

## 参加水中氨氮、挥发酚检测能力验证的体会

莫建芳, 黄闽燕, 陈一军

**摘要:** [目的]通过参加水中氨氮、挥发酚的检测能力验证, 进一步总结经验, 提高水质检测水平。[方法]采用《生活饮用水标准检验方法·无机非金属指标》(GB/T 5750.5—2006)纳氏试剂分光光度法测定氨氮、《生活饮用水标准检验方法·感官现状和物理指标》(GB/T 5750.4—2006)氨基安替吡啉三氯甲烷萃取分光光度法测定挥发酚。以Z比分值来评价和判定检测结果。[结果]本实验室氨氮测定数据实验室间Z比分值(ZB)为0.35, 实验室内Z比分值(ZW)为0.22, 挥发酚测定数据ZB值为-1.12, ZW值为0.54,  $|Z| \leq 2$ , 二项能力验证结果均为满意。[结论]在本次水中氨氮、挥发酚能力验证活动中, 通过采用标准样品进行实验室内部质量控制, 严格按方法要求配制试剂和操作, 用超纯水仪处理实验用水, 控制空白值等关键点, 可以获得满意结果。

**关键词:** 氨氮; 挥发酚; 能力验证

**A Proficiency Test Report of Ammonia and Volatile Phenol in Water** MO Jian-fang, HUANG Min-yan, CHEN Yi-jun (Xihu District Center for Disease Control and Prevention, Hangzhou, Zhejiang 310013, China)

**Abstract:** [Objective] To further improve the water testing capability through a proficiency test of ammonia and volatile phenol in water. [Methods] The level of ammonia was tested by a Nessler spectrophotometry and the level of phenol was tested by a 4-AAP-chloroform extraction spectrophotometry. Z-score was used to evaluate and predicate test results. [Results] In the ammonia test, the Z-score of tests among laboratories (ZB) was 0.35 and the Z-score of tests within the same laboratory (ZW) was 0.22; in the phenol test, ZB was -1.12 and ZW was 0.54. It indicated that both tests met the proficiency requirement (both  $|Z| \leq 2$ ). [Conclusion] The proficiency tests suggestion couple of key issues in laboratory management, such as internal quality control procedure, reagents' preparation and operation, purified water and blank controls.

**Key Words:** ammonia; volatile phenol; proficiency testing

能力验证, 是利用实验室间比对来确定和展示实验室检测能力的活动, 是确保实验室维持较高的检测水平而对其能力进行的考核、监督和确认过程。通过参加能力验证活动, 可以使实验室对其出具数据的可靠性和有效性进行客观评价, 是对实验室内部质量控制程序的一种补充, 为测定结果的可比性提供了一个有效的途径, 同时也为计量认证或实验室认可中技术专家进行的现场评审技术提供了重要依据, 它能保证检测值溯源到国家基准, 提高实验室的市场竞争力。实验室能力验证是国家实验室认可和计量认证的特定要求<sup>[1]</sup>。本实验室每年均要参加多次实验室检测能力验证, 2009年9月参加了由浙江省质量技术监督局组织的水中氨氮、挥发酚检测能力验证活动, 取得了满意的结果, 本文报道该次能力验证的相关结果和体会。

### 1 材料与方法

#### 1.1 检测样品和项目

本次水中氨氮、挥发酚能力验证活动发放的样品为25 mL

[作者简介] 莫建芳(1962—), 女, 学士, 副主任技师; 研究方向: 质量管理和卫生理化检验; E-mail: mjf\_1215@126.com

[作者单位] 杭州市西湖区疾病预防控制中心, 浙江 杭州 310013

安瓿装的浓样, 由浙江省质量技术监督局委托国家环保部标准样品研究所制备。本中心领取的是一组A、B两支不同浓度的25 mL安瓿装的浓样, 检测项目为氨氮和挥发酚, 并要求按作业指导书进行稀释, 结果报告稀释后浓度值。

#### 1.2 仪器和试剂

新锐T6分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司生产); Synergy185超纯水仪(法国Millipore产品); 无氨水和无酚水用纯净水经超纯水仪处理制备; 500 mg/L氨氮标准溶液购于国家环境保护总局标准样品研究所, 临用时用无氨水稀释为10.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 使用液; 500 mg/L酚标准溶液购于国家环保部标准样品研究所, 临用时用无酚水稀释为1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 使用液。其他试剂按国标要求配制。

#### 1.3 检测方法

本次能力验证活动没有对检测方法进行限定, 参加实验室可使用日常检测方法。本实验室采用《纳氏试剂分光光度法》(GB/T 5750.5—2006)<sup>[2]</sup>测定氨氮, 《4-氨基安替吡啉三氯甲烷萃取分光光度法》(GB/T5750.4—2006 4)<sup>[3]</sup>测定挥发酚。

#### 1.4 样品稀释

根据组织方提供的作业指导书进行稀释。对氨氮浓样: 用10 mL洁净干燥移液管准确移取浓样于250 mL容量瓶中, 用无

氨水稀释定容后待测；对挥发酚浓样：用 10 mL 洁净干燥移液管准确移取浓样于 1 000 mL 容量瓶中，用无酚水稀释定容后待测。同时做样品平行与空白试验。

### 1.5 检测结果判定

采用四分位稳健(Robust)统计技术对能力状况进行判断<sup>[4]</sup>。该技术采用中位数估计样本总体均值，用标准化四分位数间距度量样品的分散度，因此该法不受异常值的影响。对每个实验室给出相应的实验室间 Z 比分值(ZB)和实验室内 Z 比分值(ZW)，评价每个参加实验室的检测能力状况。 $|Z| \leq 2$  的结果为满意； $2 < |Z| < 3$  的结果为有问题； $|Z| \geq 3$  的结果为不满意。

## 2 结果

### 2.1 检验能力验证结果

根据浙江省质量技术监督局浙质评函便字[2009]29号《关于印发2009年度水中氨氮、挥发酚检测能力验证结果分析报告的通知》中的统计结果显示，本实验室氨氮测定数据ZB值为0.35，ZW值为0.22，挥发酚测定数据ZB值为-1.12，ZW值为0.54。二个项目的检测结果均 $|Z| \leq 2$ ，说明测定过程系统误差和随机误差都比较小，氨氮和挥发酚结果均为满意，以优异的成绩通过了此次能力验证，见表1。

表1 本实验室水中氨氮、挥发酚测定结果与能力状况

检测项目	检测结果		中位值		ZB	ZW	检测能力状况
	样品A	样品B	样品A	样品B			
氨氮( mg/L )	0.597	0.798	0.594	0.796	0.35	0.22	满意
挥发酚( μg/L )	29.9	49.7	30.3	50.3	-1.12	0.54	满意

### 2.2 参加检验能力验证的体会

参加水中氨氮和挥发酚能力验证活动，是对本实验室检测能力和技术水平的一次检验，能以二个项目结果均为满意的成绩通过此次能力验证，先决条件是严格按照国家相关标准进行测定，控制关键操作点。主要有以下几方面体会：①在样品分析前首先要对仪器进行期间核查，确保仪器能够正常使用；②样品比色所用的比色皿应按照JJG 178—2007进行配套性检查，即在同一光径的比色皿内装蒸馏水于440 nm处，测量各比色皿的透射比值，选择其差值小于0.5%的比色皿<sup>[5]</sup>；③关注所使用试剂的纯度和有效期，如在氨氮测定中，纳氏试剂

应严格按照要求配制，否则会导致显色不稳，影响结果的准确度；挥发酚测定中使用的显色剂和4-氨基安替吡啉发生色变或试剂过期、试剂存放时间过长，都会影响到分析结果；④实验用水最好采用超纯水并经过空白试验合格的无氨水与无酚水，空白值控制在光密度0.010~0.015以下；⑤检测过程所使用到的玻璃器皿须经过严格清洁无污染，防止干扰因素存在；⑥4-氨基安替吡啉三氯甲烷萃取分光光度法测定挥发酚时，缓冲溶液需要使用氨水，因此氨氮和挥发酚两个项目的分析场地须有效隔离；⑦分析时同时带质量控制样品[氨氮标准样品(GSBZ0005—88)、酚标准样品(GSB05—1281—2000)]，以判断结果的准确性。

## 3 讨论

以纳氏试剂分光光度法和4-氨基安替吡啉三氯甲烷萃取分光光度法测定2009年度浙江省能力验证考核样品水中氨氮和挥发酚，用质量控制样品进行实验室内部质量控制，用纯净水经超纯水仪处理后代替无氨水、无酚水，并对测定试剂严格按要求配制，控制空白吸光值等各关键点，获得了满意结果。通过本次检测能力验证，提高了检测人员的业务水平，增加了实验数据的可信度，确保了实验室的检测质量。

## 参考文献：

- [1] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.GB/T 27025—2008. 检测和校准实验室能力的通用要求[S]. 北京：中国标准出版社，2008.
- [2] 中华人民共和国卫生部.GB/T 5750.5—2006 生活饮用水标准检验方法·无机非金属指标[S]. 北京：中国标准出版社，2006.
- [3] 中华人民共和国卫生部.GB/T 5750.4—2006 生活饮用水标准检验方法 感观性状和物理指标[S]. 北京：中国标准出版社，2006.
- [4] 国家质量技术监督局.GB/T 15483.1—1999 利用实验室间比对的能力验证 第1部分：能力验证计划的建立和运作[S]. 北京：中国标准出版社，1999.
- [5] 国家质量监督检验检疫总局.JJG 178—2007 紫外、可见、近红外分光光度计检定规程[S]. 北京：中国计量出版社，2008.

(收稿日期：2010-09-21)

(英文编审：金克峙；编辑：洪琪；校对：徐新春)