

制定《高氯废液化学需氧量的测定方法》行业标准编制说明 (征求意见稿)

1 任务来源及简要编制过程

1.1 任务来源

根据国家工业和信息化部文件“工业和信息化部办公厅关于印发 2019 年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知工信厅科函〔2019〕126 号”要求，全国废弃化学品处置标准化技术委员会将于 2020 年底完成《高氯废液化学需氧量的测定方法》行业标准的制定工作，计划编号：2019-0310T-HG，本标准由全国废弃化学品处置标准化技术委员会归口。

主要起草单位有：中海油天津化工研究设计院有限公司等。

1.2 标准简要编制过程

全国废弃化学品处置标准化技术委员会接到上级部门下达的制定《高氯废液化学需氧量的测定方法》行业标准计划后，首先查阅了国内外标准及有关技术资料，并向相关质检单位发函，广泛征求对制定标准工作的意见，在此基础上提出了文献小结。

2019 年 11 月 21 日在天津召开了制定该行业标准工作方案会，会后标准起草小组提出了工作方案及工作进度，通过对国内外相关标准的分析，并综合国内相关单位的实际分析应用经验，2020 年 5 月底提出了标准征求意见稿草案和编制说明，公开征求意见，意见及回复见《标准意见汇总处理表》。

2 目的、意义

高氯废液一般指氯离子含量大于 1000 mg/L 的废液，废液中的盐分甚至高达百分之十几，其成份主要是盐酸盐，该类废液化学需氧量（COD）含量一般为几十到几百毫克每升，主要来源有危废处理废液（如 MVR 蒸发浓缩液）、化学合成洗液、酸洗废液、印染废液、有机氯化工、盐湖卤水开发行业、油气田和炼化企业废液等。对工业废液、水中 COD 的测定多采用《水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法》（HJ 828）。然而对于含较高浓度氯化物的工业废液，由于在强酸性条件下测定 COD 时，其中的氯离子易被重铬酸钾氧化，因此会影响测定结果的准确性。消除废液体中共存氯离子的干扰一直是这些行业废液测定 COD 时的难题。

因此，准确测定高氯废液中 COD 含量，对监测处理工艺效率、判断出水能否达标及制定污水治理规划等具有重要意义。

3 行业概况

环境科学所指的化学需氧量（ COD_{Cr} ），是指在强酸并加热条件下，用重铬酸钾作为氧化剂处理水样时所消耗的氧化剂的量，以氧的 mg/L 来表示。化学需氧量反映了水中受还原性污染物质污染的程度。水被有机物污染是很普遍的，因此化学需氧量也作为有机物相对含量的指标之一。 COD_{Cr} 是我国实施排放总量控制的指标之一。废液中的化学需氧量可由于加入的氧化剂的种类及浓度，反应溶液的酸度，反应温度和时间，以及催化剂的有无而获得不同的结果。因此，化学需氧量也是一个条件性指标，必须严格控制操作步骤。

目前，我国水质化学需氧量（COD）测定的标准方法有《水质 化学需氧量的测定 重

铬酸钾法》HJ 828-2017、《水质 化学需氧量的测定 快速消解分光光度法》HJ/T 399-2007，但这两种方法都不适用于含氯化物质量浓度大于 1000mg/L（稀释后）的水中的化学需氧量的测定。《高氯废水 化学需氧量的测定 氯气校正法》HJ/T 70-2001 要求氯离子含量小于 20000mg/L，但操作过程复杂、耗时长且消耗试剂量很大，且使用该方法测定 COD 结果约有 10mg/L 的系统误差；《高氯废水 化学需氧量的测定 碘化钾碱性高锰酸钾法》HJ/T 132-2003 的适用范围为油气田与炼化企业高氯废水中的 COD 的测定且我国污水综合排放标准中 COD 指标是指重铬酸钾法的测定结果，因此需明确废水中有机物成分和各组分含量先测定 K 值再换算为 COD_{Cr}。所以，现有各检测方法对高氯，尤其氯离子含量高于 20000mg/L 的废液中的 COD 的测定没有操作简单可行的标准方法，所以很有必要建立新的检测标准对现有的标准方法进行补充。

4 制标原则

- 4.1 积极采用国际和国外先进标准的原则；
- 4.2 有利于促进技术进步，提高检验质量的原则；
- 4.3 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则；
- 4.4 符合用户的需要，保护消费者利益、促进资源综合利用的原则；
- 4.5 遵循科学性、先进性、统一性的原则。

5 国内外标准及资料概况

国内现有的水质 COD 检测标准中，各方法都有一定的局限性，对于有机物组分不明确、氯离子高达几万 mg/L 且 COD 比较低的高盐废液 COD 测定存在无标准方法可选的问题，对于这类废水的排放是否达标也就无法判定。对于这类废水无害化处理 COD 指标无法考察，限制了高氯废液、废水无害化处理工艺研究的开展。目前国内查阅到的相关标准如下：

- 高氯废水 化学需氧量的测定 碘化钾碱性高锰酸钾法 HJ/T 132-2003
- 高氯废水 化学需氧量的测定 氯气校正法 HJ/T 70-2001
- 水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法 HJ 828-2017
- 水质 化学需氧量的测定 快速消解分光光度法 HJ/T 399-2007
- 稀土废渣、废水化学分析方法 第 2 部分：化学需氧量(COD)的测定 GB/T 34500.2-2017
- 高氯高氨废水 化学需氧量的测定 氯离子校正法 GB/T 31195-2014
- 水和废水监测分析方法（第四版）国家环保总局 中国环境科学出版社 2012
- 污水综合排放标准 GB 8978-1996
- 地表水环境质量标准 GB 3838-2002

表 1 现有主要 COD 测定方法标准比较

序号	标准名称	适用范围	局限性
1	GB 11914-1989 水质 化学需氧量的测定 重铬酸钾法	适用于各种类型的 COD 大于 30 mg/L 的水样	要求氯离子浓度小于 1000 mg/L。

2	GB/T 31195-2014 高氯高氨废水化学需氧量的测定氯离子校正法	适用于炼油催化剂及相应催化材料生产过程中产生的高氯高氨废水化学需氧量的测定	氯离子浓度不超过 2000mg/L, 铵离子浓度不超过 1000mg/L, COD _{Cr} 大于 50mg/L。
3	HJ 828-2017 水质 化学需氧量的测定 重铬酸钾法(代替 GB 11914-1989)	适用于地表水、生活污水和工业废水中化学需氧量的测定	要求氯离子浓度小于 1000 mg/L。当取样体积为 10.0 ml 时, 本方法的检出限为 4 mg/L, 测定下限为 16 mg/L。
4	HJ/T 399-2007 水质 化学需氧量的测定 快速消解分光光度法	地表水、地下水、生活污水和工业废水	要求氯离子浓度小于 1000 mg/L。
5	《水和废水监测分析方法》(第四版)国家环境保护总局 2002 年 快速密闭催化消解法(B) 3.3.2(3)	可以测定地表水、生活污水、工业废水的 COD 测定	要求氯离子浓度小于 1000 mg/L。
6	HJ/T 70-2001 高氯废水 化学需氧量的测定 氯气校正法	油田、沿海炼油厂、油库、氯碱厂废水深海排放等废水, 氯离子 1000~20000 mg/L	不适用于含氯化物浓度大于 20000 mg/L, 操作复杂, 重现性差方法检出限 30 mg/L。
7	HJ/T 132-2003 高氯废水 化学需氧量的测定 碘化钾碱性高锰酸钾法	适用于油气田和炼化企业氯离子含量高达几万至十几万 mg/L 高氯废水 COD 测定	方法最低检出限 0.20mg/L。需明确废水中有机物成分和各组分含量, 需换算为 COD _{Cr} 。

现有标准在测定高氯废液化学需氧量时, 均限定了氯离子浓度要求。超过标准中的氯离子浓度要求, 则会对化学需氧量的测定结果产生严重干扰。氯离子对重铬酸盐法测定化学需氧量的干扰主要表现在两方面: 一是消耗催化剂硫酸银, 可与银离子形成氯化银沉淀; 二是消耗氧化剂重铬酸钾, 重铬酸钾在氧化有机物时也氧化水中的氯离子, 消耗了部分氧化剂使测定结果偏高。

6 标准内容

6.1 适用范围

本方法标准规定了废液中化学需氧量测定的重铬酸钾法。参照《水和废水监测分析方法》(第四版)中第三篇第三章第二节第三条快速密闭催化消解法完成试样消解, 增大掩蔽剂的用量将高浓度的氯离子进行掩蔽后再测定其化学需氧量值。

本方法适用于高氯工业废液、废水中化学需氧量的测定。对于 COD 小于 100mg/L 的样品氯离子含量不得高于 8%。对于 COD 大于等于 100mg/L 的样品氯离子含量不得高于 6%, 方法测定上限 700mg/L。当取样体积为 3mL 时, 本方法的检出限为 6.3mg/L, 测定下限为 25mg/L。

6.2 方法原理

在废液样品中加入过量的掩蔽剂将氯离子掩蔽, 再加入已知量的重铬酸钾溶液, 在强酸介质下以银盐作催化剂, 密闭加热消解后, 以试亚铁灵为指示剂, 用硫酸亚铁铵滴定废液样品中未被还原的重铬酸钾, 由消耗的重铬酸钾的量计算出化学需氧量的质量浓度。

6.3 术语和定义

给出高氯废液化学需氧量的测定方法的术语定义, 为科学地对其判定提供依据。

6.4 废液样品保存

废液样品采集后, 如不能及时分析, 则应加入硫酸将 pH 调节至小于 2, 以抑制样品微生物活动。样品应尽快分析, 必要时应在 4℃冷藏保存, 保存时间不超过 5 天。

6.5 样品处理

（1）消解方式

现有标准《水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法》HJ 828-2017 中对水样样品处理采用加入重铬酸钾标准溶液的条件下，一般冷凝回流装置进行处理。也称为回流法。该方法适用范围较为广泛，方法重现性较高；但消化时间过长，至少需要 2 个小时，回流水要求量大，批量测定较为困难。

目前，行业的化学需氧量测定中主要使用 COD 消解仪密闭消解，或者使用微波消解仪，都可以达到不错的消解效果，大大提高消解效率，节省试验时间。

微波密闭消解法：从物理角度出发缩短消解时间，不改变化学反应机理。与回流法一样采用硫酸-重铬酸钾消解体系，采用微波智能加热方式，自动完成 COD 样品的密闭消解过程，使测定工作变得简单；优点：体积小，重量轻，不需要冷却水，可以大批量同时进行测定；消解时间短，操作简单，自动高效。

快速密闭消解法：快速密闭消解法是在经典的硫酸-重铬酸钾消解体系中加入助催化剂硫酸铝钾和钼酸铵，在密封条件下进行，一般采用 COD 消解仪。具有消解时间短，使用范围广泛，尤其适合高盐废水的特点。

标准中提供两种不同的消解方法，企业可以根据自身设备配备情况选择废液的消解方法。

（2）消解时间与温度的选择

参照 COD 消解仪推荐消解时间，一般推荐值为 30min 至 35min。加热温度推荐 $160^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。企业采用快速密闭消解法操作步骤测定某高氯垃圾渗滤液 COD_{Cr} 与对比组已知标准溶液（由邻苯二甲酸氢钾配制成 COD_{Cr} 为 249.5mg/L 试验溶液）做对比试验，不同消解时间得到的检测结果如下表：

表 2 消解时间对比情况

序 号	1	2	3	4	5	6
消解时间（min）	10	15	20	25	30	35
渗滤液 COD_{Cr} (mg/L)	190.1	198.7	233.3	250.6	268.3	268.0
标准溶液 COD_{Cr} (mg/L)	193.3	239.4	246.9	250.7	249.7	250.2

由上试验可知，消解时间定为 30min~35min 满足试验要求。

6.6 掩蔽剂理论用量及产生的问题

根据反应式 $\text{Hg}^{2+} + 4\text{Cl}^{-} \rightarrow [\text{HgCl}_4]^{2-}$ ，计算硫酸汞与氯离子的反应质量比为 296.65 : 141.8 = 2.092 : 1。现有标准 HJ 828-2017 中由于氯离子的影响，采用敞开式回流消解方式，则规定硫酸汞与氯离子的质量比范围为 20:1，显然过量较大。本标准中拟采用快速密闭消解方式或微波密闭消解方式，相对减少掩蔽剂的用量比，但增加掩蔽剂的绝对量，使得达到增加掩蔽氯离子量的目的。按照《水和废水监测分析方法》(第四版)快速密闭催化消解法(B) 3.3.2(3)操作过程，以及试验用设备操作要求，确定取样量为 3mL、相应的取消解剂 3mL、催化剂 5mL，鉴于尽量减少有毒试剂的用量，标准中规定消解管或者消解罐都使用 25mL 容量，在此要求下便于试验操作，确定掩蔽剂的用量为不超过 5 mL，样品和试剂的总体积为 16mL。由于消解管体积的限制，样品和试剂的总体积都不宜过大，体积确定情况下尽量增加掩蔽剂的浓度，根据试验确定掩蔽剂浓度为 300g/L（硫酸 1+9）。

试验发现,含氯样品在增加掩蔽剂绝对用量后,消解液转移至锥形瓶中补水至 50~60mL 时,溶液中含有不少沉淀,对滴定终点的判断有干扰。为了寻找沉淀产生的原因,统计了不同含量的氯离子样品对应的试剂消耗和剩余情况,推断滴定液中的沉淀为达到饱和未溶解的 HgSO_4 和 HgCl_2 等。在转移的消解液中补加 30 mL 硫酸溶液 (1+1) 并补水至 80~100mL 摇匀后溶液中沉淀全部溶解,冷却后用硫酸亚铁铵溶液进行滴定,滴定终点的判断明显。

6.7 试验验证

采用氯化钠、氯化铵配制相应浓度的氯离子溶液,以该溶液作为测定对象考察掩蔽剂用量对 COD 测定的影响。

(1) 氯化钠体系

分别配制不同浓度的氯化钠(800℃煅烧 2 小时)溶液,以水作空白,分别用 $c(1/6\text{K}_2\text{CrO}_7)=0.25\text{mol/L}$ 与 $c(1/6\text{K}_2\text{CrO}_7)=0.05\text{mol/L}$ 两种不同浓度重铬酸钾标准溶液对氯化钠溶液进行 COD_{Cr} 测定。测定结果见表 3。

其中取样量 3 mL,掩蔽剂用量 5 mL (硫酸汞 $\rho=300\text{g/L}$),催化剂(硫酸银溶液)5mL,重铬酸钾标准溶液 3 mL。

表 3 测定不同浓度氯化钠溶液的 COD 结果

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	13	14
样品氯含量(%)	2.5	3	3.5	4	4.5	4.5	5	6	7	8	9	10	11
COD (mg/L) $c(1/6\text{K}_2\text{CrO}_7)$ 0.25mol/L	0	5.9	0	3.5	5.9	5.9	5.9	5.9	11.8	-	-	-	-
COD (mg/L) $c(1/6\text{K}_2\text{CrO}_7)$ 0.05mol/L	0	0	1.1	0	0	-2.6	2.6	-2.6	0	1.2	6.1	3.7	6.1

采用 $c(1/6\text{K}_2\text{CrO}_7)=0.25\text{mol/L}$ 重铬酸钾标准溶液与相应的 0.05mol/L 硫酸亚铁铵标准溶液滴定,从测定结果看,当掩蔽剂加入量 5mL 时,氯离子浓度达 6%对 COD 测定的影响可以接受。

采用 $c(1/6\text{K}_2\text{CrO}_7)=0.05\text{mol/L}$ 重铬酸钾标准溶液与相应的 0.005mol/L 硫酸亚铁铵标准溶液滴定,从测定结果看,当掩蔽剂加入量 5mL 时,氯离子浓度达 8%对 COD 测定的影响都很小。

(2) 氯化铵体系

分别配制不同浓度的氯化铵溶液,以水作空白,分别用 $c(1/6\text{K}_2\text{CrO}_7)=0.25\text{mol/L}$ 与 $c(1/6\text{K}_2\text{CrO}_7)=0.05\text{mol/L}$ 两种不同浓度重铬酸钾标准溶液对氯化铵溶液进行 COD_{Cr} 测定。测定结果见表 4。

其中取样量 3 mL,掩蔽剂用量 5 mL (硫酸汞 $\rho=300\text{g/L}$),催化剂(硫酸银溶液)5mL,重铬酸钾标准溶液 3 mL。

表 4 测定不同浓度氯化铵溶液的 COD 结果

编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
样品氯含量 (%)	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
COD (mg/L) $c(1/6K_2CrO_7)$ 0.25mol/L	0.0	0.0	0.0	6.7	0.0	13.3	33.7	13.5	33.7	13.5	87.5
COD (mg/L) $c(1/6K_2CrO_7)$ 0.05mol/L	0.0	1.8	0.9	-3.1	-4.4	-8.8	-0.4	-0.9	0.0	8.4	5.7

采用 $c(1/6K_2CrO_7) = 0.25\text{mol/L}$ 重铬酸钾标准溶液与相应的 0.05mol/L 硫酸亚铁铵标准溶液滴定, 从测定结果看, 当掩蔽剂加入量达 5mL 时, 氯离子浓度达 5% 对 COD 测定的影响可以接受。

采用 $c(1/6K_2CrO_7) = 0.05\text{mol/L}$ 重铬酸钾标准溶液与相应的 0.005mol/L 硫酸亚铁铵标准溶液滴定, 从测定结果看, 当掩蔽剂加入量达 5mL 时, 氯离子浓度达 9% 对 COD 测定的影响都很小。

(3) 实际高氯废液试验

将邻苯二甲酸氢钾 ($C_8H_5O_4K$) 在 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥恒重后, 称取 1.0637g 于烧杯中, 加水约 20mL 溶解后转移至 250mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 此溶液 COD_{Cr} 值为 5000mg/L 。此溶液 $2\sim 8^\circ\text{C}$ 下储存, 或在定容前加入约 1mL 硫酸 (1+9) 常温储存可稳定保存一个月。以此作为加标试验溶液。

a. 高氯 (主要含有氯化钠盐) 废液测定

取铜盐废水处理前原水, 主要含有氯化钠杂质, 适当稀释后氯离子含量为 5.96% , 对废水进行 COD 测定, 平行测定样品与加标 (加标量 250mg/L) 测定结果见表 5。

表 5 铜盐废水处理前原水 COD 测定结果和加标回收率结果 (氯离子含量 5.96%)

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	平均	RSD%
样品测定结果 (mg/L)	222	215	231	215	213	231	222	213	218	222	229	221	3.1
加标后测定结果 (mg/L)	480	453	469	453	464	460	--	--	--	--	--	463	2.2
加标回收率 (%)	103.4	92.9	99.2	92.9	97.1	95.5	--	--	--	--	--	96.8	4.2

以铜盐处理后废水, 氯含量 7.76% 进行实验, 平行测定样品与加标样 (加标量 33.3mg/L), 测定结果和计算结果见表 6。

表 6 铜盐废水处理出水 COD 测定结果和加标回收率结果 (氯离子含量 7.76%)

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	平均	RSD%
样品测定结果 (mg/L)	19.8	22.6	22.6	25.3	25.3	22.6	19.8	22.6	19.8	22.6	22.6	22.3	8.6

加标后测定结果 (mg/L)	52.9	50.1	55.6	52.9	54.5	55.6	/	/	/	/	/	53.6	3.9
加标回收率 (%)	91.8	83.4	99.9	91.8	96.6	99.9	/	/	/	/	/	93.9	6.7

从以上实验结果看，高氯化钠杂质情况下，试验结果以及加标试验结果都比较理想。其中对于铜盐废水处理后出水 COD 测定结果看，测定结果接近测定下限，标准相对偏差以及试验加标回收率也在可接受范围内。

b.高氯（主要含氯化铵）废液测定

以铜盐产品生产产生的氯化铵母液进行适当稀释，得到氯含量 4.56%、 HN_4^+ 含量 2.28% 的溶液，平行测定样品与加标样（加标量 250mg/L），测定结果和计算结果见表 7。

表 7 铜盐废水氯化铵母液稀释液 COD 测定结果和加标回收率结果

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	平均	RSD%
样品测定结果 (mg/L)	213	222	202	200	202	202	207	202	215	209	205	207	3.4
加标后测定结果 (mg/L)	451	445	440	432	443	440	--	--	--	--	--	442	1.4
加标回收率 (%)	97.3	95.2	93.1	89.9	94.2	93.1	--	--	--	--	--	93.8	2.6

以铜盐产品生产产生的氯化铵废水进行适当稀释，得到氯含量 7.08%、 HN_4^+ 含量 3.54% 的溶液，平行测定样品与加标样（加标量 50mg/L），测定结果和计算结果见表 8。

表 8 处理后氯化铵废水稀释液 COD 测定结果和加标回收率结果

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	平均	RSD%
样品测定结果 (mg/L)	24.3	36.9	28.8	24.3	32.4	28.8	31.0	28.8	29.7	30.6	28.9	29.5	11.9
加标后测定结果 (mg/L)	70.1	79.8	78.2	77.3	72.8	73.7	--	--	--	--	--	75.3	4.9
加标回收率 (%)	81.3	100.7	97.5	95.7	86.7	88.5	--	--	--	--	--	91.7	8.1

从以上实验结果看，高氯化铵废液测定结果的相对标准偏差加大，但加标试验测定结果在可接受范围内。

c.高氯（主要含氯化钠与氯化铵）废液测定

以铜盐产品生产产生的氯化钠废水和氯化铵废水进行适当混合和稀释，得到氯含量 5.26%、 HN_4^+ 含量 1.32% 的溶液，平行测定样品与加标样（加标量 250mg/L），测定结果和计算结果见表 9。

表 9 处理前氯化钠废水和氯化铵废水混合稀释液 COD 测定结果和加标回收率结果

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	平均	RSD%
样品测定结果 (mg/L)	220	229	235	220	235	216	238	230	217	225	229	227	3.5
加标后测定结果 (mg/L)	479	485	472	475	488	485	--	--	--	--	--	481	1.3
加标回收率 (%)	100.8	103.4	98.2	99.2	104.5	103.4	--	--	--	--	--	101.6	2.5

以处理后的铜盐产品生产产生的氯化钠废水和氯化铵废水进行适当混合，得到氯含量

7.54%、 HN_4^+ 含量 1.88% 的溶液，平行测定样品与加标样（加标量 50mg/L），测定结果和计算结果见表 10。

表 10 处理前氯化钠废水和氯化铵废水混合液 COD 测定结果和加标回收率结果

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	平均	RSD%
样品 COD (mg/L)	27.9	35.5	25.2	24.3	38.7	22.0	28.8	26.5	29.7	25.2	31.0	28.6	17.3
加标样 COD(mg/L)	75.2	80.5	68.3	76.0	72.8	73.7	--	--	--	--	--	74.4	5.4
加标回收率 (%)	93.2	103.7	79.5	94.7	88.4	90.2	--	--	--	--	--	91.6	8.7

高氯高铵混合废液试验测定情况看，废液中化学需氧量浓度越高，测定结果的相对标准偏差越低，低于 30mg/L 的废液样品中的 COD 测定值的相对标准偏差较大，加标回收试验结果看回收率在可接受范围内。

（4）空白试验

试验需要做双空白，以 3mL 水代替样品，其他过程与样品处理及测定过程完全一致，包括加入试剂种类和量（掩蔽剂、消解液和催化剂）。与样品一样用硫酸亚铁铵标准溶液滴定，记录硫酸亚铁铵标准溶液的消耗体积，以双空白滴定数值计算的平均值参与计算。

（5）方法检出限

按照样品分析的步骤，以 3mL 水为空白样品，在氯含量 8% 情况下，进行测定。具体测定情况见表 11：

表 11 方法检出限测定（8% 氯离子含量）

空白样品编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	平均	SD	检出限 (3SD, mg/L)
COD(mg/L)	2.27	-2.27	0	0	-2.27	0	-2.27	2.27	0	4.53	0	0.21	2.1	6.3

以 4 倍检出限作为测定下限，本方法的测定的检出限为 6.3mg/L；测定下限为 25mg/L。

（6）质量控制

a 空白试验

试验需有双空白，以 3mL 水代替样品，其他过程与样品处理及测定过程完全一致，包括加入试剂种类和量（标准滴定溶液除外）也需一致。

b 精密度控制

每批样品平行样不得少于 10%，平行样的相对偏差不得超过 $\pm 15\%$ 。

c 准确度控制

每批样品测定，应分析一个加入相应由氯化钠（灼烧后）配置的氯离子浓度的且有证标准样品或质控样品，其测定值应达到质量控制要求。

7 标准属性

本标准为你推荐性化工行业标准。

8 标准水平分析

本标准根据高氯废液中化学需氧量测定实际情况进行制定。方法全面，测定速度快，可操作性强，已经在相关领域中得到广泛应用。综合分析，本标准为国内先进水平。