T/CIS 71001-XXXX 《核电厂工艺系统用水中磷酸盐、硅酸盐和联氨的测定 流动注射-分光光度法》编制说明

（征求意见稿）

1. 工作简况

1.1. 任务来源

本项目根据中国仪器仪表学会团体标准制修订计划（仪学秘字【2025】058 号文），标准编号 T/CIS 71001- XXXX，项目名称“核电厂锅炉用水和冷却水中磷酸盐、硅酸盐和联氨的测定 流动注射-分光光度法” 进行制定。主要起草单位：核工业北京化工冶金研究院等，计划完成时间 2026 年。

1.2. 工作过程

2025 年 4 月，中国仪器仪表学会发布关于拟立项《核电厂锅炉用水和冷却水中磷酸盐、硅酸盐和联氨的测定 流动注射-分光光度法》CIS 标准的公示通告。

2025 年 7 月，中国仪器仪表学会发布《核电厂锅炉用水和冷却水中磷酸盐、硅酸盐和联氨的测定 流动注射-分光光度法》标准制定工作组成立的通知，《核电厂锅炉用水和冷却水中磷酸盐、硅酸盐和联氨的测定 流动注射-分光光度法》团体标准正式立项。工作组由核工业北京化工冶金研究院、福建福清核电有限公司、中广核惠州核电有限公司、海南核电有限公司、华能海南昌江核电有限公司、三门核电有限公司、中核辽宁核电有限公司、中核国电漳州能源有限公司、大亚湾核电运营管理有限责任公司、北京吉天仪器有限公司等单位组成，涵盖核工业科研院所、核电企业、设备制造相关单位。

《核电厂锅炉用水和冷却水中磷酸盐、硅酸盐和联氨的测定 流动注射-分光光度法》标准制定工作组成立通知发布后，标准起草牵头单位（核工业北京化工冶金研究院）立即召开工作组会议，在前期申请立项调研的基础上，同成员单位一起对标准内容进行了深入的研究，确定了标准的基本编制思路及其内容，并明确了人员分工。

2025 年 8 月，标准编制工作组进行多次的线上和线下小规模会议，明确任务分工，查阅国内外相关标准和文献资料，分析现有核电厂对磷酸盐、硅酸盐和联氨的检测要求和发展趋势，分析流动注射分析仪技术优势，确定检测方法研究内容。工作组随后对国内已开展的流动注射分析仪应用的情况开展调研，确定检测方法需要验证的内容，形成本标准方法的验证方案。

根据《中国仪器仪表学会团体标准管理办法》的相关规定，工作组检索、查询和收集国内外标准和文献，参照相关标准要求开展标准编制的前期准备工作。参照的国际标准包括 ISO 15681-1:2004 Water quality - Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) - Part 1: Method by flow injection analysis (FIA)、ISO 16264-2004 Water quality - Determination of soluble silicates by flow analysis (FIA and CFA) and photometric detection；国家标准包括 GB/T 6913-2023 锅炉用水和冷却水分析方法磷酸盐的测定、GB/T 12149-2017 工业循环冷却水和锅炉用水中硅的测定、GB/T 6906-2006 锅炉用水和冷却水分析方法 联氨的测定；国内行业标准包括 DL/T 502.3-2006 火力发电厂水汽分析方法 第 3 部分：全硅的测定（氢氟酸转化分光光度法）、DL/T 502.13-2006 火力发电厂水汽分析方法 第 13 部分：磷酸盐的测定（分光光度法）、DL/T 502.17-2006 火力发电厂水汽分析方法 第 17 部分：联氨的测定（直接法）、DL/T 502.18-2006 火力发电厂水汽分析方法 第 18 部分：联氨的测定（间接法）。根据上述标准进行了标准现状调研。

2025 年 9 月，标准编制单位开展了标准的研制工作。核工业北京化工冶金研究院联合北京吉天仪器有限公司，先在实验室开发出适合于核电厂需求的磷酸盐、硅酸盐和联氨的流动注射分析仪方法，主要围绕校准曲线、检出限、精密度及准确度等进行方法研制实验，编写了标准文本及编制说明初稿。根据验证结果编写方法验证报告和编制说明，并形成标准草案。

2025 年 10 月~2026 年 9 月，标准编制单位将仪器陆续送到各参与单位，并由参与单位在核电厂化学实验室单位按照方法验证实施方案开展验证工作。牵头单位对各验证单位提交的方法验证报告进行汇总。经标准编制小组讨论，将标准名称由“核电厂锅炉用水和冷却水中磷酸盐、硅酸盐和联氨的测定 流动注射-分光光度法”改为“核电厂工艺系统用水中磷酸盐、硅酸盐和联氨的测定 流动注射-分光光度法”。

1.3. 主要参加单位和工作组成员及其所做的工作

本标准由核工业北京化工冶金研究院牵头，核工业北京化工冶金研究院、福建福清核电有限公司、中广核惠州核电有限公司、海南核电有限公司、华能海南昌江核电有限公司、中核辽宁核电有限公司、中核国电漳州能源有限公司、北京吉天仪器有限公司等单位共同起草。（见表1）

表1　参加单位及分工

序号	参加单位	主要分工
1	核工业北京化工冶金研究院	负责组织设备性能测试和现场验证测试等工作，负责组织召开标准制定启动会和工作组讨论会，对标准中各指标进行试验，起草标准文本和编制说明，协调项目分工，跟进项目进度等。
2	福建福清核电有限公司	按照标准中的实验方法验证流动注射分析仪对磷酸盐的检测性能指标并提供意见或建议。
3	海南核电有限公司	按照标准中的实验方法验证流动注射分析仪对硅酸盐和联氨的检测性能指标并提供意见或建议。
4	华能海南昌江核电有限公司	按照标准中的实验方法验证流动注射分析仪对磷酸盐的检测性能指标并提供意见或建议。
5	中核辽宁核电有限公司	按照标准中的实验方法验证流动注射分析仪对磷酸盐的检测性能指标并提供意见或建议。
6	中广核惠州核电有限公司	按照标准中的实验方法验证流动注射分析仪对磷酸盐的检测性能指标并提供意见或建议。
7	中核国电漳州能源有限公司	按照标准中的实验方法验证流动注射分析仪对磷酸盐和硅酸盐的检测性能指标并提供意见或建议。
8	北京吉天仪器有限公司	负责具体编写硅酸盐、磷酸盐和联氨的流动注射分析仪检测方法和测试方案，负责流动注射分析仪的现场安装调试。

2. 标准编制原则和主要内容

2.1. 编制原则

本标准格式依据GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》等要求进行编制。在本文件编制过程中，遵循科学性、先进性和实用性的原则。内容全面，规定具体，语言通俗，易于实施。

（1）先进性

标准制定依托当前成熟先进的流动注射分析仪技术，科学合理确定相关技术指标，并参考国内外相关标准，使标准既能满足现有核电厂对磷酸盐、硅酸盐和联氨的检测水平或要求水平，同时又能保证在今后一定时期内对核电厂化学指标的快速、自动化检测技术发展起到引领作用。

（2）可操作性

广泛征询各相关单位的意见和建议，在国内主流的流动注射分析仪上开展磷酸盐、硅酸盐和联氨检测方法的开发，使标准具有普遍适用性，易于推广使用。

（3）普遍适用性

在全国不同堆型的核电厂开展验证，考虑各核电厂对磷酸盐、硅酸盐和联氨的控制标准和质控要求，并在标准草案中给予体现，确保标准的适用性。

2.2. 技术路线

基于成熟的流动注射分析技术方法，标准编制单位开展《核电厂锅炉用水和冷却水中磷酸盐、硅酸盐和联氨的测定 流动注射-分光光度法》标准研制工作。按照《GB/T 20001.4 标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》、《GB/T 6379 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）》的技术要求，制定本方法标准的技术路线，技术路线图如图2-1所示。

标准编制工作组调研及梳理流动注射分析仪相关标准及文献提供的分析方法，分析目前检测方法存在的不足和缺点。通过查找、阅读国内外相关流动注射分析仪方法和人工操作-分光光度法测定磷酸盐、硅酸盐和联氨的相关标准、论文和专利，最终确定基于流动注射-分光光度法测定核电厂工艺系统用水中磷酸盐、硅酸盐和联氨的可行性。

标准编制工作组在实验室流动注射分析仪上初步建立了磷酸盐、硅酸盐和联氨标准溶液和核电模拟样品的检测方法，并进行了方法学性能初步考察，确定方法研究拟采用的设备及方法条件试验研究内容，试验研究内容包括样品采集、方法性能指标等方面。

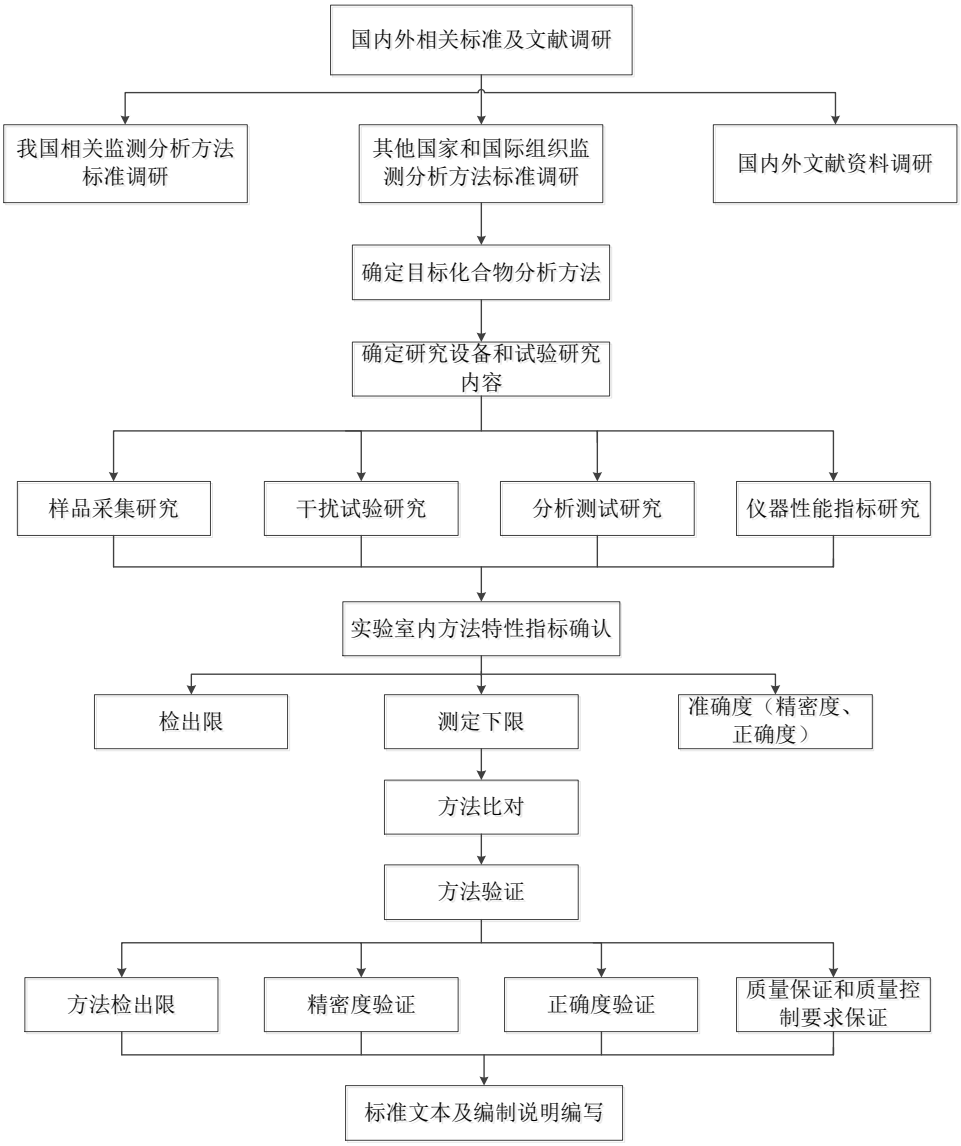


图2-1 标准制定技术路线图

2.3. 标准编制必要性

磷酸盐、硅酸盐、联氨是核电厂水化学重要的检测指标，上述化学指标的含量在核电稳定运行过程中发挥着重要作用。核电厂设备冷却水回路采用磷酸三钠作为系统缓蚀剂，控制冷却水pH在一定范围内，以缓解系统的腐蚀情况。硅是导致锅炉及其系统结垢的主要因素，尤其是在给水中铁、铝和硅化合物含量较高时，会形成硅酸铁等沉积物。结垢对锅炉系统的运行影响显著。精确测量炉水中的硅含量，对于防止结垢、保护锅炉及其系统、提高能源利用效率以及确保系统安全运行至关重要。核电厂利用联氨主要用来一回路启动除氧、一回路补水除氧、事故后安全壳喷淋系统及中压安注系统除碘、二回路冲洗、二回路钝化、蒸汽发生器湿保养、AVT(R)工况维持还原氛围等。

核电厂的一回路冷却剂因接触燃料棒具有一定的放射性。因此核电一回路水相对常规火力电厂用水还有一定特殊性，需要对核电各回路用水中的磷酸盐、硅酸盐和联氨检测方法进行特别规定。

核电厂各系统用水中的磷酸盐、硅酸盐和联氨检测存在以下痛点：①样品具有放射性，检测人员手动操作时易受射线危害，长期累积的辐射剂量可能达到有害水平，增加操作人员的健康风险；②样品较多，每月至少30个样品，有些手动检测周期较长的指标如硅酸盐，需要较长的实验时间；③在大修期间，需要对磷酸盐、硅酸盐等指标浓度进行快速、准确响应，以加快维修进程；④现有检测标准的检测范围在核电化学检测指标并不适用，需要单独稀释，人工操作会进一步引入误差；⑤样品分析、前处理过程存在人因失误风险。

基于技术现状和检测需求，核电厂针对磷酸盐、硅酸盐和联氨的检测需要更加快速、自动化的仪器检测方法，适用于大批量样品的分析。同时要求新的仪器和检测方法具有较高的灵敏度、良好的精密度和准确度，自动化程度更高、试剂消耗量少，减轻分析人员的劳动强度。而基于流动注射分析技术原理的核电厂锅炉用水和冷却水中磷酸盐、硅酸盐和联氨的快速测定方法可满足上述要求。因此在中国仪器仪表学会的大力支持下，成立相关工作组，研究核电厂锅炉用水和冷却水中磷酸盐、硅酸盐和联氨的流动注射分析方法，获得行业共识，形成核电行业认同的方法标准。

2.4. 方法原理

本标准规定的磷酸盐、硅酸盐、联氨流动注射分析方法工作原理，即：将一定体积的样品注射到一个流动的、无空气间隔的试剂溶液连续载流中，样品与试剂在分析模块中按选定的顺序和比例混合、反应，在非完全反应的条件下，进入流动检测池进行光度检测，定量测定样品中被测物质的含量。该方法对磷酸盐、硅酸盐、联氨的检测周期为3min，可实现样品自动进样、自动显色、自动出数、自动清洗。

磷酸盐化学反应原理：在酸性介质中，磷酸盐与钼酸盐、偏钒酸盐发生显色反应，生成黄色磷钒钼酸络合物。该络合物的显色深度与磷酸盐浓度遵循朗伯-比尔定律，最大吸光度在420 nm处，该波长下吸光度与磷酸盐浓度成线性关系。。

硅酸盐化学反应原理：酸性条件下，硅酸盐与钼酸盐形成硅钼黄络合物，用抗坏血酸还原后，形成硅钼蓝络合物，在（660±10）nm处吸光度与硅酸盐浓度成线性关系。加入草酸可消除磷酸盐的干扰。针对微量硅，可测量其在（810±10）nm处吸光度。

联氨化学反应原理：在酸性条件下，联氨与对二甲氨基苯甲醛反应生成黄色的偶氮化合物。在测定范围内黄色的深度与联氨的含量成比例，符合朗伯-比尔定律。此偶氮化合物的最大吸收波长为454nm。

2.5. 标准主要条文内容说明

2.5.1. 规定了适应范围

本标准规定了采用流动注射分光光度法测定核电厂工艺系统用水中磷酸盐、硅酸盐和联氨含量的测定。

本文件适用于核电厂一回路、二回路和辅助系统用水中磷酸盐、硅酸盐和联氨含量的测定，也适用于工业、生活用水、天然水体等水中磷酸盐、硅酸盐和联氨含量的测定。

该方法适用于磷酸盐含量（以PO_4^{3-}计）5 mg/L ~1000 mg/L、硅酸盐含量（以SiO_2计）10 μg/L ~500 μg/L、联氨含量5 μg/L ~100 μg/L范围的测定。

2.5.2. 规定了规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 602　化学试剂　杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6907　锅炉用水和冷却水分析方法　水样的采集方法

2.5.3. 规定了方法原理

流动注射分析系统是在封闭的管路中，一定体积的试样注入不断流动的载液中，试样和试剂在化学反应模块中按特定的顺序和比例混合、反应，在非热力学平衡状态下，进入流动检测池进行光度检测，利用待测组分（或待测项目对应组分）含量与测定信号值（峰面积）的关系，计算得到待测项目的结果。

2.5.4. 规定了干扰因素

当样品中含悬浮物、颗粒物时应经适当过滤、沉淀或离心处理。

试剂和环境温度影响分析结果，冰箱贮存的试剂应放置至室温（20±5°C)后再使用，分析过程中室温波动不能超过±2°C。

为减小基线噪音，试剂应保持澄清。封闭的化学反应系统若有气泡会干扰测定，可采用真空抽滤、负压超声或在线膜分离等方式除去溶液中的气泡。

2.5.5. 规定了所用的试剂或材料

除非另有规定，所用试剂的级别应在分析纯（含分析纯）以上，试验用水应符合GB/T 6682—2008中二级水的规格，所用标准溶液应按GB/T 602的规定制备。

除非仪器配备了在线脱气装置，否则所有试剂上机前均需通过负压抽滤、负压超声等方式进行脱气处理。规定的试剂体积可以按照需要或不同的仪器规格进行调整。

2.5.6. 规定了所用的仪器设备

(1) 流动注射分析仪：自动进样装置、化学反应模块（由蠕动泵、注入阀、反应管路、恒温装置等部件组成）、检测单元（流通池检测波长包括420 nm 、460 nm、660 nm、810 nm等，样品池可放入10 mm、20 mm或30 mm比色皿）、及数据处理单元。其中，预处理盒包括加热池和紫外消解装置。

(2) 天平：实际分度值 0.01 g。

(3) 超声波机：频率 40 KHz。

(4) 一般实验室常用仪器和设备。

2.5.7. 规定了样品处理

按照 GB/T 6907 或相关规定采集和保存样品。在采样前，用水冲洗所有接触样品的器皿，样品采集于清洗过的聚乙烯或玻璃瓶中。若水样浑浊应预先用0.45 μm 滤膜过滤，将最初的100 mL滤液弃去，然后取过滤后的水样进行测定。

注：含磷酸盐较少的样品（磷酸盐浓度≤0.1 mg/L），不宜用聚乙烯瓶贮存，因磷酸盐易吸附在瓶壁上；分析硅酸盐的样品，不宜用玻璃瓶贮存；分析联氨的样品，用于现场控制分析时，取样后立即测定，取样时也可不加酸。

2.5.8. 规定了分析步骤

(1) 仪器的安装调试和准备

按仪器说明书安装分析系统、调试仪器、设定工作参数。按仪器规定的顺序开机后，以超纯水代替所有试剂，检查整个分析流路的密闭性及液体流动的顺畅性。参照JJF 1568进行仪器的校准工作。

仪器校准后按照如下步骤进行准备工作：

a)用超纯水清洗所用到的试剂瓶（除试剂、载流外，稀释液、清洗液也需要单独试剂瓶）及进样器上的水槽。

b)试剂配制过程中需确保试剂完全溶解并充分混匀，同时将自动进样器样品槽及清洗瓶内加注超纯水至规定刻度。

c)准备样品。

d)确认废液收集桶预留充足的容积空间。

e)依次开启电脑、仪器主机及进样器电源，启动实验操作软件。

f)依据仪器标识规范安装蠕动泵泵管，在泵管接触部位滴加少量硅油以延长使用寿命，扣紧泵盖并确认安装到位。

待基线稳定后（约20 min），系统开始泵入试剂，待基线再次稳定后，放置样品进行测试。

(2) 校准曲线的绘制

按照第6条所述的相应测定指标准备适当的一系列校准溶液，包括标准空白溶液。向样品杯中加入适量标准系列溶液，由进样器按程序依次取样、测定。以测得的信号值为纵坐标，对应的所测物质的浓度为横坐标，绘制校准曲线。校准曲线的相关系数应不小于0.999。

注：测试时所需的试剂流量和流速、校准曲线范围会因仪器的型号不同而有差异，使用者根据仪器型号选择最佳测试条件。

(3) 试样测试

将待测样品摇匀，待气泡消失后，注入进样瓶中。按照与校准曲线相同的条件，对样品进行自动测定。超出校准曲线范围的高浓度样品应稀释后测定。

(4) 空白试验

用适量超纯水代替样品，按照与样品测试相同步骤进行空白试验，记录信号值（峰面积）。

2.5.9. 规定了结果计算与表示

样品中所测物质的浓度按照公式（1）进行计算。

$$\rho=(\rho_i-\rho_0)\times D \qquad (1)$$

式中：

ρ——样品中物质的质量浓度

ρ_i——从标准曲线中查得的试样中待测物质的浓度

ρ_0——从标准曲线中查得的空白试样中待测物质的浓度

D——样品的稀释倍数

磷酸盐的检测结果以 mg/L（毫克每升）表示；硅酸盐、联氨以 μg/L（微克每升）表示。

测定结果保留至小数点后一位，或以各实验单位质控大纲为准。。

2.5.10. 规定了精密度和准确度

(1) 精密度

磷酸盐：对磷酸盐质量浓度为52.0 mg/L、100.0 mg/L、250.0 mg/L的样品进行了测定，相对标准偏差为0.03%～2.42%。

硅酸盐：对硅酸盐质量浓度为10.0 μg/L、50.0 μg/L、100.0 μg/L的样品进行了测定，相对标准偏差为0.43%～8.97%。

联氨：对联氨质量浓度为10.0 μg/L、50.0 μg/L、90.0 μg/L的样品进行了测定，相对标准偏差为0.20%～2.85%。

(2) 准确度

磷酸盐：对100.0 mg/L、200.0 mg/L的模拟样品进行准确度分析测定，其相对误差为-0.71%～1.22%。

硅酸盐：对25.0 μg/L、100.0 μg/L的模拟样品进行准确度分析测定，其相对误差为-0.34%～2.82%。

联氨：对20.0 μg/L、50.0 μg/L的模拟样品进行准确度分析测定，其相对误差为-0.22%～5.27%。

2.5.11. 规定了质量保证与控制

(1) 每次分析样品均应绘制标准曲线，标准曲线的相关系数不小于0.999。

(2) 每批样品至少测定10%的平行双样，样品数量少于10个时，应至少测定一个平行双样，两次平行测定结果的相对偏差应不大于10%。

(3) 每分析20个样品应选用一个标准曲线中间浓度的标准溶液进行校准核查，其测定结果与实际浓度值相对偏差应不大于10%，否则应查找原因或重新绘制工作曲线。

2.5.12. 规定了注意事项

(1) 每次使用前，试剂需保证完全溶解并摇匀，不溶解的颗粒进入管路，容易造成堵塞，引发检测结果异常。

(2) 自动分析仪所用试剂配制方式，与常规人工操作的分光光度法略有差异，不能用手工法的试剂，需要根据本文件单独配制，否则会导致检测结果偏差。

(3) 仪器使用结束后，需用超纯水冲洗管路5 min；对于硅酸盐检测，需先用2 g/L氢氧化钠溶液冲洗管路5 min，再用超纯水冲洗，避免残留试剂结晶堵塞管路；冲洗完成后需排空管路内积水，避免液体渗漏或倒流损坏仪器电路。

(4) 仪器使用结束后要松开蠕动泵管。

(5) 试剂包须室温或冷藏避光保存，运输时避免挤压。

(6) 试剂含有毒有害物质（含放射性物质），使用时应注意防护，避免吸入或与皮肤接触。

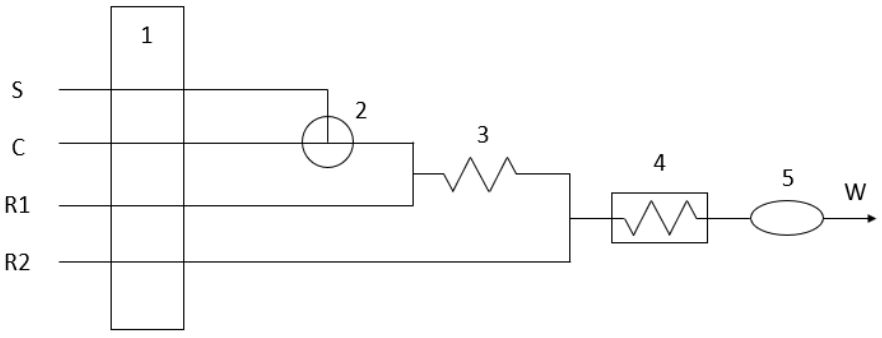
3. 方法研究

3.1. 方法原理

3.1.1. 流动注射分析仪检测磷酸盐的工作流程

在酸性介质中，磷酸盐与钼酸盐、偏钒酸盐发生显色反应，生成黄色磷钒钼酸络合物。该络合物的显色深度与磷酸盐浓度遵循朗伯-比尔定律，最大吸光度在420 nm处，该波长下吸光度与磷酸盐浓度成线性关系。总无机磷酸盐或总磷酸盐含量测定时，按照 GB/T 6913 的规定分别进行相应的预处理，将聚磷酸盐和有机磷酸盐转化成正磷酸盐再进行检测。

本方法测定范围5 mg/L -1000 mg/L，建议浓度范围10 mg/L -500 mg/L，高浓度样品建议在线稀释后测试。工作流程见图1。由蠕动泵（1）驱动载流液（C），经注入阀（2）将定量试样（S）注入载流，与硫酸溶液（R1）及显色剂（R2）依次汇合于混合管路（3）中，在酸性条件下正磷酸盐与钼酸铵反应生成磷钼杂多酸，经抗坏血酸还原为蓝色络合物，流经恒温装置（4）恒温显色后进入检测池（5），于特定波长处测定吸光度，废液由排废口（W）排出。吸光度与试样中磷酸盐浓度成正比。



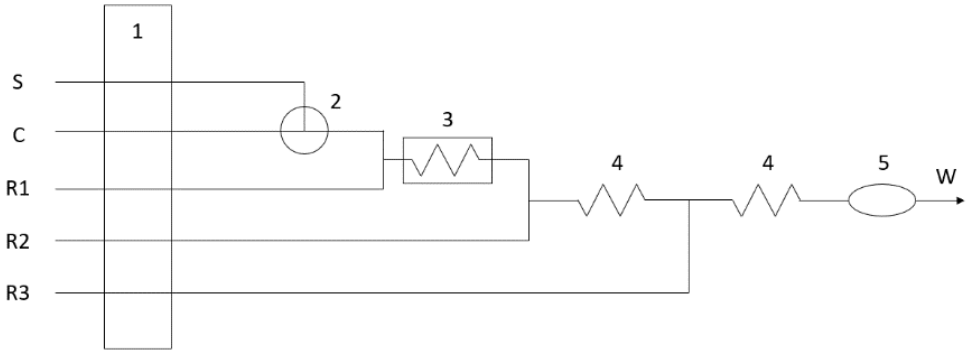
1-蠕动泵　2-注入阀　3-混合圈　4-恒温
5-检测池　W-排废
S-试样　C-载流液　R1-硫酸溶液　R2-显色剂

图 1 流动注射-钼酸铵分光光度法测定磷酸盐工作流程图

3.1.2. 流动注射分析仪检测硅酸盐的工作流程

在酸性条件下，硅酸盐与钼酸盐形成硅钼黄络合物，用抗坏血酸还原后，形成硅钼蓝络合物，在（660±10）nm处吸光度与硅酸盐浓度成线性关系。加入草酸可消除磷酸盐的干扰。针对微量硅，可测量其在（810±10）nm处吸光度分析。

本方法测定范围10 μg/L -500 μg/L，高浓度样品建议在线稀释后测试。工作流程见图2。由蠕动泵（1）驱动载流液（C），经注入阀（2）将定量试样（S）注入载流，与钼酸铵溶液（R1）汇合进入恒温装置（3），于50 °C下反应生成硅钼杂多酸，再依次与草酸溶液（R2）、抗坏血酸溶液（R3）于混合圈（4）中汇合，草酸消除磷酸盐干扰后，抗坏血酸将硅钼杂多酸还原为硅钼蓝络合物，进入检测池（5）于特定波长处测定吸光度，废液由排废口（W）排出。吸光度与试样中硅酸盐浓度成正比。



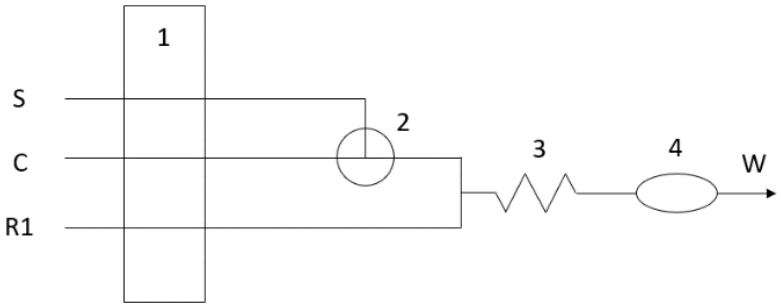
1-蠕动泵　2-注入阀　3-恒温 50°C　4-混合圈
5-检测池　W-排废
S-试样　C-载流液　R1-钼酸铵溶液　R2-草酸溶液
R3-抗坏血酸溶液

图 2 流动注射-钼酸铵分光光度法测定硅酸盐工作流程图

3.1.3. 流动注射分析仪检测联氨的工作流程

在酸性条件下，联氨与对二甲氨基苯甲醛发生偶合反应，生成稳定的黄色偶氮化合物，在测定范围内黄色的深度与联氨的含量成线性关系。此偶氮化合物的最大吸收波长为（460±10）nm。

本方法测定范围5 μg/L -100 μg/L，高浓度样品建议在线稀释后测试。工作流程见图3。由蠕动泵（1）驱动载流液（C），经注入阀（2）将定量试样（S）注入载流，与对二甲氨基苯甲醛-硫酸溶液（R1）于混合圈（3）中汇合，在酸性条件下联氨与对二甲氨基苯甲醛反应生成黄色化合物，进入检测池（4）于特定波长处测定吸光度，废液由排废口（W）排出。吸光度与试样中联氨浓度成正比。



1-蠕动泵　　2-注入阀　　3-混合圈　　4-检测池

W-排废

S-试样　　C-载流液　　R1-对二甲氨基苯甲醛-硫酸溶液

图 3 流动注射-分光光度法测定联氨工作流程图

3.2. 方法学研究

3.2.1. 校准曲线

按照标准方法附录中所述的相应测定指标准备适当的一系列校准溶液，包括零浓度溶液。向样品杯中加入适量（大于仪器吸液量）标准系列溶液，由进样器按程序依次取样、测定。以测得的信号值为纵坐标，对应的所测物质的浓度为横坐标，绘制校准曲线。校准曲线的相关系数应不小于0.999。

注：测试时所需的试剂流量和流速、校准曲线范围会因仪器的型号不同而有差异，使用者根据仪器型号选择最佳测试条件。

磷酸盐：

分别量取适量的磷酸盐储备液，用超纯水稀释定容至100 mL，制备6个浓度点的标准溶液系列。因各实验室样品浓度有差异，可根据实际情况设置标准溶液浓度，磷酸盐建议浓度分别为：0 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、300 mg/L、400 mg/L和500 mg/L。

取适量标准溶液，分别置于样品管中，置于进样器上，仪器自动完成后续分析。以测定信号值（峰面积）为纵坐标，对应的磷酸盐浓度（以PO_4^{3-}计，mg/L）为横坐标，绘制校准曲线。

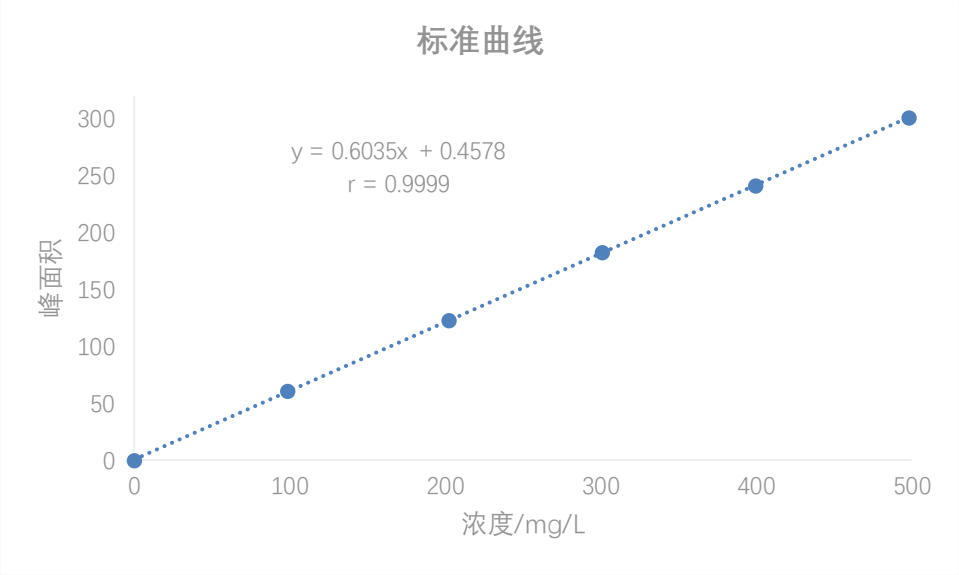


图 4 磷酸盐标准曲线

表 1 磷酸标准曲线测试数据表

已知浓度 mg/L	峰高	峰面积
0	0.0003	0.0683
100	0.2332	60.5195
200	0.4756	122.9177
300	0.7127	182.5894
400	0.9503	241.621
500	1.1935	301.092

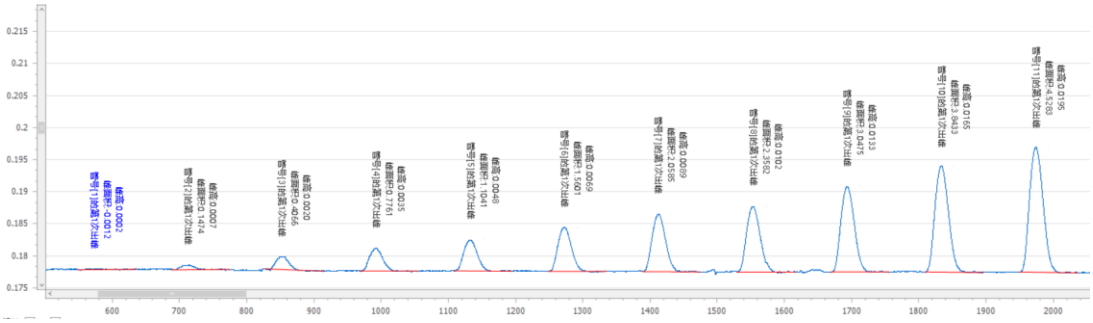


图 5 磷酸盐标准曲线测试结果峰形图

硅酸盐：

分别量取适量的硅酸盐储备液 II，用超纯水稀释定容至 100 mL，制备 6 个浓度点的标准溶液系列。因各实验室样品浓度有差异，可根据实际情况设置标准溶液浓度，硅酸盐建议浓度分别为：0 μg/L、20 μg/L、40 μg/L、60 μg/L、80 μg/L 和 100 μg/L。

取适量校准溶液，分别置于样品管中，置于进样器上，仪器自动完成后续分析。以测定信号值（峰面积）为纵坐标，对应的硅酸盐浓度（以 SiO_2 计，μg/L）为横坐标，绘制校准曲线。

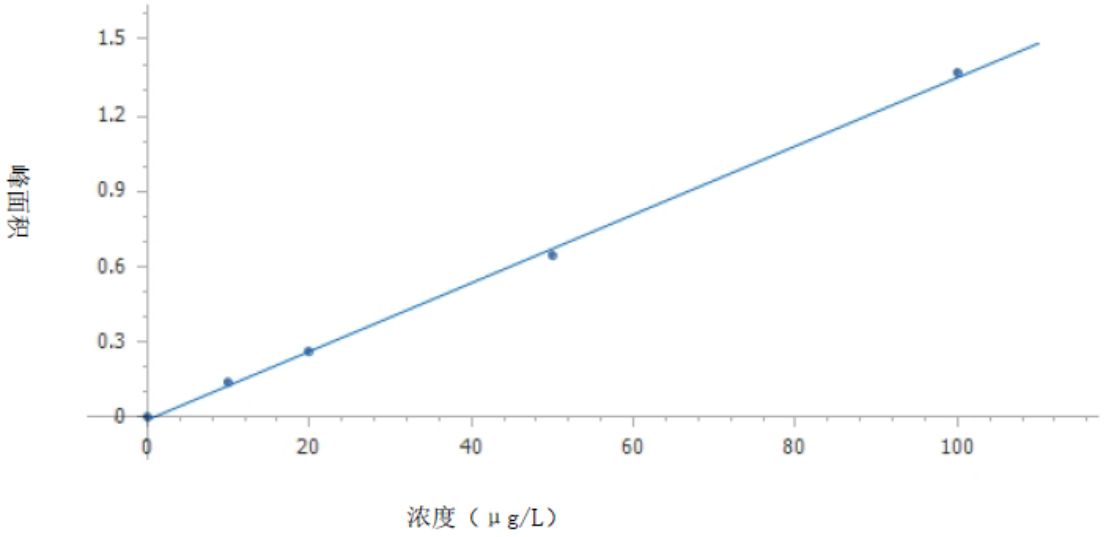


图 6 硅酸盐标准曲线

表 2 硅酸盐标准曲线测试数据表

标液浓度 μg/L	峰面积
0	-0.0056
20	0.1993
40	0.5065
60	0.7417
100	1.2054
200	2.4693
500	6.2137

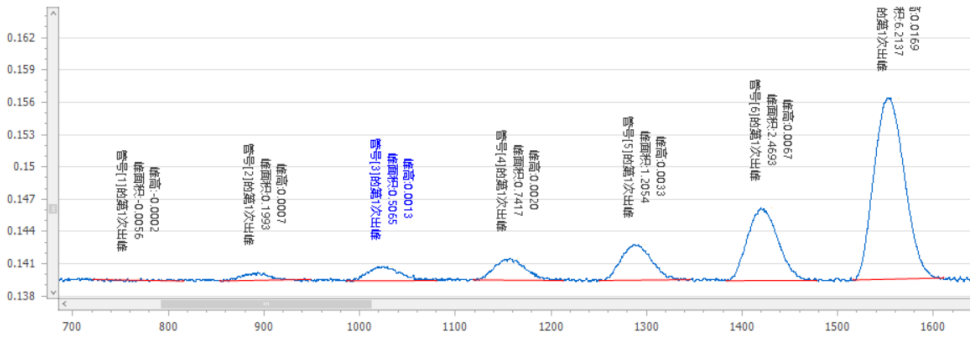


图 7 硅酸盐标准曲线测试结果峰形图

联氨：

分别量取适量的联氨储备液，用超纯水稀释定容至 100 mL，制备 6 个浓度点的标准溶液系列。因各实验室样品浓度有差异，可根据实际情况设置标准溶液浓度，联氨建议浓度分别为：0 μg/L、20 μg/L、40 μg/L、60 μg/L、80 μg/L 和 100 μg/L。

取适量标准溶液，分别置于样品管中，置于进样器上，仪器自动完成后续分析。以测定信号值（峰面积）为纵坐标，对应的联氨浓度（μg/L）为横坐标，绘制校准曲线。

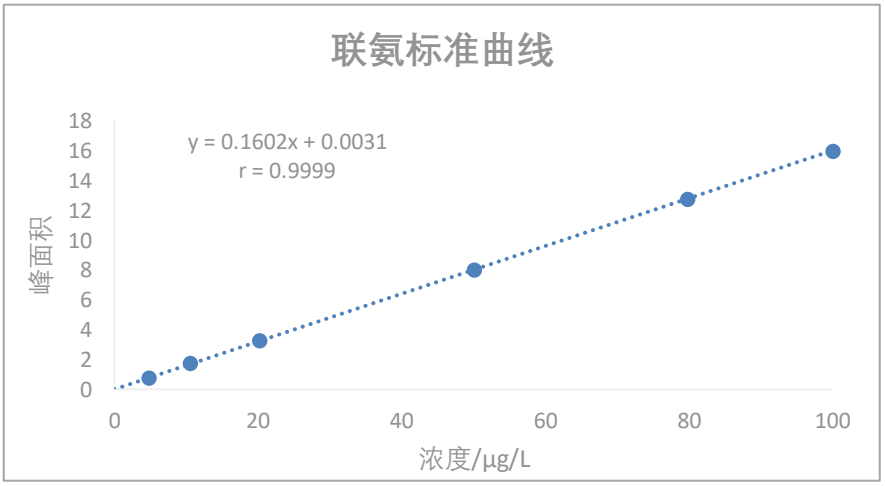


图 8 联氨标准曲线

表 3 联氨标准曲线测试数据表

标液浓度 μg/L	峰面积	测试结果 μg/L
0	-0.0501	0
5	0.7808	4.7243
10	1.7237	10.6218
20	3.2573	20.214
50	8.0283	50.055
80	12.797	79.8816
100	16.0097	99.976

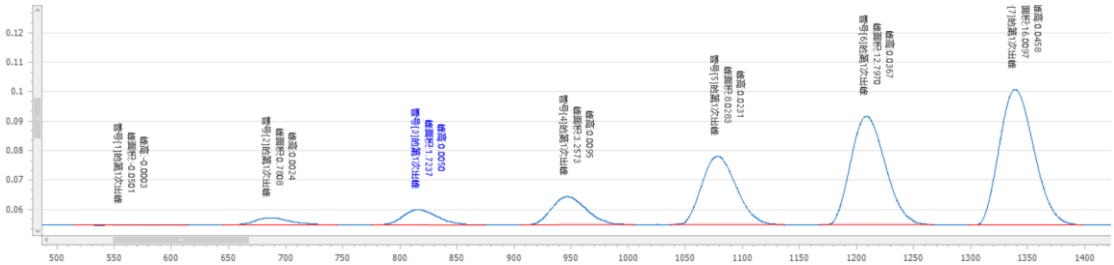


图 9 联氨标准曲线测试结果峰形图

3.2.2. 方法检出限及测定下限

方法检出限：按照样品分析的全部步骤，对空白水样进行 7 次平行测定。计算 7 次平行测定的标准偏差，按下列公式计算方法检出限。具体方法检出限数值见表 4~表 6。

$\overline{x_i}$ （2）

式中：MDL—方法检出限；

$\overline{x_i}$—样品的平行测定次数；

$\overline{y_i}$—自由度为$\overline{x_i}$-1，置信度为 99%时$\overline{x_i}$分布(单侧)；

$\overline{x_i}$—$\overline{x_i}$次平行测定的标准偏差。

其中，当自由度为$\overline{y_i}$-1，置信度为 99% 时的$\overline{x_i}$值可参考下表取值：

t值表

平行测定次数（$\overline{y_i}$）	自由度 (n -1)	$t_{(n-1,0.99)}$
7	6	3.143
8	7	2.998
9	8	2.896
10	9	2.821

测定下限：以4倍检出限为测定下限。

表 4 磷酸盐方法检出限、测定下限测试数据表

平行样品编号		空白水样测定值	备注
测定结果 (mg/L)	1	0.67	
	2	0.62	
	3	0.65	
	4	0.83	
	5	0.70	
	6	0.62	
	7	0.81	
平均值$\overline{x}$ (mg/L）		0.7	
标准偏差 Swb(mg/L）		0.0868	

平行样品编号	空白水样测定值	备注
t值	3.143	
检出限 MDL（mg/L）	0.27	
测定下限（mg/L）	1.08	

表 5 硅酸盐方法检出限、测定下限测试数据表

平行样品编号		空白水样测定值	备注
测定结果 (μg/L)	1	5.13	
	2	4.46	
	3	4.94	
	4	5.04	
	5	5.21	
	6	5.17	
	7	5.52	
平均值$\overline{x}$ (μg/L）		5.07	
标准偏差 Swb(μg/L）		1.01	
t值		3.143	
检出限 MDL（μg/L）		4.01	
测定下限（μg/L）		6.55	

表 6 联氨方法检出限、测定下限测试数据表

平行样品编号		空白水样测定值	备注
测定结果 (μg/L)	1	4.98	
	2	4.94	
	3	4.81	
	4	4.77	
	5	4.76	
	6	4.87	

平行样品编号		空白水样测定值	备注
	7	4.83	
平均值$\overline{x}$ (μg/L）		4.85	
标准偏差 Swb(μg/L）		0.0836	
t值		3.143	
检出限 MDL（μg/L）		0.26	
测定下限（μg/L）		1.04	

3.2.3. 测定上限

本标准的测定上限结合核电化学实验室实际检测工作以及验证实验测定的最大浓度值，磷酸盐定为 500mg/L，硅酸盐定为 100μg/L，联氨定为 100μg/L。

3.2.4. 精密度

对某一水平浓度的样品进行n次平行测定，相对标准偏差按如下公式进行计算：

$$\overline{x_i} = \frac{\sum_{k=1}^{n} x_k}{n} \quad (3)$$

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^{n}(x_k - \overline{x})^2}{n-1}} \quad (4)$$

$$RSD_i = \frac{S_i}{\overline{x_i}} \times 100\% \quad (5)$$

式中：

x_k—第i个实验室内对某一浓度水平样品进行的第k次测试结果；

$\bar{x}_i$—第i个实验室对某一浓度水平样品测试的平均值；

S_i—第i个实验室对某一浓度水平样品测试的标准偏差；

RSD_i—i个实验室对某一浓度水平样品测试的相对标准偏差。

（1）磷酸盐标准溶液的精密度

分别配置对浓度为 100.0 mg/L、220.0 mg/L、500.0 mg/L 的三种标准溶液进行 6 次平行测定，计算平均值、标准偏差和相对标准偏差。结果见表 7。

表 7 标准物质精密度测试数据

平行样品编号		精密度 1	精密度 2	精密度 3	备注
测定结果 (mg/L)	1	100.5	217.9	500.1	
	2	100.1	218.8	501	
	3	99.8	219.2	499.8	
	4	100.9	218.2	499.5	
	5	100.3	219.1	501.4	
	6	99.5	218	500.2	
平均值$\bar{x}$ (mg/L）		100.18	218.53	500.33	
标准偏差 S（mg/L）		0.50	0.57	0.73	
相对标准偏差 RSD（%）		0.50%	0.26%	0.15%	

由表可见，相对标准偏差为 0.15～0.50%。

（2）硅酸盐标准溶液的精密度

分别配置对浓度为 10.0 μg/L、32.0 μg/L、100.0 μg/L 的三种标准溶液进行 6 次平行测定，计算平均值、标准偏差和相对标准偏差。结果见表 8。

表 8 硅酸盐标准物质精密度测试数据

平行样品编号		精密度 1	精密度 2	精密度 3	备注
测定结果 (μg/L)	1	9.8	32.76	99.7	
	2	10.3	32.96	99.8	
	3	10.2	32.96	100.3	
	4	10.4	32.58	99.6	
	5	9.9	32.81	99.8	
	6	10.0	32.53	100.7	
平均值$\bar{x}$ (μg/L）		10.10	32.77	99.98	
标准偏差 S（μg/L）		0.24	0.18	0.43	
相对标准偏差 RSD（%）		2.38%	0.55%	0.43%	

由表可见，相对标准偏差为 0.43～2.38%。

（3）联氨标准溶液的精密度

分别配置对浓度为 20.0 μg/L、40.0 μg/L、100.0 μg/L 的三种标准溶液进行 6 次平

行测定，计算平均值、标准偏差和相对标准偏差。结果见表 9。

表 9 联氨标准物质精密度测试数据

平行样品编号		精密度 1	精密度 2	精密度 3	备注
测定结果 (μg/L)	1	10.8	41.41	99.4	
	2	10.5	41.36	99.1	
	3	10.4	41.29	100.3	
	4	10.0	41.3	99.9	
	5	10.8	41.36	99.8	
	6	10.6	41.52	100.2	
平均值$\overline{x}$ (μg/L）		10.52	41.37	99.78	
标准偏差 S（μg/L）		0.30	0.08	0.46	
相对标准偏差 RSD（%）		2.85%	0.19%	0.46%	

由表可见，相对标准偏差为 0.19～2.85%。

3.2.5. 方法准确度

方法准确度，即相对误差按如下公式进行计算：

$$RE_i\% = \frac{\overline{x}_i - \mu}{\mu} \times 100\% \quad (6)$$

式中：$\bar{x}_i$—第i个实验室对某一浓度（含量）水平有证标准物质标样测试的平均值；

μ—有证标准物质的浓度（含量）；

（1）磷酸盐标准溶液的准确度

分别对浓度为 100.0 mg/L、220.0 mg/L、500.0 mg/L 的三种实验室配置磷酸盐标准溶液进行 6 次平行测定，计算平均值和相对误差。结果见表 10。

表 10 磷酸盐标准溶液准确度测试数据

平行号		试样		
		准确度 1	准确度 2	准确度 3
测定结果（mg/L）	1	100.5	217.9	500.1
	2	100.1	218.8	501
	3	99.8	219.2	499.8
	4	100.9	218.2	499.5

	5	100.3	219.1	501.4
	6	99.5	218	500.2
平均值$\bar{x}$（mg/L）		100.18	218.53	500.33
标准物质浓度 μ（mg/L）		100.0	220.0	500.0
相对误差 RE%		0.18	-0.67	0.07

由表可见，磷酸盐相对误差为在-0.67～0.18%。

（2）硅酸盐标准溶液的准确度

分别对浓度为 10.0 μg/L、32.0 μg/L、100.0 μg/L 的三种实验室配置硅酸盐标准溶液进行 6 次平行测定，计算平均值和相对误差。结果见表 11。

表 11 硅酸盐标准溶液准确度测试数据

平行号		试样		
		准确度 1	准确度 2	准确度 3
测定结果（mg/L）	1	10.8	33.6	99.4
	2	10.5	32.8	99.1
	3	10.4	31.8	100.3
	4	10.0	33.8	99.9
	5	10.8	32.8	99.8
	6	10.6	31.8	100.2
平均值$\bar{x}$（μg/L）		10.10	32.77	99.98
标准物质浓度 μ（μg/L）		10.0	32.0	100.0
相对误差 RE%		1.00	2.40	-0.02

由表可见，硅酸盐相对误差为在-0.02～2.4%。

（3）联氨标准溶液的准确度

分别对浓度为 10.0 μg/L、40.0 μg/L、100.0 μg/L 的三种实验室配置联氨标准溶液进行 6 次平行测定，计算平均值和相对误差。结果见表 12。

表 12 联氨标准溶液准确度测试数据

平行号	试样

		准确度 1	准确度 2	准确度 3
测定结果（mg/L）	1	10.8	41.41	99.4
	2	10.5	41.36	99.1
	3	10.4	41.29	100.3
	4	10.0	41.3	99.9
	5	10.8	41.36	99.8
	6	10.6	41.52	100.2
平均值$\bar{x}$（μg/L）		10.52	41.37	99.78
标准物质浓度 μ（μg/L）		10.0	40.0	100.0
相对误差 RE%		5.17	3.43	-0.22

由表可见，联氨相对误差为在-0.22～5.17%。

4. 方法验证

4.1. 方法验证方案

4.1.1. 验证实验室和验证人员

2025年10月，标准制定工作组组织多家单位实验室开展了实验室验证。

参与验证的9家单位实验室和人员具体信息如表13所示。

表 13 参加方法验证的人员信息

实验室编号	实验室所属单位名称	姓名	性别	职务或职称	专业学科	从事相关工作年限
实验室 1	福清核电有限公司	张进超	男			
		姜锋	男			
		蔡金平	男			
实验室 2	中广核惠州核电有限公司	冉微微	男			

实验室 3	海南核电有限公司	孙雪平	男			
		李虹秀	女			
实验室 4	华能海南昌江核电有限公司	史慧梅	女			
		张丰源	男			
实验室 5	中核国电漳州能源有限公司	聂伟元	男			
实验室 6	大亚湾核电运营管理有限责任公司	颜丹辉	男			
实验室 7	中核辽宁核电有限公司	黄金龙	男			
		王凯峰	男			
实验室 8	核工业北京化工冶金研究院	陈士恒	男			
		丁海云	女			
		孙克寒	女			

4.1.2. 验证方案

按照 RB/T 208《化学实验室内部质量控制 比对试验》中规定，组织六家有资质的实验室进行验证。

根据影响方法的精密度、准确度的主要因素和数理统计学的要求，编制方法验证报告。

验证数据主要包括检出限、精密度、准确度以及加标回收率等。验证单位按要求完成了方法验证报告。主编单位根据验证单位提交的方法验证报告，编制了方法验证汇总报告。

4.1.2.1. 方法检出限、测定下限测定

方法检出限：六家验证单位按照样品分析的全部步骤，对空白水样进行 7 次平行测定，并计算标准偏差，按（12）计算得出各自的检出限和测定下限，最终方法的检出限为各实验室所得检出限的最高值。

$$\overline{x_i} \qquad (12)$$

式中：$\overline{y_i}$—方法检出限；

$\overline{x_i}$—样品的平行测定次数；

$\overline{y_i}$—自由度为$\overline{x_i}$-1，置信度为 99%时$\overline{x_i}$分布(单侧)；

$\overline{x_i}$—$\overline{x_i}$次平行测定的标准偏差。

其中，当自由度为$\overline{y_i}$-1，置信度为 99% 时的$\overline{x_i}$值可参考下表取值：

t值表

平行测定次数（$\overline{y_i}$）	自由度 (n -1)	$t_{(n-1,0.99)}$
7	6	3.143
8	7	2.998
9	8	2.896
10	9	2.821
11	10	2.764
16	15	2.602
21	20	2.528

测定下限：以 4 倍检出限为测定下限。最终方法的测定下限为各实验室所得测定下限数据的最高值。

4.1.2.2. 方法精密度的测定

分别对磷酸盐、硅酸盐和联氨配置后的标准溶液进行 6 次平行测定；分别采集不同浓度区间、有代表性的实际或模拟样品进行 6 次平行测定，计算平均值、实验相对标准偏差。

对高、中、低三种浓度的样品在第i个实验室内进行n次平行测定，相对标准偏差按如下公式进行计算：

$$\overline{x_i} = \frac{\sum_{k=1}^{n} x_k}{n} \tag{13}$$

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^{n}(x_k - \overline{x})^2}{n-1}} \tag{14}$$

$$RSD_i = \frac{S_i}{\overline{x_i}} \times 100\% \tag{15}$$

式中：

x_k—第i个实验室内对某一浓度水平样品进行的第k次测试结果；

$\bar{x}_i$—第i个实验室对某一浓度水平样品测试的平均值；

S_i—第i个实验室对某一浓度水平样品测试的标准偏差；
RSD_i—i个实验室对某一浓度水平样品测试的相对标准偏差。

(19)

$$r = 2.8\sqrt{S_r{}^2} \quad (22)$$

4.1.2.3. 方法准确度的测定

验证单位分别对磷酸盐、硅酸盐和联氨配置后的标准溶液进行 6 次平行测定，计算平均值和相对误差；对实际样品进行 6 次平行与加标回收测定，计算加标回收率。

（1）相对误差

计算公式如下：

$$RE_i\% = \frac{\overline{x}_i - \mu}{\mu} \times 100\% \quad (24)$$

（3）加标回收

计算公式如下：

$$P_i\% = \frac{\overline{y}_i - \overline{x}_i}{\mu} \times 100\% \quad (27)$$

式中：

$\bar{x}_i$—第i个实验室对某一浓度（含量）水平样品测试的平均值；

$\overline{y}_i$—第i个实验室对加标样品测试的平均值；

μ —加标量；
$P_i\%$—第i个实验室的加标回收率；

4.2. 方法验证过程

4.2.1. 筛选方法验证单位

为使本标准的方法验证工作具有代表性，编制单位综合考虑不同堆型、不同地域的核电化学实验，筛选了六家方法验证单位。

4.2.2. 方法验证前期工作

培训参加验证的人员，使其能够熟悉和掌握方法原理、仪器操作步骤及流程。方法验证过程所使用的试剂、仪器和设备符合方法的相关要求。编制单位制定了方法验证的具体实施方案，并统一规定测试精密度、准确度等所需的标准物质。验证单位负责配置使用的标准溶液，并在各自实验室完成仪器操作和方法建立，配置模拟样品，

按实施方案测定。

4.2.3. 方法验证

方法验证单位按方法验证实施方案，完成方法验证报告，提交编制单位汇总。

4.3. 验证测试结果

4.3.1. 方法检出限与测定下限

6 家实验室测得检出限与测定下限如表 14~表 16 所示。最终方法检出限为0.52mg/L，方法测定下限为 2.08mg/L。

表 14 磷酸盐检出限与测定下限

实验室编号	实验室所属单位名称	检出限（mg/L）	测定下限（mg/L）	方法检出限（mg/L）	方法测定下限（mg/L）	备注
实验室 1	福清核电有限公司	0.15	0.60	0.52	2.08	
实验室 2	中广核惠州核电有限公司	0.14	0.56			
实验室 3	海南核电有限公司	0.49	1.96			
实验室 4	中核国电漳州能源有限公司	0.52	2.08			
实验室 5	核工业北京化工冶金研究院	0.27	0.81			
实验室 6	中核辽宁核电有限公司	0.37	1.48			

表 15 硅酸盐检出限与测定下限

实验室编号	实验室所属单位名称	检出限（μg/L）	测定下限（μg/L）	方法检出限（μg/L）	方法测定下限（μg/L）	备注

实验室 1	中广核惠州核电有限公司	1.72	6.88	4.06	16.24	
实验室 2	海南核电有限公司	2.24	8.96			
实验室 3	华能海南昌江核电有限公司	2.55	10.20			
实验室 4	中核国电漳州能源有限公司	1.27	5.08			
实验室 5	核工业北京化工冶金研究院	4.06	16.24			
实验室 6	中核辽宁核电有限公司	3.99	15.96			

表 16 联氨检出限与测定下限

实验室编号	**实验室所属单位名称**	**检出限（μg/L）**	**测定下限（μg/L）**	**方法检出限（μg/L）**	**方法测定下限（μg/L）**	**备注**
实验室 1	福清核电有限公司	0.21	0.84	0.42	1.68	
实验室 2	中广核惠州核电有限公司	0.25	1.00			
实验室 4	华能海南昌江核电有限公司	0.41	1.64			
实验室 5	中核国电漳州能源有限	0.26	1.04			

	公司					
实验室 7	核工业北京化工冶金研究院	0.27	1.08			
实验室 9	中核辽宁核电有限公司	0.42	1.68			

4.3.2. 精密度验证

方法精密度列于表 17~表 19，磷酸盐的精密度 RSD 为 0.03%~2.42%，硅酸盐的精密度 RSD 为 0.43%~8.97%，联氨的精密度 RSD 为 0.20%~2.85%。

表 17 磷酸盐精密度

序号		试样（mg/L）		
		浓度 1	浓度 2	浓度 3
测定结果 mg/L	1	53.432	99.619	250.339
	2	51.066	99.965	250.447
	3	52.651	99.793	250.381
	4	54.033	99.746	250.407
	5	51.685	99.820	250.282
	6	54.218	99.643	250.227
平均值 x-bar，mg/L		52.848	99.764	250.347
标准偏差 S ，mg/L		1.280	0.127	0.082
相对标准偏差 RSD %		2.42	0.13	0.03

表 18 硅酸盐精密度

序号		试样（μg/L）		
		浓度 1	浓度 2	浓度 3
测定结果 μg/L	1	10.922	49.266	99.938
	2	9.118	50.004	100.024
	3	11.906	49.352	100.008
	4	10.013	49.216	99.690
	5	10.271	49.813	99.835
	6	10.793	49.623	98.900
平均值 x-bar，μg/L		10.504	49.546	99.733
标准偏差 S ，μg/L		0.942	0.320	0.426

相对标准偏差 RSD %	8.97	0.65	0.43

表 19 联氨精密度

序号		试样(μg/L)		
		浓度 1	浓度 2	浓度 3
测定结果 ug/L	1	9.945	50.082	91.127
	2	10.106	50.096	90.097
	3	10.142	49.793	90.095
	4	9.943	49.878	90.511
	5	9.971	48.582	88.672
	6	9.954	51.953	88.699
平均值x ，ug/L		10.070	50.064	90.124
标准偏差 S ，ug/L		0.287	1.084	0.176
相对标准偏差 RSD (%)		2.85	2.16	0.20

4.3.3. 准确度验证

4.3.3.1 相对误差

分别对两种浓度标准溶液进行平行实验，结果相对误差如表 20~表 22 所示，磷酸盐的相对误差 RE 为-0.71%~1.22%，硅酸盐的相对误差 RE 为-0.34%~2.82%，联氨的相对误差 RE 为-0.22%~5.27%。

表 20 磷酸盐测定相对误差

平行号		有证标准物质/标准样品	
		浓度 1	浓度2
测定结果 (mg/L）	1	95.593	199.077
	2	101.271	198.098
	3	101.476	197.807
	4	103.653	199.753
	5	102.167	197.633
	6	103.149	199.074
平均值x ，mg/L		101.22	198.57
标准物质浓度μ，mg/L		100	200

相对误差RE	1.22%	-0.71%

表 21 硅酸盐测定相对误差

平行号		有证标准物质/标准样品	
		浓度 1	浓度2
测定结果（μg/L）	1	25.709	99.338
	2	25.743	100.254
	3	25.902	100.308
	4	25.165	99.650
	5	25.902	99.535
	6	25.812	98.850
平均值x ，μg/L		25.71	99.66
标准物质浓度μ，μg/L		25	100
相对误差RE		2.82%	-0.34%

表 22 联氨测定相对误差

平行号		有证标准物质/标准样品	
		浓度 1	浓度 2
测定结果（μg/L）	1	10.801	99.238
	2	10.513	99.125
	3	10.405	100.376
	4	10.021	99.912
	5	10.787	99.837
	6	10.635	100.206
平均值x ，μg/L		10.53	99.78
标准物质浓度μ，μg/L		10	100
相对误差RE		5.27%	-0.22%

4.3.3.1 加标回收

加标回收结果如表 23~表 25 所示，磷酸盐的加标回收率在 99.3%~105%之间，硅酸盐的加标回收率在 95.8%~101%之间，联氨的加标回收率在 98.1%~102.9%之间。

表 23 磷酸盐加标回收

	实际样品

平行号		样品1		样品2		样品3	
		样品	加标样品	样品	加标样品	样品	加标样品
测定结果（mg/L）	1	0.104	0.206	0.365	0.673	0.514	0.927
	2	0.106	0.203	0.398	0.664	0.516	0.936
	3	0.104	0.207	0.368	0.674	0.527	0.919
	4	0.103	0.207	0.377	0.664	0.526	0.932
	5	0.096	0.210	0.370	0.684	0.528	0.928
	6	0.097	0.211	0.390	0.694	0.521	0.936
平均值$\bar{x}$ 、$\bar{y}$，mg/L		0.102	0.207	0.378	0.676	0.522	0.930
加标量μ，mg/L		0.100		0.300		0.400	
加标回收率P，%		105		99.3		102	

注：表23 中$\bar{x}$ 为实际样品测试均值，$\bar{y}$ 为加标样品测试均值。

表 24 硅酸盐加标回收

平行号		实际样品					
		样品1		样品2		样品3	
		样品	加标样品	样品	加标样品	样品	加标样品
测定结果（ug/L）	1	25.709	50.234	40.320	80.125	50.002	90.000
	2	25.743	49.266	40.327	79.473	49.266	90.342
	3	25.902	50.004	40.219	80.491	50.004	89.362
	4	25.165	49.352	40.307	80.213	49.352	90.816
	5	25.902	49.216	40.218	80.290	49.216	90.327
	6	25.812	49.813	39.653	79.900	49.813	90.281
平均值 $\bar{x}$ 、$\bar{y}$，ug/L		25.705	49.648	40.174	80.082	49.609	90.188
加标量μ，ug/L		25		40		40	
加标回收率P，%		95.8		99.8		101	

注：表24 中$\bar{x}$ 为实际样品测试均值，$\bar{y}$ 为加标样品测试均值。

表 25 联氨加标回收

平行号	实际样品					
	样品1		样品2		样品3	
	样品	加标样品	样品	加标样品	样品	加标样品

测定结果（ug/L）	1	25.029	50.121	40.537	80.387	50.421	90.412
	2	24.958	50.184	40.197	78.567	50.992	90.641
	3	25.139	51.614	40.250	79.553	50.232	90.424
	4	25.109	50.222	40.448	78.717	50.392	89.327
	5	25.306	51.001	38.573	78.636	50.213	89.526
	6	25.019	51.801	39.427	79.050	50.038	89.085
平均值$\bar{x}$、$\bar{y}$，ug/L		25.093	50.824	39.905	79.152	50.548	89.903
加标量μ，ug/L		25		40		40	
加标回收率P，%		102.9		98.1		98.4	

注：表25 中$\bar{x}$ 为实际样品测试均值，$\bar{y}$ 为加标样品测试均值。

5. 标准中涉及到的专利和知识产权的说明

本文件不涉及专利和知识产权。

6. 与国际、国外对比情况

本文件未采用国际或国外的同类标准。

与本文件相关的国际标准有《ISO 15681-1:2004 Water quality - Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) - Part 1: Method by flow injection analysis (FIA)》、《ISO 16264-2004 Water quality - Determination of soluble silicates by flow analysis (FIA and CFA) and photometric detection》。流动注射分析相关国际标准方法中并未涉及联氨。

由于核电化学的特殊性，磷酸盐、硅酸盐和联氨的检测范围与水质检测方法并不相同，因此采用的试剂也存在差异。核电化学样品具有放射性，需要特殊规定。因此本文件能够对标准方法应用和行业发展提供更加完善的标准支撑，能够对市面上大部分的基于流动注射分析法检测一回路冷却剂中中磷酸盐、硅酸盐和联氨提供统一的规范依据。

本文件水平为国内领先水平。

7. 以国际标准为基础的起草情况

本标准没有采用国际标准。

8. 与现行相关法律、法规、规章及相关标准的协调性

本文件与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准完全保持一致。

9. 重大意见分歧的处理经过和依据

本文件编制过程中未出现重大意见分歧。

10. 标准中涉及到的专利和知识产权的说明

本标准不涉及专利和知识产权。

11. 贯彻标准的要求和措施建议

建议本文件颁布后立即实施，同时将实施过程中的问题和改进建议及时进行收集和记录，后续可根据实际应用情况对标准进行修订。

12. 其他应予说明的事项

无

《核电厂工艺系统用水中磷酸盐、硅酸盐和联氨的测定 流动注射-分光光度法》

标准编制工作组

2026 年 10 月 10 日