

ICS 13.060.50

CCS Z 16

TB

团体标准

T/ NAIA 0169—2022

水质 氨氮的测定 离子色谱法

Water quality—Determination of ammonia nitrogen— Ion
chromatography

2022-11-22 发布

2022-12-01 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

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》的规定编写。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：银川中铁水务集团有限公司、宁夏计量质量检验检测研究院、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：韩新盛、杨宏娟、宋云、王庆利、赵羽、汪寅莹、徐宁宁、张小飞。

本文件为首次发布。

水质 氨氮的测定 离子色谱法

1 范围

本文件规定了离子色谱法测定生活饮用水及其水源水中的氨氮的方法。

本文件适用于生活饮用水及其水源水中氨氮的测定。

当进样体积为 25 μ L 时，方法检出限为 0.002mg/L，测定下限为 0.008mg/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 5750.3-2006 生活饮用水标准检验方法 水质分析质量控制

GB/T 5750.2-2006 生活饮用水标准检验方法 水样的采集和保存

3 术语和定义

无

4 原理

水中铵离子随甲基磺酸淋洗液进入阳离子交换分离系统（包括保护柱和分析柱），根据离子交换分离机理，利用各离子在分析柱上的亲和力不同进行分离，再经过抑制器对本底的抑制作用，以提高目标物的检测灵敏度。由电导检测器测量氨氮的电导值，经色谱工作站进行数据采集和处理，通过保留时间进行定性，峰高或者峰面积定量。

5 试剂和材料

5.1 氨氮标准品使用有证标准物质溶液[$\rho_N=1000\text{mg/L}$]

5.2 氨氮标准储备液[$\rho_N=100\text{mg/L}$]：吸取 10.0mL 氨氮标准品，用超纯水定容至 100mL，0~4℃冷藏可保存 14 天。

5.3 氨氮标准使用液[$\rho_N=10\text{mg/L}$]：吸取 10.0mL 氨氮标准储备液[$\rho_N=100\text{mg/L}$]，用超纯水定容至 100mL，0-4℃冷藏保存，现用现配。

5.4 辅助气体：高纯氮气[纯度 $\geq 99.999\%$]

5.5 甲基磺酸淋洗液：由甲基磺酸在线淋洗液发生器（或者其他自动产生淋洗液的设备）在线产生或手动配制。

5.6 超纯水：电阻率 $\geq 18.2\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$

5.7 预处理柱 RP 柱或 C18 柱

6 仪器和设备

6.1 离子色谱仪:配有高压泵、甲基磺酸淋洗液发生器、电导检测器、自动进样器、阳离子抑制器等

6.2 阳离子保护柱: CG15A 或同等柱效

6.3 阳离子分离柱: CS15A (4×250mm) 或同等柱效

6.4 0.22 微米微孔滤膜过滤器

6.5 2.5mL 一次性注射器

6.6 一般实验室常用仪器和设备

7 样品

7.1 样品采集

采样容器为棕色螺口玻璃瓶, 纯水清洗后备用。水样采集后 0-4℃冷藏保存, 保存时间为 2d。

7.2 试样制备

7.2.1 对于不含疏水性化合物等干扰物质的清洁水样可进过 0.22 微米微孔滤膜过滤后直接进样测定。

7.2.2 对于含疏水性化合物等干扰物质的水样需用 RP 柱或 C18 柱进行处理再上机测定。

7.3 空白试样制备

以实验用水代替样品, 按照 6.2 方法制备空白试样。

8 试验步骤

8.1 仪器参考条件

8.1.1 流速: 0.9mL/min

8.1.2 进样量: 25μL

8.1.3 柱温: 30℃

8.1.4 池温: 35℃

8.1.5 抑制器电流: 59mA

8.1.6 淋洗液浓度: 20mmol/L

8.2 标准曲线绘制

8.2.1 定量分析中的校准方法: 外标法

8.2.2 标准曲线绘制: 分别准确移取氨氮标准使用液[$\rho_N=10\text{mg/L}$]0mL、0.008mL、0.100mL、

0.200mL、0.500mL、1.000mL、2.000mL 于 7 个 10mL 容量瓶中，超纯水定容至刻度。此标准系列溶液中氨氮的浓度为 0.0mg/L、0.008mg/L、0.100mg/L、0.200mg/L、0.500mg/L、1.000mg/L、2.000mg/L。按其浓度由低到高的顺序一次注入离子色谱仪中，记录保留时间、峰面积或者峰高，以氨氮的峰面积或者峰高对氨氮的浓度绘制标准曲线。

8.2.3 样品分析

待仪器基线稳定后，取处理后的样品注入离子色谱仪中按照 7.2.2 的测定条件进行测定分析，以保留时间定性，峰面积或者峰高定量。

8.2.4 空白试样测定

以试验用水代替样品，按照 8.2.3 相同测定条件及步骤进行测定。

8.2.5 试验数据处理

8.2.5.1 定性分析

氨氮的出峰的保留时间为：4.767min。

8.2.5.2 定量分析

采用二次曲线拟合方程进行定量计算。由色谱工作站计算出二次曲线方程，以标准系列质量浓度（mg/L）为横坐标（X），目标物峰面积值（ $\mu\text{S}\cdot\text{min}$ ）或者峰高（ μS ）为纵坐标（Y），绘制标准曲线。

9 结果计算与表示

9.1 计算结果

样品中氨氮的质量浓度（ ρ ），按照公式（1）计算：

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

式中： ρ —样品中氨氮的质量浓度，mg/L；

A—试样中氨氮的峰面积；

A_0 —实验室空白试样中氨氮的峰面积；

a —回归方程的截距；

b —回归方程的斜率；

f —样品稀释倍数。

9.2 结果表示

当样品含量小于 1mg/L 时，结果保留至小数点后两位；当样品含量大于或等于 1mg/L 时，

结果保留三位有效数字。

10 精密度与准确度

10.1 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过其算术平均值的10%。方法精密度测试结果见附录 B 中的表 1。

10.2 准确度

实验室内对不同类型水样统一基质加标样品进行了测定，加标回收率范围在 80%~120% 之间。方法准确度测试结果见附录 B 中的表 2。

11 质量控制

11.1 空白试验

每批次（ ≤ 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 ≥ 0.999 ，否则应重新绘制标准曲线。

11.3 连续校准

每批次（ ≤ 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（ ≤ 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（ ≤ 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。

附录 A
(资料性附录)

氨氮标准品离子色谱图

氨氮标准品离子色谱图如图 A。

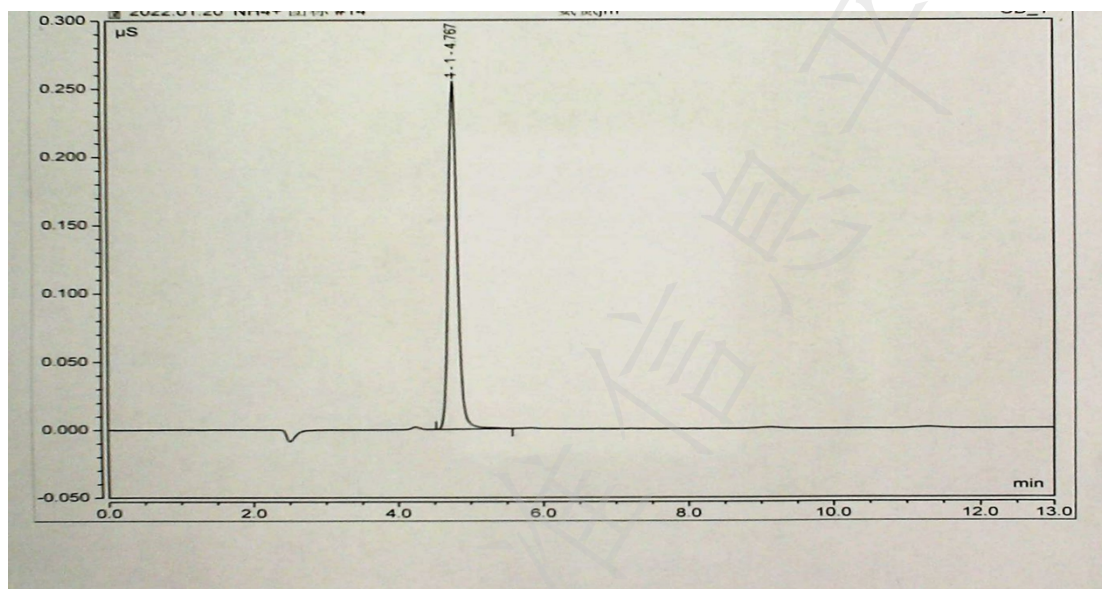


图 A 氨氮标准品离子色谱图

标引序号说明：

1-氨氮：4.767min。

附录 B
(资料性附录)

精密度及准确度试验

B.1 精密度试验

对氨氮标准溶液 $\rho_N=0.05 \text{ mg/L}$ 平行测定 ($n=7$), 将测定结果换算为样品中的浓度或含量, 计算 n 次平行测定的相对标准偏差。方法精密度测试结果如表 1。

表 1 精密度测试结果

单位: mg/L

序 号 化合物名称	1	2	3	4	5	6	7	RSD (%)
N-NH_4^+	0.0494	0.0496	0.0494	0.0493	0.0491	0.0496	0.0493	0.38%

B.2 准确度试验

实验室内对不同类型的水样样品进行了加标测定, 方法准确度测试结果如表 2。

表 2 准确度测试结果

离子名称	样品类型	原样浓度/ (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标回收率/%	RSD (%)
N-NH_4^+	地表水	n. a.	0.05	87.7%	0.0005
	自来水	n. a.	0.05	84.2%	0.0004