ——测定次数。

$$\text{变异系数 } (CV) = \frac{s}{\bar{X}} \times 100\%$$

变异系数又叫做相对标准偏差。

由于“相对误差”反映的是绝对误差在真值中占有的比例。“变异系数”反映的是标准差在平均值中占有的比例，能够较好地评价测定方法。因此，在衡量一个方法的准确度和精密度时，往往使用这两个参数。

### (三) 标准曲线的绘制——最小二乘法

在光度法中，绘制标准曲线时，用已知不同浓度的溶液，测得各自对应的吸光度，在坐标纸上绘制标准曲线时，各点应在一直线上。但在实际监测工作中，常常因种种原因，实际测得的各点，不完全在一条直线上。这时，可采用“最小二乘法”来绘制标准曲线。“最小二乘法”就是采用回归的办法，求出对于已知各点误差最小的直线方程，来绘制标准曲线的方法。这样得到的直线，不受分析人员主观判断的影响。

设直线方程为  $x = my + b$

式中： $m$ ——直线的斜率；

$b$ ——直线在  $x$  轴上的截距；

$$m = \frac{n\sum xy - \sum x \sum y}{n\sum y^2 - (\sum y)^2}$$

$$b = \frac{\sum y^2 \sum x - \sum y \sum xy}{n\sum y^2 - (\sum y)^2}$$

式中： $n$ ——观测次数。

例：用已知浓度的溶液，测得吸光度值如表 1。

表 1 溶液的吸光度测定结果

吸光度	溶质浓度，毫克/升	吸光度	溶质浓度，毫克/升
0.10	29.8	0.50	41.3
0.20	32.6	0.60	44.1
0.30	38.1	0.70	48.7
0.40	39.2		

计算步骤如下：

先求出  $x$ 、 $y$ 、 $y^2$  和  $xy$  的总和 ( $\Sigma$ ) 如表 2。

表 2

$x$	$y$	$y^2$	$xy$
29.8	0.10	0.01	2.98
32.6	0.20	0.04	6.52
38.1	0.30	0.09	11.43
39.2	0.40	0.16	15.68

续表 2

$x$	$y$	$y^2$	$xy$
41.3	0.50	0.25	20.65
44.1	0.60	0.36	26.46
48.7	0.70	0.49	34.09
$\Sigma = 273.8$	2.80	1.40	117.81

再把这些总和代入  $m$  和  $b$  的公式中。因为  $x$  和  $y$  都有 7 个数，所以  $n=7$ ，

$$m = \frac{7 \times 117.81 - 2.80 \times 273.8}{7 \times 1.40 - 2.80^2} = 29.6$$

$$b = \frac{1.4 \times 273.8 - 2.80 \times 117.81}{7 \times 1.40 - 2.80^2} = 27.27$$

在绘图时， $y$  的值常用 0、0.20、0.60 三个数，用下列公式计算  $x$  的相应值：

$$x_0 = 29.6 (0) + 27.27 = 27.27$$

$$x_1 = 29.6 (0.20) + 27.27 = 33.19$$

$$x_2 = 29.6 (0.60) + 27.27 = 45.04$$

把代表这些值的点，绘在图上时，就能绘出一条直线。这条直线就是对所给数据来说，误差最小的一条直线。同时，把原来测得的各点，也绘在图上，如图 1。

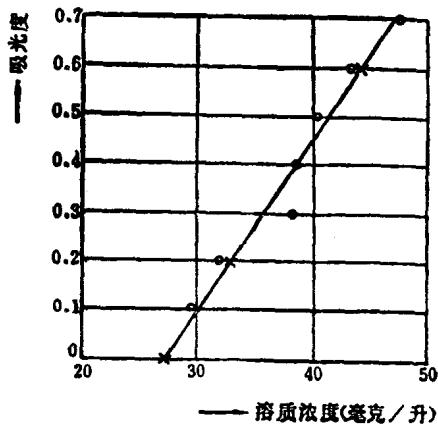


图 1 最小二乘法例图

·—实验数据；×—计算值

#### (四) 检出限和灵敏度

检出限是指测试方法对被测物质能够检出的最低限度。它同样是评价一个方法的重要指标。在废水分析中常用两种表示方法：(1) 绝对量，用最小检出量表示。即按本法操作，能够测得的最低量，如 0.01 毫克；(2) 浓度量，用最低检出浓度表示。即按本法操作，能够在每升水中测得的最低浓度，如 0.01 毫克/升。但要特别注意，如果实验操作条件改变（如取样体积改变），则最低浓度也随之产生相应的改变。

分析监测工作中，还经常使用灵敏度这一术语。灵敏度，是指一种测试方法的分辨能力。一种方法很灵敏，就是说当样品浓度或含量发生很小变化时，就能使测定值产生较大的变化。光度法中常以所测物质的摩尔吸光系数  $\epsilon$  作为灵敏度的标志。在  $x=f(c)$  的标准函数曲线中，斜率  $s$  则表示灵敏度。如同时用几种方法测试某一被测物质，标准曲线斜率越大的，说明方法越灵敏。