

# 团 体 标 准

---

## 水质 硝酸盐氮的测定-流动注射法

Water quality-Determination of nitrate nitrogen Flowinjection analysisy

# 前言

本标准按照 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》的规定编写。

本标准由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本标准起草单位：银川中铁水务集团有限公司、宁夏水润检测技术有限公司、中铁水务集团有限公司、宁夏化学分析测试协会。

本标准主要起草人：杨宏娟、孟红福、何康丽、王旭乾、黄永亮、刘铭、陈浩浩、王庆利、雷岩斌、赵羽、黄永亮、徐宁宁、张任丽、李晓强、汪寅莹、袁廷彦、张彦文、刘欣明、晋雪婷、唐晓宇。

本标准为首次发布。

# 水质 硝酸盐氮的测定-流动注射法

## 1 范围

本文件规定了用流动注射法测定生活饮用水、水源水中的硝酸盐氮。

本文件适用于生活饮用水、水源水中硝酸盐氮的测定。

本方法当进样速率为 50 个/h 时，最低检测质量浓度为 0.012mg/L。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件，凡是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 6682 《分析实验室用水规格和试验方法》。

GB/T 5750.2 生活饮用水标准检验方法 水样的采集与保存

GB/T 5750.3 生活饮用水标准检验方法 水质分析质量控制

## 3 术语和定义

无

## 4 原理

硝酸盐在碱性环境下在铜的催化作用下，被硫酸肼还原成亚硝酸盐，并和对氨基苯磺酰胺及 N-(1-萘基)乙二胺二盐酸(NEDD) 反应生成粉红色化合物在 550nm 波长下检测。加入磷酸是为了降低 pH 值，防止产生氢氧化钙和氢氧化镁。加入锌是为了抑制氧化物和铜的反应。

## 5 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，实验用水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 硝酸盐氮标准品使用有证标准物质溶液[ $\rho=1000\text{mg/L}$ ]。

5.2 硝酸盐氮标准液[ $\rho=100\text{mg/L}$ ]：吸取 10.0mL 硝酸盐氮标准品，用纯水定容至 100mL，0-4℃冷藏保存。

5.3 硝酸盐氮标准使用液[ $\rho=10.0\text{mg/L}$ ]：吸取 10.0mL 硝酸盐氮标准液，用纯水定容至 100mL，0-4℃冷藏保存。

5.4 亚硝酸盐氮标准品使用有证标准物质溶液[ $\rho=1000\text{mg/L}$ ]。

5.5 亚硝酸盐氮标准液[ $\rho=100\text{mg/L}$ ]：吸取 10.0mL 亚硝酸盐氮标准品，用纯水定容至 100mL，0-4℃冷藏保存。

5.6 亚硝酸盐氮标准使用液[ $\rho=10.0\text{mg/L}$ ]：吸取 10.0mL 亚硝酸盐标准液，用纯水定容至 100mL，0-4℃冷藏保存。

5.7 硫酸铜储备液[ $\rho=1000\text{mg/L}$ ]：称取 0.1g 五水硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 溶于水，定容至 100mL，0-4℃冷藏保存。

5.8 硫酸锌储备液[ $\rho=10000\text{mg/L}$ ]：称取 1g 硫酸锌( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )溶于水，定容至 100mL，0-4℃冷藏保存。

#### 5.9 显色剂

称取 5 g 对氨基苯磺酰胺( $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$ )和 0.25 g N-(1-萘基)乙二胺二盐酸(NEDD)，溶于大约 400mL 水中，加入 50 mL 磷酸，纯水定容至 500 mL。

避光保存，每周更新

#### 5.10 氢氧化钠溶液

称取 10 g 氢氧化钠，溶于大约 900mL 水中加入 3 mL 磷酸。加水至 1000 mL，加入 1 mL 聚氧乙烯月桂醚(Brij-35) 20% 溶液。

#### 5.11 硫酸联氨溶液

称取 2 g 硫酸联氨溶解于已加入硫酸铜储备液和硫酸锌储备液各 10 mL 的纯水中定容至 1000 mL。

## 6 仪器和设备

6.1 四通道连续流动分析仪：含自动进样器、化学反应单元、检测单元和数据处理单元。

6.2 天平：感量 0.001 g。

6.4 水性滤膜：孔径为 0.45  $\mu\text{m}$ 。

6.3 一般实验室常用仪器和设备。

## 7 样品

### 7.1 样品采集

应使用聚乙烯或玻璃瓶采集样品，采集后应于 24 h 小时内测试。若不能及时分析，于-20℃下冷冻可保存 7d。

### 7.2 试样制备

上机前使用滤膜(6.4)将样品过滤至样品瓶中。

### 7.3 空白试样制备

以实验用水代替样品，按照 7.2 方法制备空白试样。

## 8 试验步骤



$P_0$  一空白样品硝酸盐氮和亚硝酸盐氮总量, mg/L;

$DF_1$  一硝酸盐氮和亚硝酸盐氮总量稀释倍数;

$P_2$  一样品中亚硝酸盐氮含量, mg/L;

$P_0'$  一空白样品中亚硝酸盐氮含量, mg/L;

$DF_2$  一亚硝酸盐氮稀释倍数。

## 9.2 结果表示

当测定结果小于 1.00 mg/L 时, 保留到小数点后三位。当测定结果大于等于 1.00 mg/L 时, 保留三位有效数字。

## 10 精密度和准确度

### 10.1 精密度

取清洁水, 经试样制备 0.02 mg/L 浓度样品, 连续测定 7 次, 其对应的 RSD 小于 10%。

### 10.2 准确度

取清洁水, 经试样制备分别配置 0.02 mg/L、0.1mg/L、0.8mg/L 的硝酸盐标准样品, 进行加标回收试验, 连续测定 7 次, 其回收率均在 80 %-120 %。

## 11 质量控制

### 11.1 空白试验

每批次 ( $\leq 20$  个) 样品应至少做 2 个实验室空白试验, 空白试验结果应低于方法检出限。

否则应查明原因, 重新分析直至合格之后才能测定样品。

### 11.2 相关性检验

标准曲线的相关系数应  $\geq 0.999$ , 否则应重新绘制标准曲线。

### 11.3 连续校准

每批次 ( $\leq 20$  个) 样品, 应分析一个标准曲线中间点浓度的标准溶液, 其测定结果与标准曲线该点浓度之间的相对误差应  $\leq 10\%$ 。否则, 应重新绘制标准曲线。

### 11.4 精密度控制

每批次 ( $\leq 20$  个) 样品, 应至少测定 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。平行双样测定结果的相对偏差应  $\leq 10\%$ 。

### 11.5 准确度控制

每批次 ( $\leq 20$  个) 样品, 应至少做 1 个加标回收率测定, 实际样品的加标回收率应控制在 80%~120% 之间。