



中华人民共和国国家生态环境标准

HJ □□□—202□

代替 HJ/T 199—2005

水质 总氮的测定 气相分子吸收光谱法

**Water quality—Determination of total-nitrogen—Gas-phase molecular
absorption spectrometry**

(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.....	3
8 样品.....	3
9 分析步骤.....	4
10 结果计算与表示.....	6
11 准确度.....	7
12 质量保证和质量控制.....	9
13 废物处置.....	9
14 注意事项.....	9
附录 A（资料性附录） 过硫酸钾的提纯.....	11

前 言

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》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范水中总氮的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中总氮的气相分子吸收光谱法。

本标准是对《水质 总氮的测定 气相分子吸收光谱法》（HJ/T 199-2005）的修订。

《水质 总氮的测定 气相分子吸收光谱法》（HJ/T 199-2005）首次发布于2005年，起草单位为上海宝钢工业检测公司宝钢环境监测站。本次为第一次修订。主要修订内容如下：

- 增加了总氮的定义、试样的制备、质量保证和质量控制、废物处置以及注意事项等条款；
- 删除了气相分子吸收光谱法的术语和定义、无氨水的制备；
- 修改了方法适用范围、规范性引用文件、方法原理、试剂和材料、样品的采集与保存；
- 完善了干扰和消除、光源类型、载气类型、前处理方式、校准曲线类型、结果计算与表示；
- 细化了仪器参考条件。

自本标准实施之日起，原国家环境保护总局2005年11月9日批准并发布的《水质 总氮的测定 气相分子吸收光谱法》（HJ/T 199-2005）废止。

本标准的附录A为资料性附录。

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：江西省生态环境监测中心、重庆市生态环境监测中心、辽宁省大连生态环境监测中心。

本标准验证单位：湖南省生态环境监测中心、江西省宜春生态环境监测中心、湖北省生态环境监测中心站、四川省生态环境监测总站、广东省汕头生态环境监测中心站、甘肃省酒泉生态环境监测中心。

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。

水质 总氮的测定 气相分子吸收光谱法

警告：实验中使用的部分试剂为有毒有害物质，试剂配制应在通风橱内进行；操作时应按要求佩戴防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1 适用范围

本标准规定了测定水中总氮的气相分子吸收光谱法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水、工业废水和海水中总氮的测定。

采用高温高压消解方式，取样量为 20.00 ml 时，方法的检出限为 0.05 mg/L，测定下限为 0.20 mg/L；采用在线紫外消解方式，方法的检出限为 0.05 mg/L，测定下限为 0.20 mg/L。

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文件，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB 17378.3 海洋监测规范 第3部分：样品采集、贮存与运输

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范

HJ 164 地下水环境监测技术规范

HJ 442.3 近岸海域环境监测技术规范 第三部分 近岸海域水质监测

HJ 636 水质 总氮的测定 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法

HJ 828 水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

总氮 total nitrogen (TN)

在本标准规定的条件下，测定的样品中溶解态氮及悬浮物中氮的总和，包括亚硝酸盐氮、硝酸盐氮、无机铵盐、溶解态氨及大部分有机含氮化合物中的氮。

4 方法原理

向样品中加入碱性过硫酸钾，通过高温高压消解或在线紫外消解，将样品中亚硝酸盐氮、硝酸盐氮、无机铵盐、溶解态氨及大部分有机含氮化合物氧化成硝酸盐后，再经三氯化钛还原为一氧化氮，用载气将该气体（一氧化碳）载入气相分子吸收光谱仪的吸光管中，在波长 214.4 nm 处测得的吸光度与总氮的浓度之间的关系符合朗伯-比耳定律。

5 干扰和消除

当总氮浓度为 1.00 mg/L，样品中 Cr(VI)浓度大于 20 mg/L，Fe³⁺浓度大于 200 mg/L，Cu²⁺浓度大于 1000 mg/L，Cl⁻浓度大于 30000 mg/L，Br⁻浓度大于 1000 mg/L，I⁻浓度大于 50 mg/L 时，对总氮的测定有干扰。若有机物浓度（以 COD 计）大于 100 mg/L，但不大于 1000 mg/L 时，建议采用高温高压消解前处理。上述干扰可通过稀释样品来消除，但需通过多个稀释比测定结果的一致性 or 加标回收率来确认。

注 1：COD 浓度采用 HJ 828 测定。

注 2：若稀释后样品的总氮测定值低于检出限，应采用其它方法测定总氮。

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。实验用水为无氨水，可由纯水器制备或购买市售纯水，应满足实验室空白要求。

6.1 盐酸（HCl）： $\rho=1.18$ g/ml， $w=36\%\sim 38\%$ ，优级纯。

6.2 硫酸（H₂SO₄）： $\rho=1.84$ g/ml， $w=95\%\sim 98\%$ 。

6.3 三氯化钛（TiCl₃）： $w=15\%\sim 20\%$ 。

6.4 无水乙醇（CH₃CH₂OH）： $\rho=0.789$ g/ml ~ 0.791 g/ml。

6.5 氢氧化钠（NaOH）。

含氮量应小于 0.0005%。

注：氢氧化钠中含氮量的测定参考 HJ 636。

6.6 过硫酸钾（K₂S₂O₈）。

含氮量应小于 0.0005%。

注：过硫酸钾中含氮量的测定参考 HJ 636。

6.7 四硼酸钠（Na₂B₄O₇·10H₂O）。

6.8 硝酸钾（KNO₃）：基准试剂或优级纯。

在 105 °C ~ 110 °C 下烘干 2 h，在硅胶干燥器中冷却至室温。

6.9 盐酸溶液 1。

用盐酸（6.1）和水按 1:3 的体积比混合。

6.10 盐酸溶液 2。

用盐酸（6.1）和水按 1:9 的体积比混合。

6.11 硫酸溶液： $c(\text{H}_2\text{SO}_4)\approx 0.5$ mol/L。

量取 2.8 ml 的硫酸（6.2）缓慢加入到 100 ml 蒸馏水中，冷却。

6.12 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH})=20$ g/L。

称取 2.0 g 氢氧化钠（6.5）溶于少量水中，定容至 100 ml。

6.13 碱性过硫酸钾溶液。

称取 40.0 g 过硫酸钾（6.6）溶于 600 ml 水中（可置于 50 °C 水浴中加热至全部溶解）；另称取 15.0 g 氢氧化钠（6.5）溶于 300 ml 水中，待氢氧化钠溶液温度冷却至室温后，混合两种溶液定容至 1000 ml，存放于聚乙烯瓶中，可保存 7 d。

注：温度过高会导致过硫酸钾分解，故水浴温度应 $\leq 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，且应待氢氧化钠溶液冷却至室温后，再与过硫酸钾溶液混合、定容。

6.14 消解液。

称取2.5 g氢氧化钠（6.5）、15 g过硫酸钾（6.6）、5 g四硼酸钠（6.7），分别用水溶解后冷却，混匀，再用水稀释定容至500 ml。4 $^{\circ}\text{C}$ 下冷藏，避光可保存7 d。

注：也可按仪器说明书要求配制。消解液保存条件参考仪器说明书。

6.15 还原液。

取225 ml盐酸溶液1（6.9）与225 ml三氯化钛（6.3）混合，再加入50 ml无水乙醇（6.4），混匀。4 $^{\circ}\text{C}$ 下冷藏，避光可保存15 d。

注：也可按仪器说明书要求配制。还原液保存条件参考仪器说明书。

6.16 硝酸盐氮标准贮备液： $\rho(\text{N})=1000\text{ mg/L}$ 。

称取硝酸钾（6.8）7.2165 g（精确至0.1 mg），溶于适量水，移入1000 ml容量瓶中，加水定容至标线，混匀，在0 $^{\circ}\text{C}$ ~10 $^{\circ}\text{C}$ 暗处保存，可保存6个月。也可购买市售有证标准溶液。

6.17 硝酸盐氮标准中间液： $\rho(\text{N})=100\text{ mg/L}$ 。

吸取硝酸盐氮标准贮备液（6.16）25.00 ml于250 ml容量瓶中，用水定容至标线，混匀，在0 $^{\circ}\text{C}$ ~10 $^{\circ}\text{C}$ 暗处保存，可保存6个月。

6.18 硝酸盐氮标准使用液1： $\rho(\text{N})=10.0\text{ mg/L}$ 。

吸取硝酸盐氮标准中间液（6.17）10.00 ml于100 ml容量瓶中，用水定容至标线，混匀，临用现配。

6.19 硝酸盐氮标准使用液2： $\rho(\text{N})=4.00\text{ mg/L}$ 。

吸取硝酸盐氮标准中间液（6.17）10.00 ml于250 ml容量瓶中，用水定容至标线，混匀，临用现配。

6.20 载气：氮气（纯度 $\geq 99.9\%$ ）或空气（由空气发生器制备时，出口连接空气净化器，避免环境空气中挥发性有机物和水的干扰；使用空气泵作为空气载气来源，应选用无油空气泵）。

7 仪器和设备

7.1 气相分子吸收光谱仪：配备镉（Cd）空心阴极灯或氘灯、自动进样器和内置气-液分离装置等。

7.2 高压蒸汽灭菌器：最高工作压力不低于0.11 MPa~0.14 MPa，最高工作温度不低于120 $^{\circ}\text{C}$ ~124 $^{\circ}\text{C}$ 。

7.3 在线紫外消解器。

7.4 玻璃比色管：50 ml，具塞。

7.5 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 样品的采集与保存

按照 HJ 91.1、HJ 91.2、HJ 164、GB 17378.3 和 HJ 442.3 的相关规定采集样品。

将采集好的样品贮存在硬质玻璃瓶或聚乙烯瓶中，用硫酸（6.2）调节 pH 值至 1~2，常温下可保存 7 d。若-20 °C 冷冻，可保存 30 d。

8.2 试样的制备

将采集好的样品摇匀，取适量样品用氢氧化钠溶液（6.12）或硫酸溶液（6.11）调节 pH 值至 5~9，待测。

8.3 实验室空白试样的制备

用实验用水代替样品，按照与试样的制备（8.2）相同的步骤进行实验室空白试样的制备。

9 分析步骤

9.1 高温高压消解

9.1.1 试样的前处理

量取 20.00 ml 试样于玻璃比色管（7.4）中，加入 10.00 ml 碱性过硫酸钾溶液（6.13），塞紧管塞，摇匀。用纱布及纱绳裹紧塞子（或采用其它密封方式），以防溅漏。将比色管放入高压蒸汽灭菌器（7.2）中，加热至 122 °C ± 2 °C，保持 30 min 后停止加热，待压力指针回零，取出比色管，冷却至 50 °C ~ 60 °C，按住管塞将比色管中的液体轻轻颠倒摇动（使顶上空可能存在的氨气氧化为硝酸盐氮），静置，待比色管冷却至室温，用水定容至 50 ml，待测。

注1：若试样含氮量高于 200 µg，可减少取样量，并用水定容至 20.00 ml。

注2：若试样消解后有大颗粒的悬浮物，可待比色管冷却至室温后，加入 1 ml ~ 2 ml 盐酸溶液（6.10）摇匀，待悬浮物溶解后，再用水定容至 50 ml。

9.1.2 仪器参考条件

按照仪器说明书连接气相分子吸收光谱仪（7.1）的管路和线路，开启仪器预热，按表 1（或根据仪器运行状况，参考仪器说明书优化）设置仪器参考条件。将还原液（6.15）接入系统，清洗管路 2~3 次，待吸光度基线稳定（1 min 内基线漂移不超过 ± 0.0005）后开始测定。

表 1 仪器参考条件

前处理方式	高温高压消解	在线紫外消解
光源	氘灯/空心阴极灯	
载气	空气/氮气	
载气流量	0.1 L/min ~ 0.2 L/min	
消解液流速	/	3 ml/min
还原液流速	5 ml/min	

前处理方式	高温高压消解	在线紫外消解
工作波长	214.4 nm	
测量方式	峰高/峰面积	
注：“/”为无此项内容。		

9.1.3 校准曲线的建立

分别移取 0.00 ml、1.00 ml、2.00 ml、4.00 ml、5.00 ml、10.00 ml、20.00 ml 硝酸盐氮标准使用液 1 (6.18) 于玻璃比色管 (7.4) 中, 用水定容至 20 ml。按 9.1.1 进行前处理。此校准曲线系列质量浓度分别为 0.00 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.80 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L。可根据样品的实际情况适当调整校准曲线系列范围。按照仪器参考条件 (9.1.2), 从低浓度到高浓度依次测量吸光度。以校准曲线系列的质量浓度 (mg/L) 为横坐标, 以对应的吸光度为纵坐标, 建立校准曲线。

9.1.4 试样的测定

按照与校准曲线的建立 (9.1.3) 相同的步骤测定试样 (9.1.1) 的吸光度。

9.1.5 实验室空白试验

按照与试样的测定 (9.1.4) 相同的步骤进行实验室空白试样 (8.3) 的测定。

9.2 在线紫外消解

9.2.1 仪器参考条件

按照仪器说明书连接气相分子吸收光谱仪 (7.1) 和在线紫外消解器 (7.3) 的管路和线路, 开启仪器预热, 按表 1 (或根据仪器运行状况, 参考仪器说明书优化) 设置仪器参考条件。将消解液 (6.14) 和还原液 (6.15) 接入系统, 清洗管路 2~3 次, 待吸光度基线稳定 (1 min 内基线漂移不超过 ± 0.0005) 后开始测定。

9.2.2 校准曲线的建立

9.2.2.1 手动配制校准曲线的建立

分别移取 0.00 ml、1.00 ml、2.00 ml、4.00 ml、5.00 ml、10.00 ml、20.00 ml 硝酸盐氮标准使用液 1 (6.18) 于玻璃比色管 (7.4) 中, 用水定容至 50 ml。此校准曲线系列质量浓度分别为 0.00 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.80 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L。可根据样品的实际情况适当调整校准曲线系列范围。按照仪器参考条件 (9.2.1), 从低浓度到高浓度依次测量吸光度。以校准曲线系列的质量浓度 (mg/L) 为横坐标, 以其对应的吸光度为纵坐标, 建立校准曲线。

9.2.2.2 自动稀释校准曲线的建立

使用硝酸盐氮标准使用液 2 (6.19), 放置于自动进样器的进样盘上。按 0.00 mg/L、0.20

mg/L、0.40 mg/L、0.80 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L 的顺序设置校准曲线系列。可根据样品的实际情况适当调整校准曲线系列范围。按照仪器参考条件（9.2.1）启动测试，仪器自动稀释并测定各校准曲线系列溶液的吸光度。以校准曲线系列的质量浓度（mg/L）为横坐标，以其对应的吸光度为纵坐标，建立校准曲线。

9.2.3 试样的测定

按照与校准曲线的建立（9.2.2）相同的步骤测定试样（8.2）的吸光度。浓度高的样品可适当稀释后再行测定。

9.2.4 实验室空白试验

按照与试样的测定（9.2.3）相同的步骤进行实验室空白试样（8.3）的测定。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

10.1.1 高温高压消解

样品中总氮（以 N 计）的质量浓度，按公式（1）计算：

$$\rho = \frac{(A - A_0 - a)}{b} \times \frac{50}{V} \quad (1)$$

式中： ρ ——样品中总氮的质量浓度（以 N 计），mg/L；

A ——试样的吸光度；

A_0 ——实验室空白的吸光度；

a ——校准曲线的截距；

b ——校准曲线的斜率，L/mg；

50——试样的定容体积，ml；

V ——取样体积，ml。

10.1.2 在线紫外消解

样品中总氮（以 N 计）的质量浓度，按公式（2）计算：

$$\rho = \frac{(A - A_0 - a)}{b} \times D \quad (2)$$

式中： ρ ——样品中总氮的质量浓度（以 N 计），mg/L；

A ——试样的吸光度；

A_0 ——实验室空白的吸光度；

a ——校准曲线的截距；

b ——校准曲线的斜率，L/mg；

D ——试样稀释倍数。

10.2 结果表示

当测定结果 <1.00 mg/L时,测定结果小数位数的保留与方法检出限一致;当测定结果 ≥ 1.00 mg/L时,保留3位有效数字。

11 准确度

11.1 精密度

11.1.1 高温高压消解

6家实验室分别对含总氮浓度为0.311 mg/L、2.22 mg/L和4.40 mg/L的统一有证标准样品进行了6次重复测定,实验室内相对标准偏差分别为2.7%~6.5%、1.4%~4.1%和0.88%~3.3%;实验室间相对标准偏差分别为4.7%、3.8%和2.4%;重复性限分别为0.03 mg/L、0.19 mg/L和0.25 mg/L;再现性限分别为0.05 mg/L、0.30 mg/L和0.37 mg/L。

6家实验室分别对总氮平均测定浓度分别为1.66 mg/L、5.75 mg/L、9.17 mg/L和12.9 mg/L的地表水、地下水、生活污水、工业废水的统一实际样品进行了6次重复测定,实验室内相对标准偏差分别为1.4%~4.3%、0.33%~1.7%、0.63%~2.7%和1.1%~2.8%;实验室间相对标准偏差分别为6.9%、5.5%、6.0%和6.5%;重复性限分别为0.12 mg/L、0.20 mg/L、0.48 mg/L和0.64 mg/L;再现性限分别为0.34 mg/L、0.90 mg/L、1.61 mg/L和2.40 mg/L。

6家实验室分别对总氮测定浓度范围为0.100 mg/L~0.268 mg/L和1.90 mg/L~15.1 mg/L的海水和当地典型工业废水的非统一实际样品进行了6次重复测定,实验室内相对标准偏差范围分别为3.0%~8.4%和1.0%~7.4%。

11.1.2 在线紫外消解

6家实验室分别对含总氮浓度为0.311 mg/L、2.22 mg/L和4.40 mg/L的统一有证标准样品进行了6次重复测定,实验室内相对标准偏差分别为1.3%~3.7%、0.71%~2.9%和0.54%~1.8%;实验室间相对标准偏差分别为6.6%、2.1%和2.9%;重复性限分别为0.02 mg/L、0.12 mg/L和0.15 mg/L;再现性限分别为0.06 mg/L、0.17 mg/L和0.38 mg/L。

6家实验室分别对总氮平均测定浓度分别为1.62 mg/L、5.55 mg/L、8.98 mg/L和13.3 mg/L的地表水、地下水、生活污水、工业废水的统一实际样品进行了6次重复测定,实验室内相对标准偏差分别0.48%~7.8%、0.64%~1.0%、0.53%~2.7%和0.76%~3.7%;实验室间相对标准偏差分别为8.1%、3.1%、3.0%和5.9%;重复性限分别为0.15 mg/L、0.14 mg/L、0.35 mg/L和0.75 mg/L;再现性限分别为0.39 mg/L、0.49 mg/L、0.81 mg/L和2.30 mg/L。

6家实验室分别对总氮测定浓度范围为0.100 mg/L~0.266 mg/L和1.72 mg/L~15.7 mg/L的海水和当地典型工业废水的非统一实际样品进行了6次重复测定,实验室内相对标准偏差范围分别为3.8%~8.7%和0.60%~8.7%。

11.2 正确度

11.2.1 高温高压消解

6家实验室分别对含总氮浓度为0.311 mg/L、2.22 mg/L和4.40 mg/L的统一有证标准样品进行了6次重复测定,相对误差分别为-5.5%~7.4%、-6.8%~3.6%和-5.0%~2.3%;相对误差最终值分别为-1.5%±9.2%、-0.60%±7.6%和-1.7%±4.8%。

6家实验室分别对总氮平均测定浓度为1.66 mg/L,加标浓度为1.0 mg/L、2.0 mg/L和3.5 mg/L的地表水统一实际样品进行了6次加标分析测定,加标回收率分别为95.6%~116%、95.2%~109%和86.0%~105%;加标回收率最终值分别为103%±15.0%、101%±9.2%和95.4%±13.6%。

6家实验室分别对总氮平均测定浓度为5.75 mg/L,加标浓度为3.0 mg/L、6.0 mg/L和16.0 mg/L的地下水统一实际样品进行了6次加标分析测定,加标回收率分别为83.7%~105%、86.1%~103%和86.1%~99.1%;加标回收率最终值分别为97.4%±16.2%、95.0%±12.2%和95.5%±9.6%。

6家实验室分别对总氮平均测定浓度为9.17 mg/L,加标浓度为6.0 mg/L、12.0 mg/L和24.0 mg/L的生活污水统一实际样品进行了6次加标分析测定,加标回收率分别为81.6%~100%、89.2%~98.3%和84.1%~100%;加标回收率最终值分别为94.0%±13.8%、94.6%±7.6%和94.4%±12.0%。

6家实验室分别对总氮平均测定浓度为12.9 mg/L,加标浓度为8.0 mg/L、16.0 mg/L和36.0 mg/L的工业废水统一实际样品进行了6次加标分析测定,加标回收率分别为82.0%~107%、82.5%~108%和89.4%~107%;加标回收率最终值分别为94.4%±19.0%、98.0%±20.0%和95.6%±13.2%。

6家实验室分别对总氮测定浓度范围为0.100 mg/L~0.268 mg/L,加标浓度为0.2 mg/L、0.4 mg/L的非统一海水实际样品进行了6次加标分析测定,加标回收率范围分别为88.1%~103%、92.2%~104%。

6家实验室分别对总氮测定浓度范围为1.90 mg/L~15.1 mg/L,加标浓度范围为1.0 mg/L~36.0 mg/L的当地典型工业废水实际样品进行了6次加标分析测定,加标回收率范围分别为82.5%~118%。

11.2.2 在线紫外消解

6家实验室分别对含总氮浓度为0.311 mg/L、2.22 mg/L和4.40 mg/L的统一有证标准样品进行6次重复测定,相对误差分别为-9.6%~9.3%、0.90%~5.0%和-2.7%~4.5%;相对误差最终值分别为1.6%±13.4%、1.8%±4.2%和1.3%±5.8%。

6家实验室分别对总氮平均测定浓度为1.62 mg/L,加标浓度为1.0 mg/L、2.0 mg/L和3.5 mg/L的地表水统一实际样品进行了6次加标分析测定,加标回收率分别为81.6%~106%、87.8%~113%和93.7%~107%;加标回收率最终值分别为95.7%±16.6%、100%±17.4%和102%±9.0%。

6家实验室分别对总氮平均测定浓度为5.55 mg/L,加标浓度为3.0 mg/L、6.0 mg/L和16.0 mg/L的地下水统一实际样品进行了6次加标分析测定,加标回收率分别为85.9%~104%、87.8%~102%和89.4%~107%;加标回收率最终值分别为96.7%±15.0%、97.9%±10.4%和97.8%±12.4%。

6家实验室分别对总氮平均测定浓度为8.98 mg/L, 加标浓度为6.0 mg/L、12.0 mg/L和24.0 mg/L的生活污水统一实际样品进行了6次加标分析测定, 加标回收率分别为85.2%~115%、83.8%~108%和89.5%~110%; 加标回收率最终值分别为97.2%±21.4%、96.5%±15.8%和99.8%±16.6%。

6家实验室分别对总氮平均测定浓度为13.3 mg/L, 加标浓度为8.0 mg/L、16.0 mg/L和36.0 mg/L的工业废水统一实际样品进行了6次加标分析测定, 加标回收率分别为81.2%~103%、91.9%~102%和86.1%~113%; 加标回收率最终值分别为92.0%±19.4%、98.0%±7.6%和98.2%±20.0%。

6家实验室分别对总氮测定浓度范围为0.100 mg/L~0.266 mg/L, 加标浓度为0.2 mg/L、0.4 mg/L的非统一海水实际样品进行了6次加标分析测定, 加标回收率范围分别为93.5%~104%、94.3%~109%。

6家实验室分别对总氮测定浓度范围为1.72 mg/L~15.7 mg/L, 加标浓度范围为1.0 mg/L~36.0 mg/L的当地典型工业废水实际样品进行了6次加标分析测定, 加标回收率范围分别为82.0%~115%。

12 质量保证和质量控制

12.1 每批样品(≤20个)至少做1个实验室空白, 实验室空白试验的吸光度应低于0.040。

12.2 校准曲线应至少包含6个浓度点(含零浓度点)。校准曲线相关系数应≥0.999。每批样品(≤20个)应至少测定1个校准曲线中间点浓度的标准溶液, 其测定结果与校准曲线该点浓度的相对误差应在±10%以内。否则, 应重新绘制校准曲线。

12.3 每批样品(≤20个)至少测定10%的平行样, 样品数量≤10个时, 应至少测定1个平行样。当样品总氮含量≤1.00 mg/L时, 平行双样测定结果的相对偏差应在±20%以内; 当样品总氮含量>1.00 mg/L时, 平行双样测定结果的相对偏差应在±15%以内。

12.4 每批样品(≤20个)至少测定1个的有证标准样品或基体加标样品。有证标准样品的测定值应在其给出的不确定度范围内, 基体加标样品的加标回收率应在70%~130%之间。

13 废物处置

实验过程中产生的废物及分析后的高浓度样品应集中收集, 分类保存, 并做好相应标识, 依法委托有资质的单位进行处理。

14 注意事项

14.1 气相分子吸收光谱仪的吸光管应清洁、干燥。样品测定结束后, 应按说明书采用相应的清洗液进行清洗。

14.2 实验所用的器皿和高压蒸汽灭菌器(7.2)等均应无氮污染。实验中所用的玻璃器皿应用盐酸溶液2(6.10)或硫酸溶液(6.11)浸泡, 用自来水冲洗后再用无氨水冲洗数次, 洗净后立即使用。高压蒸汽灭菌器应每周清洗。

14.3 若实验室空白不合格，应检查实验用水、过硫酸钾纯度以及器皿的污染状况。过硫酸钾的提纯参见附录A。

14.4 仪器使用过程中会产生一氧化氮，应注意通风。

附 录 A
(资料性附录)
过硫酸钾的提纯

在 1 L 广口瓶中加入约 800 ml 无氨水,放入 50 °C 水浴锅加热,然后逐渐加入过硫酸钾,直至不能溶解为止。将饱和过硫酸钾溶液放入 4 °C 冰箱中冷藏,重结晶后抽滤,将抽滤后的过硫酸钾放入 50 °C 烘箱烘干,重复多次,直至实验室空白样品吸光度满足本标准要求。
