

团 体 标 准

T/ XXXXX—XXXX

水质 化学需氧量、总磷、氨氮和总氮便 携式监测仪技术要求及检测方法

（征求意见稿）

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

发 布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 仪器的结构组成	2
4.1 仪器整体结构组成	2
4.2 样品采集模块	2
4.3 数据分析模块	2
4.4 数据处理模块	2
4.5 辅助设备	2
5 仪器技术要求	2
5.1 一般要求	2
5.2 工作条件	3
5.3 安全要求	3
5.4 功能要求	3
6 仪器性能指标	4
6.1 检出限	4
6.2 精密度	4
6.3 正确度	4
6.4 准确度	4
7 检测项目	4
8 检测方法	4
8.1 一般要求	4
8.2 标准物质要求	4
8.3 仪器检测方法	4
8.4 化学需氧量（COD _{Cr} ）快速密闭消解-分光光度法	6
8.5 氨氮 纳氏试剂分光光度法	8
8.6 总磷 过硫酸钾消解-钼酸铵分光光度法	11
8.7 总氮 碱性过硫酸钾密闭消解-变色酸法	14
9 质量保证	17
参考文献	18

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由××××提出。

本文件由××××归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

水质 化学需氧量、总磷、氨氮和总氮便携式监测仪技术要求及检测方法

1 范围

本文件规定了化学需氧量、总磷、氨氮和总氮便携式水质快速检测仪的组成结构、技术要求、性能指标和检测方法。

本文件适用于水质 化学需氧量、总磷、氨氮和总氮便携式水质快速检测仪（以下简称“快检仪”）的使用。

本文件适用于生活污水，部分指标适用于工业废水和海水的检测，针对应用于不同场合的仪器，规定了相应仪器的检测范围。该仪器可用于水质污染事故应急监测，还可以用于实验室检测。

2 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 11606 分析仪器环境试验方法
HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范
HJ 494 水质 采样技术指导

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

化学需氧量 Chemical Oxygen Demand (COD_{Cr})

在一定条件下，经重铬酸钾氧化处理时，水样中得溶解性物质和悬浮物所消耗的重铬酸钾相对应的氧的质量浓度，以mg/L表示。

3.2

总磷 total phosphorus (TP)

指在本文件规定的条件下，能测定的样品中磷的总和，包括溶解的、颗粒的、有机的和无机的磷。

3.3

总氮 total nitrogen (TN)

指在本文件规定的条件下，能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。

3.4

氨氮 ammonia-nitrogen

指在本文件规定的条件下，能测定样品中以游离态得氨或者铵离子等形式存在的氨氮。

3.5

方法检出限 method detection limit

用特定分析方法在给定的置信度内可从样品中定性检出待测物质的最低浓度或最小量。

3.6

测定下限 minimum quantitative detection limit

在限定误差能满足预定要求的前提下，用特定分析方法能够准确定量测定待测物质的最低浓度或最小量。

3.7

精密度 precision

在规定条件下，独立测试结果间的一致程度。

3.8

正确度 trueness

多次重复测量所测得的量值的平均值与一个参考值的一致程度。

3.9

准确度 accuracy

被测量的测得的量值与其真值间的一致程度。

4 仪器的结构组成

4.1 仪器整体结构组成

仪器结构主要包括样品采集模块、数据分析模块、数据处理模块、辅助设备等。依据仪器测量方式和原理的不同，仪器可能具备上述全部或部分结构组成，供电应保证现场监测工作的需求。

4.2 样品采集模块

主要包括样品仓，样品仓可放置直径16mm比色管和10mm比色皿等。

4.3 数据分析模块

用于对采集的样品进行测量分析，利用光度计进行分析，内置光源波长至少覆盖420nm、540nm、620nm、700nm四种，结果可同时显示浓度、吸光度和透过率。

4.4 数据处理模块

仪器内置AD转换和运放等电子器件。

4.5 辅助设备

辅助设备主要包括无线打印机、便携式消解仪（至少支持6孔消解）等。

5 仪器技术要求

5.1 一般要求

5.1.1 仪器应具有铭牌，铭牌上应标有名称、型号、生产单位、出厂编号、制造日期等信息。

5.1.2 仪器表面应完好无损，无明显缺陷，各零、部件连接可靠，各操作键、按钮使用灵活，定位准确。

5.1.3 仪器主机面板显示清晰，涂色牢固，字符、标识易于识别，无影响读数的缺陷。

5.1.4 仪器外壳或外罩应耐腐蚀、密封性能良好、防尘、防雨。

5.1.5 仪器应具备较好的便携及移动性，仪器自身质量应不超过 0.5 kg。

5.2 工作条件

- a) 工作温度：（-10~40）℃；
- b) 存储温度：（-20~50）℃；
- c) 最大相对湿度≤80 %；
- d) 供电电压：AC（220±22）V，（50±1）Hz。可使用 DC12V/10A 电源。

注：特殊环境条件下，仪器设备的配置应满足当地环境条件的使用要求。

5.3 安全要求

5.3.1 绝缘电阻

仪器的电源进线与机壳之间的绝缘电阻 $\geq 50\text{M}\Omega$ 。

5.3.2 绝缘强度

仪器的电源进线与机壳之间能承受50Hz、1500V正弦交流电压，历时1min，不出现飞弧和击穿现象。

5.3.3 泄漏电流

仪器的泄漏电流 $\leq 5\text{mA}$ 。仪器应具有漏电保护装置，具备良好的接地措施，防止雷击等对系统造成损坏。

5.3.4 运输、运输贮存环境试验

仪器在包装状态下，按 GB/T 11606 要求进行高温贮存、低温贮存、碰撞和自由跌落试验。

5.4 功能要求

5.4.1 仪器功能要求

检测仪器应具有以下功能：

- a) 计时测量：为了保证不同批次样品显色时间的高度一致性，仪器本身需自带倒计时功能，计时结束后，自动测量并保存结果；
- b) 数据上传：可通过网络无线传输方式将数据上传至云服务平台；
- c) 超标提醒：检测结果超过特定排放标准后，仪器可提醒（蜂鸣或震动）；
- d) 打印功能：支持历史数据无线打印功能；
- e) 消解比色一体：支持消解管比色；
- f) 历史数据局：至少可保存 2000 万条历史数据；
- g) 具备温度和压力显示功能。

5.4.2 仪器校准

按照仪器使用说明书的校正方法，对仪器的标准曲线进行校准。

5.4.3 数据采集和处理单元要求

5.4.3.1 仪器应可以显示、存储、输出检测数据。

5.4.3.2 具备显示、设置系统时间功能。

6 仪器性能指标

6.1 检出限

平均值/方法检出限为3~5。

6.2 精密度

相对标准偏差（RSD）≤5%。

6.3 正确度

加标回收率范围：（90~110）%

6.4 准确度

相对偏差 ≤±8%。

7 检测项目

检测项目见表 1。

表1 检测项目

检测项目	检测方法	检测范围 (mg/L)	示值误差 (50%~100% 量程)
超低浓度COD	重铬酸钾氧化法	5~100	≤±8%
氨氮	纳氏分光光度法	0.2~5.0	≤±8%
总磷	过硫酸钾消解-钼酸铵分光光度法	0.05~1.0	≤±8%
总氮	碱性过硫酸钾消解-变色酸分光光度法	0.5~20	≤±8%

8 检测方法

8.1 一般要求

- 8.1.1 检测按照操作规程，选择相应的参数对样品检测，每次检测采用内置曲线进行，现场增加高低浓度点进行质量控制。
- 8.1.2 检测期间除进行校准外，不允许对仪器进行计划外的维护、检修和调节。
- 8.1.3 如果因仪器故障造成测试中断，在仪器恢复正常后，重新开始检测，已经完成的测试指标和数据作废；检测期间，每台（套）仪器故障次数≤2次。
- 8.1.4 各技术指标检测数据均采用仪器数据采集与处理单元存储记录的最终结果。

8.2 标准物质要求

- 8.2.1 标准物质：市售有证标准物质，不确定度≤10.0%。
- 8.2.2 空白可使用高纯水或高纯水加试剂，较低浓度的标准物质可以使用高浓度的标准物质稀释获得。

8.3 仪器检测方法

8.3.1 精密度

8.3.1.1 基本要求

有证标准物质/标准样品（或采用市售试剂、标样配制的样品）的测定：各验证实验室利用便携式快速检测仪，采用高（校准曲线线性范围上限 90%附近的浓度或含量）、中（校准曲线中间点附近浓度或含量）、低（测定下限附近的浓度或含量）3 个不同浓度或含量的统一样品，按全程序每个样品至少平行测定 6 次，分别计算各浓度或含量样品测定的平均值、标准偏差、相对标准偏差等参数。

8.3.1.2 实验室内相对标准偏差

对某一水平浓度的样品在第*i*个实验室内进行*n*次平行测定，实验室内相对标准偏差按如下公式进行计算：

$$\bar{x}_i = \frac{\sum_{k=1}^n x_k}{n} \dots\dots\dots (1)$$

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{k=1}^n (x_k - \bar{x})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (2)$$

$$RSD_i = \frac{S_i}{\bar{x}_i} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

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 ——第*i*个实验室对某一浓度水平样品测试的相对标准偏差。

8.3.1.3 实验室间相对标准偏差

对某一水平浓度的样品在*l*个实验室内进行测定，实验室间相对标准偏差按如下公式进行计算：

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^l \bar{x}_i}{l} \dots\dots\dots (4)$$

$$\hat{S} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^l (\bar{x}_i - \bar{x})^2}{l-1}} \dots\dots\dots (5)$$

$$RSD = \frac{\hat{S}}{\bar{x}} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

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

$\bar{x}$ ——*l*个实验室对某一浓度水平样品测试的平均值；

$\hat{S}$ ——实验室间标准偏差；

RSD ——实验室间相对标准偏差。

8.3.2 正确度

加标回收率计算如以下公式所示。

$$P_i = \frac{\bar{y}_i - \bar{x}_i}{\mu} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

$$\bar{P} = \frac{\sum_{i=1}^l P_i}{l} \dots\dots\dots (8)$$

式中：

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

$\bar{y}_i$ ——第*i*个实验室对加标样品测试的平均值；

μ ——加标量，加标量应为本底量的（0.5~3）倍，加标后的浓度不应超过方法线性范围的上限；

P_i ——第*i*个实验室的加标回收率；

$\bar{P}$ ——一个验证实验室加标回收率的均值。

8.4 化学需氧量（COD_{Cr}）快速密闭消解-分光光度法

8.4.1 方法原理

在本方法中，样品与硫酸、重铬酸钾于165℃下混合均匀加热15min。可氧化的有机混合物通过反应，将六价铬还原为三价铬。通过确定Cr³⁺的生成量或Cr⁶⁺的残留量来换算COD值。

8.4.2 试剂

- a) 超低量程 COD（抗氯版）试剂一；
称取 0.2 g 重铬酸钾、6 g 硫酸汞，量取 10 mL 浓硫酸慢慢加入适量超纯水中，定容至 100 mL；
- b) 超低量程 COD（抗氯版）试剂二；
称取 4 g 硫酸银加入 400 mL 浓硫酸中，混匀。
- c) 试剂检测范围：5.00 mg/L~100.00 mg/L。

8.4.3 预处理

若水样悬浮物含量高，应充分混匀确保取样具有代表性，若氯离子含量超过1000mg/L，应稀释后检测。或者换用抗高氯（1000ppm）药剂后，再进行检测。

8.4.4 操作步骤

具体操作步骤见表2。

表2 低浓度 COD_{Cr} 检测步骤

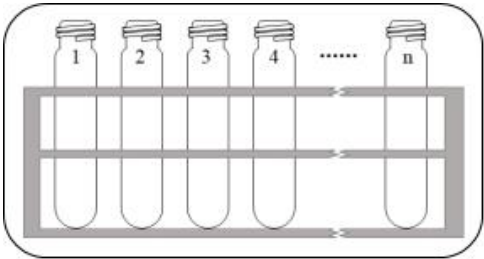
步骤	图示	操作	说明
1		消解仪开机，设定消解温度165℃及消解时间15min，仪器自动升温并恒温。	确认消解仪工作正常。
2		准备数只比色管，置于比色管架子上。	实验中所用的比色管，必须要清洗干净，且外壁无划伤；如有条件，可提前配置洗液进行浸泡，再用纯水洗净烘干后使用。

表2 低浓度COD_{Cr}检测步骤（续）

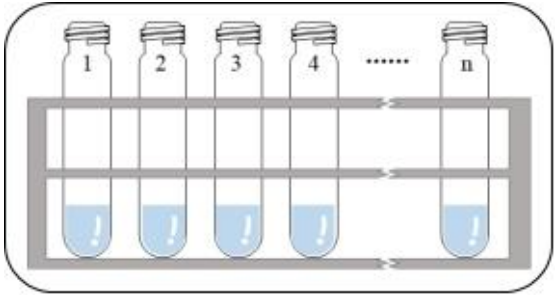
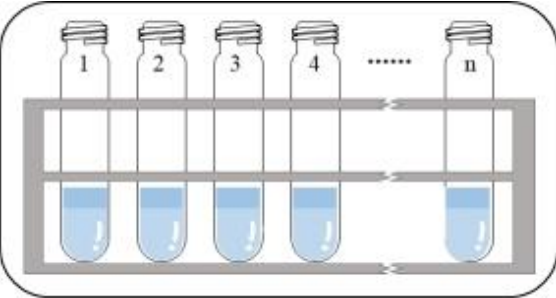
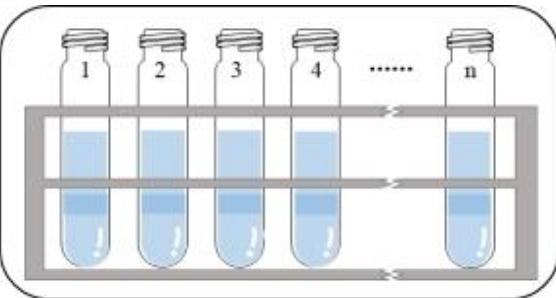
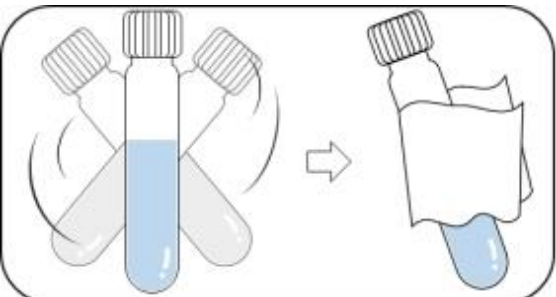
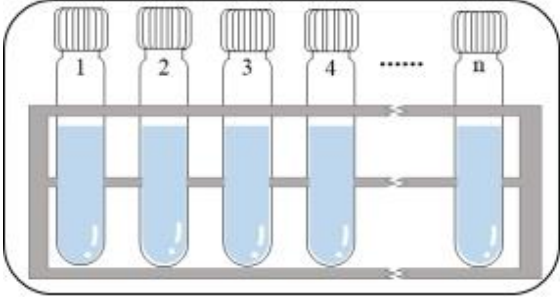
步骤	图示	操作	说明
3		1. 使用移液枪准确移取 2. 50 mL 纯水（空白样）于 1 号比色管中； 2. 然后分别准确移取待测 水样 2.50 mL，依次加入到 其他比色管中。	1. 样品量移取必须准确； 2. 空白样和和各水样使 用不同移液枪枪头，防止 样品间的交叉污染。
4		依次向各个比色管中加入 1.00 mL 超低浓度 COD 试剂 一。	使用量程为 1 mL 移液枪 以保证加入试剂的准确 性和同一性。
5		依次向各个比色管中加入 5.00 mL 超低浓度 COD 试剂 二。	1. 使用量程为 5 mL 移液 枪以保证加入试剂的准 确性和同一性； 2. 图中为描述所需，所 以分层体现。
6		1. 将各比色管管盖上瓶 盖，并将各比色管中的溶 液充分摇晃混匀； 2. 并用干净的棉布或滤纸 将管壁擦拭干净，准备消 解。	1. 擦拭时，防止掉毛及 擦伤管壁。 2. 管壁透光面必须保持 干净清洁。
7		1. 当消解仪稳定在 165℃，将比色管依次放 入仪器消解孔中，盖上防 喷罩； 2. 仪器自动定时 15min 消 解。	1. 消解管盖必须要拧严 实，防止漏液。 2. 消解完毕后蜂鸣器自 动报警。

表2 低浓度COD_{Cr}检测步骤（续）

步骤	图示	操作	说明
8		取出比色管至于架子上，自然冷却至室温。	1. 严禁摇动，防止溶液浑浊，影响测量结果； 2. 戴好防护手套，小心烫伤。
9		将比色管擦净，将 1 号管插入快检仪的比色孔中。开启快检仪，进入主页面，点击“手动测量”功能键，并选择“超低COD-比色管”，点击“空白”功能键调零。	1. 比色管的测定部位不应有擦痕和粗糙； 2. 空白比色管放入比色孔后，按空白键使屏幕显示为“0.000 mg/L”。
10		听到“请放入样品，并按测量”语音提示后，将依次待测样品比色管插入比色孔中，点击“测量”功能键，仪器显示样品的COD值。	1. 图中数据为举例所需，无任何意义； 2. 其他样品测量步骤相同。

8.5 氨氮 纳氏试剂分光光度法

8.5.1 方法原理

以游离态的氨或铵离子等形式存在的氨氮与纳氏试剂反应生成淡红棕色络合物，该络合物的吸光度与氨氮含量成正比，于波长420nm处测量吸光度。

8.5.2 试剂

- a) 纳氏氨氮试剂一
称取 5 g 酒石酸钾钠，加入适量超纯水溶解，定容至 100 mL。
- b) 纳氏氨氮试剂二
称取 1.6 g 氢氧化钠、0.7 g 碘化钾、1 g 碘化汞，加入适量无氨水（超纯水）溶解，定容至 100 mL。

c) 试剂检测范围：0.10 mg/L~5.00 mg/L。

8.5.2 预处理

如果水样明显混浊，需要过滤预处理，若用滤纸过滤，滤纸要先用纯水润洗几次，否则会使结果产生误差。推荐购买水系0.45 μm滤头和注射器过滤。若色度过高，稀释（10~100）倍或进行色度校正。

8.5.3 操作步骤

具体操作步骤见表3。

表3 氨氮检测步骤

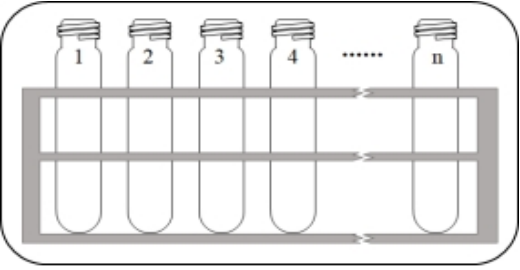
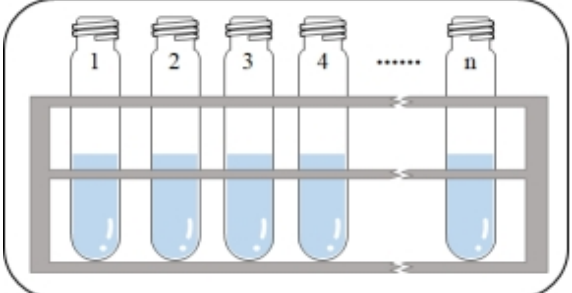
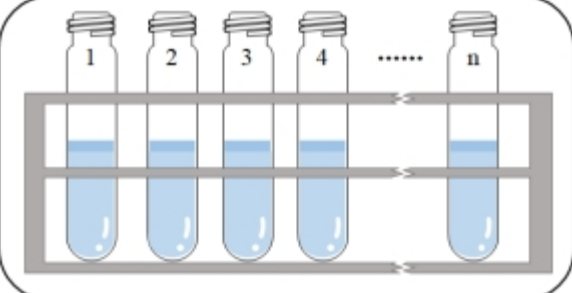
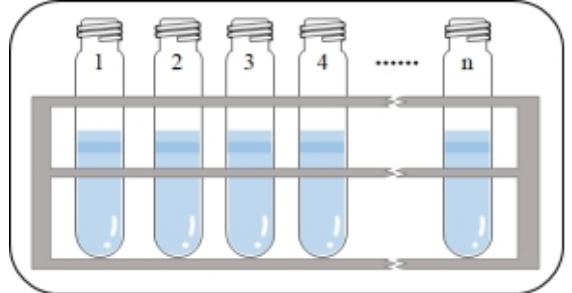
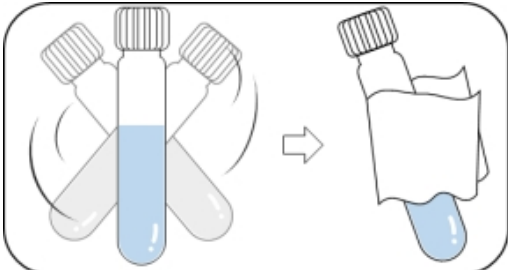
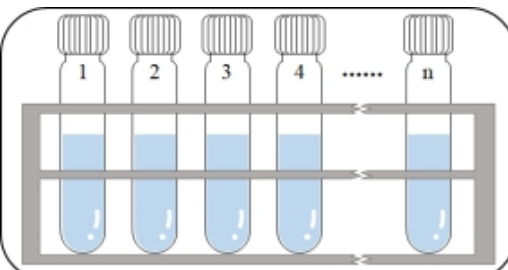
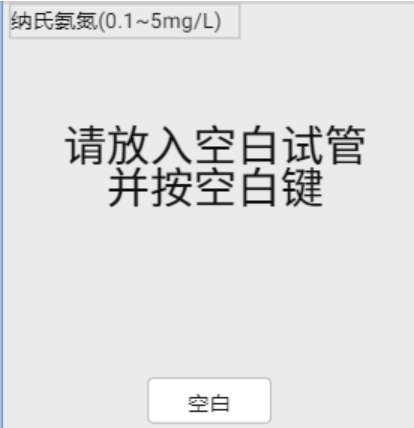
步骤	图示	操作	说明
1		准备数只比色管，置于比色管架子上。	1. 实验中所用的比色管，必须要清洗干净，且外壁无划伤； 2. 如有条件，可提前配置洗液进行浸泡，再用纯水洗净烘干后使用。
2		1. 使用移液枪准确移取 5.00 mL 纯水（空白样）于 0 号比色管中； 2. 然后分别准确移取待测水样 5.00 mL，依次加入到其他比色管中。	1. 样品量移取必须准确； 2. 空白样和和各水样使用不同移液枪枪头，防止样品间的交叉污染。
3		依次向各个比色管中加入 1.00 mL 氨氮试剂一。	使用量程为 1 mL 移液枪以保证加入试剂的准确性和同一性。
4		依次向各个比色管中加入 1.00 mL 氨氮试剂二。	1. 使用量程为 1 mL 移液枪以保证加入试剂的准确性和同一性； 2. 图中为描述所需，所以分层体现。

表3 氨氮检测步骤（续）

步骤	图示	操作	说明
5		1. 将各比色管盖上瓶盖，并将各比色管中的溶液充分摇晃混匀； 2. 并用干净的棉布或滤纸将管壁擦拭干净。	1. 擦拭时，防止掉毛及擦伤管壁； 2. 管壁透光面必须保持干净清洁。
6		将比色管置于架子上，静置 10min 后等待测量。	显示 10min。
7		将比色管擦净，将 1 号管插入快检仪的比色孔中。开启快检仪，进入主页面，点击“手动测量”功能键，并选择“纳氏氨氮-管”，点击“空白”功能键调零。	1. 比色管的测定部位不应有擦痕和粗糙； 2. 空白比色管放入比色孔后，按空白键使屏幕显示为“0.000 mg/L”。
8		听到“请放入样品，并按测量”语音提示后，将依次待测样品比色管插入比色孔中，点击“测量”功能键，仪器显示样品的氨氮值。	1. 图中数据为举例所需，无任何意义； 2. 其他样品测量步骤相同。

8.6 总磷 过硫酸钾消解-钼酸铵分光光度法

8.6.1 方法原理

在中性条件下用过硫酸钾使试样消解，将所含磷全部氧化为磷酸盐，在酸性介质中，磷酸盐与钼酸铵反应，在锑盐的存在下生成磷钼杂多酸后，立即被抗坏血酸还原生成蓝色络合物，在700nm处测定吸光度。

8.6.2 试剂

a) 总磷试剂一

称取4g过硫酸钾(提纯)，加入适量超纯水溶解，定容至100mL。

b) 总磷试剂二

称取2g抗坏血酸、0.1g EDTA二钠，量取2mL冰乙酸，加入适量超纯水溶解，定容至100mL。

c) 总磷试剂三

称取1.04g钼酸铵、0.028g酒石酸锑钾，量取12mL浓硫酸，慢慢加入适量超纯水中，定容至100mL。

d) 试剂检测范围：0.05mg/L~1.00mg/L。

8.6.2 预处理

若水样悬浮物含量高，请充分混匀确保取样具有代表性。

8.6.3 具体操作步骤

具体操作步骤见表4。

表4 总磷检测步骤

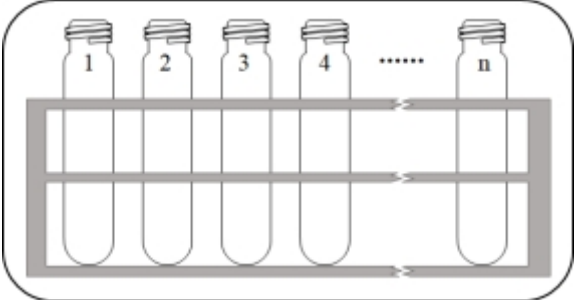
步骤	图示	操作	说明
1		消解仪开机，设定消解温度120℃及消解时间30min，仪器自动升温并恒温。	确认消解仪工作正常。
2		准备数只比色管，置于比色管架子上。	实验中所用的比色管，必须要清洗干净，且外壁无划伤；如有条件，可提前配置洗液进行浸泡，再用纯水洗净烘干后使用。

表4 总磷检测步骤（续）

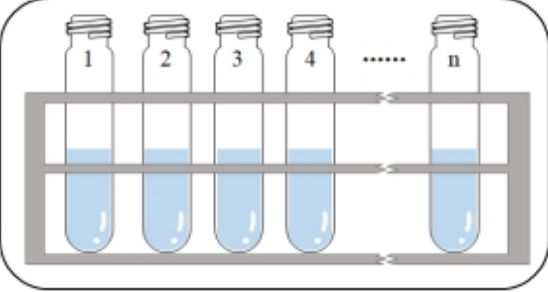
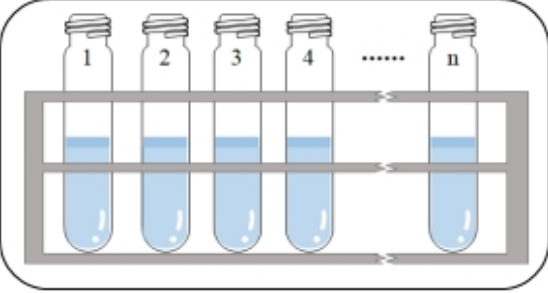
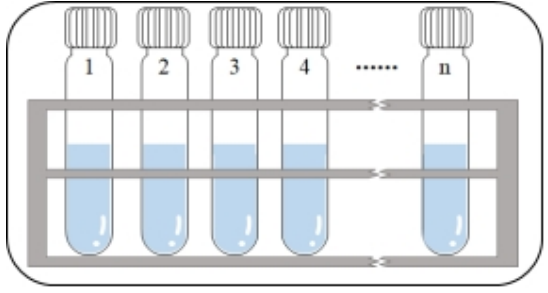
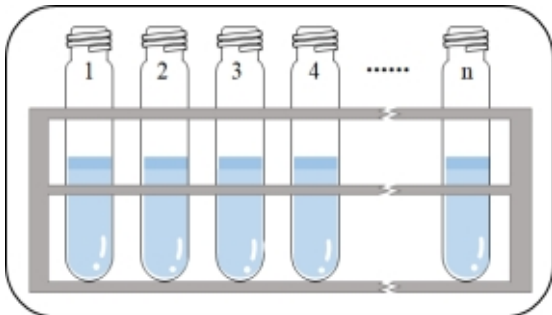
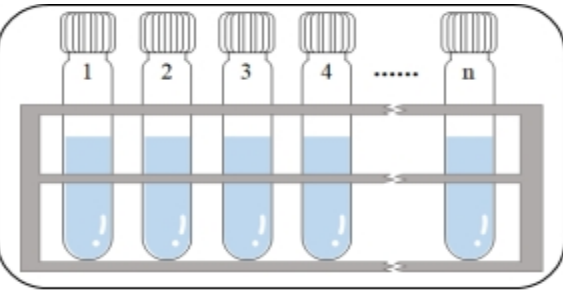
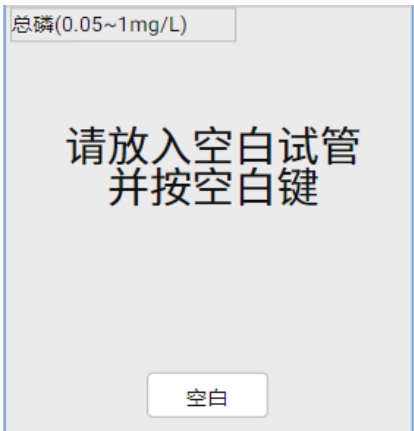
步骤	图示	操作	说明
3		1. 使用移液枪准确移取 5.00 mL 纯水（空白样）于 0 号比色管中； 2. 然后分别准确移取待测水样 5.00 mL，依次加入到其他比色管中。	样品量移取必须准确；空白样和和各水样使用不同移液枪枪头，防止样品间的交叉污染。
4		依次向各个比色管中加入 1.00 mL 总磷试剂一。	使用量程为 1 mL 移液枪以保证加入试剂的准确性和同一性。
5		1. 将各比色管管盖上瓶盖，并将各比色管中的溶液充分摇晃混匀； 2. 并用干净的棉布或滤纸将管壁擦拭干净，准备消解。	1. 擦拭时，防止掉毛及擦伤管壁； 2. 管壁透光面必须保持干净整洁。
6		1. 当消解仪稳定在 120 °C，将比色管依次放入仪器消解孔中，盖上防喷罩； 2. 仪器自动定时 30 min 消解。	1. 消解管盖必须要拧严实，防止漏液； 2. 消解完毕后蜂鸣器自动报警。
7		取出比色管至于架子上，自然冷却 2 min 后，再水冷至室温。	戴好防护手套，小心烫伤。

表4 总磷检测步骤（续）

步骤	图示	操作	说明
8		依次向各个已冷却结束的比色管中加入 1.00 mL 总磷试剂二，上下颠倒摇晃使其均匀混合。	1. 使用量程为 1 mL 移液枪以保证加入试剂的准确性和同一性； 2. 图中为描述所需，所以分层体现； 3. 加完试剂后将液体摇均匀。
9		依次向各个比色管中加入 1.00 mL 总磷试剂三，上下颠倒摇晃使其均匀混合，静置 5 min 后等待测量。	1. 使用量程为 1 mL 移液枪以保证加入试剂的准确性和同一性； 2. 显色 5 min。
10		1. 将比色管擦净，将 1 号管插入快检仪的比色孔中； 2. 开启快检仪，进入主页面，点击“手动测量”功能键，并选择“总磷-管”，点击“空白”功能键调零。	1. 比色管的测定部位不应有擦痕和粗糙； 2. 空白比色管放入比色孔后，按空白键使屏幕显示为 0.000 mg/L。
11		听到“请放入样品，并按测量”语音提示后，将依次待测样品比色管插入比色孔中，点击“测量”功能键，仪器显示样品的总磷值。	1. 图中数据为举例所需，无任何意义； 2. 其他样品测量步骤相同。

8.7 总氮 碱性过硫酸钾密闭消解-变色酸法

8.7.1 方法原理

碱性的过硫酸盐消解过程把所有形式的氮都转化成为硝酸盐，硝酸盐与变色酸在强酸性环境下反应生成一种黄色配合物，在420 nm处测定吸光度。

8.7.2 试剂

- a) 总氮试剂一
称取 8 g 过硫酸钾、2 g 氢氧化钠，加入适量超纯水溶解，定容至 200 mL。
- b) 总氮试剂二
称取亚硫酸钠 1.6 g，加入超纯水溶解，定容至 5 mL。
- c) 总氮试剂三
称取 0.05 g 变色酸、量取 300 mL 浓硫酸慢慢加入适量超纯水中，定容至 350 mL。
- d) 试剂检测范围：0.50 mg/L~20.00 mg/L。

8.7.2 预处理

请充分混匀样品，确保水样具有代表性，在某些样品中含有大量不含氮的有机物会因为消耗掉消解试剂中的过硫酸盐而降低了消解的效率。如果已知样品中含有较高浓度的有机物，应该稀释样品提高消解效率，再重新进行测试。

8.7.3 具体操作步骤

具体操作步骤见表5。

表5 总氮检测步骤

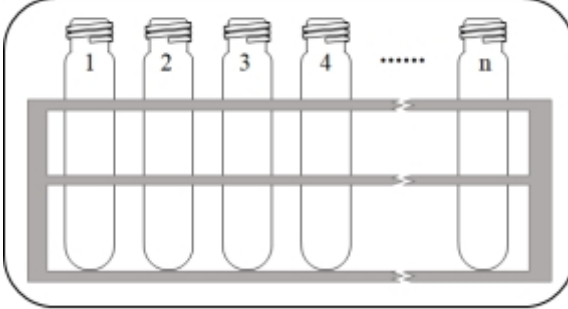
步骤	图示	操作	说明
1		消解仪开机，设定消解温度 125 °C 及消解时间 30 min，仪器自动升温并恒温。	确认消解仪工作正常
2		准备数只比色管，置于比色管架子上。	实验中所用的比色管，必须要清洗干净，且外壁无划伤；如有条件，可提前配置洗液进行浸泡，再用纯水洗净烘干后使用。

表5 总氮检测步骤（续）

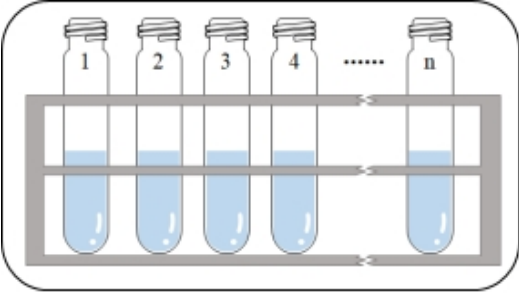
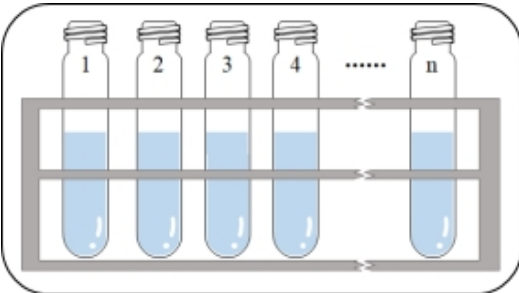
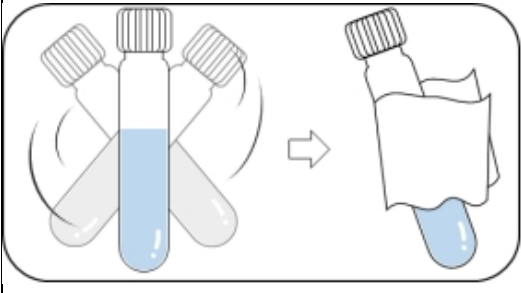
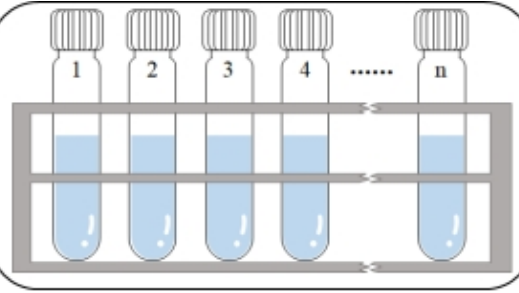
步骤	图示	操作	说明
3		1. 使用移液枪准确移取 5.00 mL 纯水（空白样）于 0 号比色管中； 2. 然后分别准确移取待测水样 5.00 mL，依次加入到其他比色管中。	1. 样品量移取必须准确； 2. 空白样和和各水样使用不同移液枪枪头，防止样品间的交叉污染。
4		依次向各个比色管中加入 2.00 mL 总氮试剂一。	使用量程为 1 mL 移液枪以保证加入试剂的准确性和同一性。
5		1. 将各比色管管盖上瓶盖，并将各比色管中的溶液充分摇晃混匀； 2. 并用干净的棉布或滤纸将管壁擦拭干净，准备消解。	1. 擦拭时，防止掉毛及擦伤管壁； 2. 管壁透光面必须保持干净清洁。
6		1. 当消解仪稳定在 125 °C，将比色管依次放入仪器消解孔中，盖上防喷罩； 2. 仪器自动定时 30min 消解。	1. 消解管盖必须要拧严实，防止漏液； 2. 消解完毕后蜂鸣器自动报警。
7		取出比色管至于架子上，冷却至室温。	戴好防护手套，小心烫伤。

表5 总氮检测步骤（续）

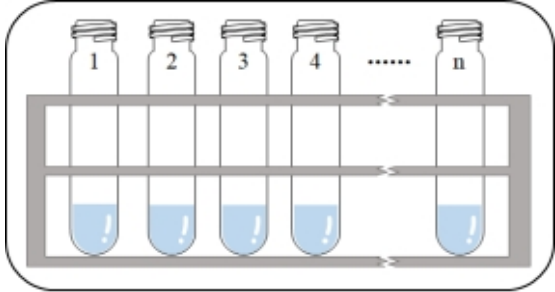
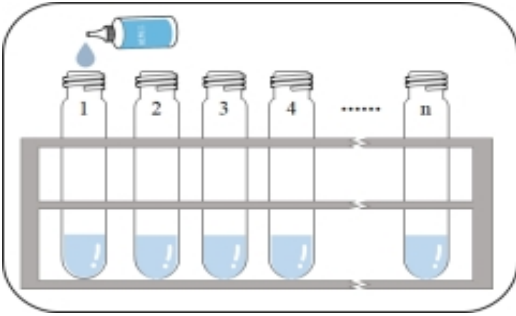
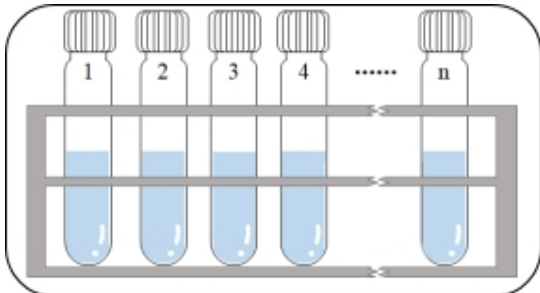
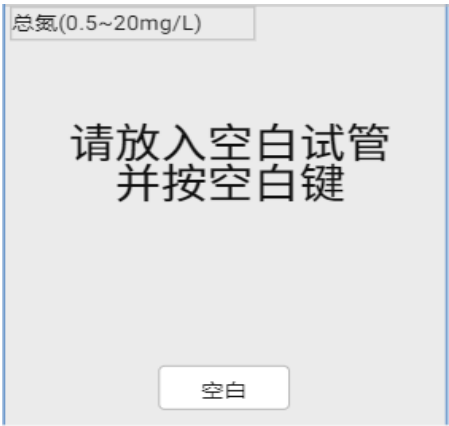
步骤	图示	操作	说明
8		另取干净比色管，依次向管中加入 1.00mL 已冷却的消解液。	使用量程为 1mL 移液枪以保证加入试剂的准确性和同一性。
9		依次向各个比色管中滴加 2 滴试剂二。	1. 擦拭时，防止掉毛及擦伤管壁； 2. 管壁透光面必须保持干净整洁。
10		依次向各个比色管中加入 3.5mL 总氮试剂三。上下颠倒摇晃均匀，静置冷约 10min。	溶液内部强放热，小心烫伤。
11		将比色管擦净，将 1 号管插入快检仪的比色孔中。开启快检仪，进入主页面，点击“手动测量”功能键，并选择“总氮-管”，点击“空白”功能键调零。	1. 比色管的测定部位不应有擦痕和粗糙； 2. 空白比色管放入比色孔后，按空白键使屏幕显示为“0.000mg/L”。

表5 总氮检测步骤（续）

步骤	图示	操作	说明
12	 The image shows a digital display of a water quality analyzer. At the top, it says '总氮(0.5~20mg/L)'. The main display shows '18.00mg/L' in large digits, followed by the formula 'C = 21.8341 A + 0.2751'. Below this, it shows '透过率(T): 95.45 %' and '吸光度(A): -0.016'. Further down, it shows '波长(λ): 420 nm' and '温度: 25.3°C'. At the bottom, there is a button labeled '测量'.	听到“请放入样品，并按测量”语音提示后，将依次待测样品比色管插入比色孔中，点击“测量”功能键，仪器显示样品的总氮值。	1. 图中数据为举例所需，无任何意义。 2. 其他样品测量步骤相同。

9 质量保证

- 从取样至检测等整个过程应符合以下要求，以确保检测结构的准确性。
- a) 现场采样点位应符合 HJ/T 91 以及 HJ 494 相关要求；
 - b) 样品采集应符合相关监测规范要求；
 - c) 污染源排放口有易于到达的采样口，有足够的工作空间，安全且便于操作，必须牢固并有符合要求的安全措施；
 - d) 样品采集应在正常条件下进行；
 - e) 采样时应保持工况条件和工作参数相对稳定。

参 考 文 献

- [1] GB 3836.1 爆炸性环境第一部分：设备通用要求
 - [2] GB/T 4208 外壳防护等级（IP 代码）
 - [3] GB 11893—89 水质 总磷的测定 钼酸铵分光光度法
 - [4] GB/T 14581—1993 水质 湖泊和水库采样技术指导
 - [5] HJ/T 52—1999 水质 河流采样技术指导
 - [6] HJ/T 91.1—2019 污水监测技术规范
 - [7] HJ 168 环境监测 分析方法标准制修订技术导则
 - [8] HJ/T 399—2007 水质 化学需氧量的测定 快速消解分光光度法
 - [9] HJ 535—2009 水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法
 - [10] HJ 636—2012 水质 总氮的测定 碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法
 - [11] HJ 828—2017 水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法
-