



文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總 頁數	7-1/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氨氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

## 水中氨氮檢測標準作業程序

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-2/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氨氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

## 目 錄

標題	頁碼
1.依據及適用範圍	7-3
2.干擾	7-3
3.設備及器材	7-3
4.樣品採樣與保存	7-6
5.檢測步驟	7-7
6.資料及數據處理	7-10
7.品質管制	7-12
8.參考文獻	7-13
附件一、水中氨氮-靛酚比色法檢測方法流程	7-14
附件二、氨氮工作日誌	7-16

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-3/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氮氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

## 1. 依據及適用範圍


本標準操作程序依據中華民國九十二年十月三日環署檢字第 0920072210 號公告水中氮氮檢測方法NIEA W448.50B 靛酚比色法而訂定，建立檢驗室氮氮檢測之依據。本方法適用於飲用水水質、飲用水水源水質、地面水體、地下水、放流水、廢（污）水及海域水質中氮氮之分析。使用光徑 1 cm 樣品槽時，方法偵測極限約 0.01 mg/L。

## 2. 干擾

- 2.1. 樣品中若含有餘氯，會對樣品造成干擾。
- 2.2. 利用檸檬酸鹽（Citrate）可將鈣、鎂離子錯合，可除去此類離子在高 pH 值狀態下產生沉澱所造成的干擾。
- 2.3. 濁度會形成干擾，可藉由蒸餾或過濾去除之。
- 2.4. 如有硫化氫存在時，可以稀鹽酸酸化樣品使 pH 值至 3，然後再以劇烈曝氣，直至硫化物臭味不被偵測到。

## 3. 設備器材及試劑

- 3.1. 分光光度計：在波長  $640 \pm 1$  nm 下，使用光徑 1 cm 或以上之樣品槽。
- 3.2. 蒸餾裝置：準備 1000~2000 mL 平底或圓底玻璃燒瓶，連結至一直立式冷凝裝置，接口處以磨砂口銜接，其出口尖端須浸於酸吸收溶液之液面下；使用全硼矽玻璃裝置或以錫（或鋁）質的管子連接組成的冷凝裝置。
- 3.3. 加熱裝置：一套六孔加熱包可安裝蒸餾裝置。
- 3.4. 分析天平：可精秤至 0.1 mg。
- 3.5. 上皿天平：可精秤至 1.0 mg。
- 3.6. 移液管：各種不同體積。

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-4/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氮氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

3.7. 經校正微量吸管：5.0 mL (10 $\mu$ l) 或 1000 $\mu$ l

3.8. 定量瓶：50 mL、100 mL、500 mL、1000 mL。

3.9. 電磁攪拌器：磁石需是熱絕緣且外裹鐵氟龍。

3.10. pH 計：桌上型

3.11. 三角錐瓶（附蓋或以塑膠或 Paraffin 膜覆蓋）：50 mL。

3.12. 試劑水：實驗室之超純水，水質電阻必須大於 16 M $\Omega$ 。不含氮氮之純水，以其配製試劑、清洗或稀釋樣品，使用前製備，並需時常藉由空白分析來查核試劑水，是否含有氮氮。

3.13. 硫代硫酸鈉溶液（去氯試劑）：使用天平稱取 0.35 g（秤至 0.1mg）硫代硫酸鈉（Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> · 5H<sub>2</sub>O）於 100 mL 定量瓶中，以試劑水稀釋定容至 100 mL 定量瓶。（須每週配製）

3.14. 0.1M 氫氧化鈉溶液：使用移液管取 1 M 氫氧化鈉 10 mL 加試劑水定量到 100 mL 定量瓶。（須使用時配製）

3.15. 0.025M 四硼酸鈉溶液：使用天平稱取 5.0350 g 四硼酸鈉加試劑水定量到 1000 mL 定量瓶，貯存於 PE 瓶中。（保存期限 6 個月）

3.16. 硼酸鹽緩衝溶液：用 100 mL 量筒取 88 mL 0.1 M 氫氧化鈉溶液於 500 mL 0.025 M 四硼酸鈉溶液（Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> 5.0 g/L 或 Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> · 10H<sub>2</sub>O 9.5 g/L）以試劑水稀釋定容至 1 L 定量瓶，貯存於 PE 瓶中。（保存期限 6 個月）

3.17. 氫氧化鈉（Sodium hydroxide）溶液，6 M：使用天平稱取 120 g NaOH 於 400 mL 試劑水燒杯中，並攪拌溶解待冷卻後，稀釋定容至 500 mL 定量瓶，貯存於 PE 瓶中。（保存期限 6 個月）

3.18. 氫氧化鈉溶液，10 M：使用天平稱取 40 g NaOH 於 80 mL 試劑水燒杯中，並攪拌溶解待冷卻後，稀釋定容至 100 mL 定量瓶，貯存於 PE 瓶中。（保存期限 6 個月）。



文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-5/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氮氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

3.19. 氫氧化鈉溶液，1 M：使用天平稱取 4 g NaOH 於 80 mL 試劑水燒杯中，並攪拌溶解待冷卻後，稀釋定容至 100 mL 定量瓶，貯存於 PE 瓶中。(保存期限 6 個月)。

3.20. 硫酸溶液，0.5 M：將 1000 mL 定量瓶中加 800 mL 試劑水用刻度吸管取 25 mL 濃  $H_2SO_4$  緩慢加入定量瓶中稀釋定容至 1 L，貯存於 PE 瓶中。(保存期限 6 個月)

3.21. 硫酸（吸收）溶液，0.02 M：將 1000 mL 定量瓶中加 800 mL 試劑水用刻度吸管取 1 mL 濃  $H_2SO_4$  緩慢加入定量瓶中稀釋定容至 1 L，貯存於 PE 瓶中。(保存期限 6 個月)

3.22. 沸石：以分子篩沸石效果較佳，使用前須於清洗蒸餾裝置時一同清洗。

3.23. 比色分析時所用試劑：


3.23.1. 酚溶液（Phenol solution）：使用刻度吸管取 11.1 mL 液態酚（純度  $\geq 89\%$ ）定量瓶中，以 95 % (V/V) 乙醇（Ethyl alcohol）混合至最終體積 100 mL，貯存於玻璃瓶。(每週配製) 註：當操作酚時，必須在抽風櫃中操作且配戴手套、護眼裝置；在通風良好環境下可減少曝露於此劇毒揮發性物質之危險。

3.23.2. 亞硝鹽鐵氰化鈉（Sodium nitroprusside）溶液，0.5 % (W/V)：使用天平稱取 0.5 g 亞硝鹽鐵氰化鈉於 100 mL 定量瓶中加入試劑水溶解，稀釋定容至 100 mL。貯存於棕色瓶。(保存期限 1 個月)

3.23.3. 鹼性檸檬酸鹽溶液（Alkaline citrate solution）：使用天平稱取 200 g 檸檬酸三鈉鹽（Trisodium citrate）和 10 g 氫氧化鈉於 1000 mL 燒杯中加入試劑水溶解，再稀釋定容至 1 L 定量瓶，貯存於玻璃瓶或 PE 瓶。(保存期限 6 個月)

3.23.4. 次氯酸鈉（Sodium hypochlorite）約 5 %，可購買市售溶液，使用前適當稀釋。當溶液開封，會慢慢分解。(大約每二個月更換一次，建議購買小瓶裝)



文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-6/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氮氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

3.23.5. 氧化劑溶液 (Oxidizing solution)：使用移液管取 25 mL 次氯酸鈉和 100 mL 鹼性檸檬酸鹽溶液混合於燒杯中。(使用前配製)

3.24. 氮氮儲備溶液 (Ammonium stock standard)：使用天平稱取約 5 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  於稱量平中放入烘箱溫度  $105^\circ\text{C}$  乾燥 2 小時，取出移置乾燥器中待冷卻後，使用天平稱取 3.819 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  於 1000 mL 定量瓶中加試劑水溶解，並稀釋定容至 1000 mL (此溶液  $1.00\text{ mL} = 1.00\text{ mg N} = 1.22\text{ mg NH}_3$ )。(保存期限 6 個月)

3.25. 10.00 mg/L 氮氮標準中間溶液：使用移液管取 1000 mg/L 氮氮儲備溶液 10.0 mL，至 1000 mL 量瓶內加試劑水，稀釋定容至刻度。(使用前配製)

3.26. 1.00 mg/L 氮氮標準溶液：使用移液管取 10.00 mg/L 氮氮中間溶液 10.0 mL，至 100 mL 量瓶內加試劑水，稀釋定容至刻度。(使用前配製)。

3.27. 氮氮查核儲備溶液：取 3.819 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  (與氮氮儲備溶液使用的  $\text{NH}_4\text{Cl}$  不同來源) (預先於  $105^\circ\text{C}$  乾燥) 溶解於試劑水中，並稀釋至 1000 mL (此溶液  $1.00\text{ mL} = 1.00\text{ mg N} = 1.22\text{ mg NH}_3$ ) (保存期限 6 個月)。或購買市售  $\text{NH}_4$  1000mg/L,  $\text{N}=778\text{ mg/L}$ 。

3.28. 氮氮查核中間溶液：取 1000 mg/L 氮氮查核儲備溶液 5.0 mL，至 500 mL 量瓶內，稀釋至刻度 ( $1.00\text{ mL} = 10.00\text{ mg N}$ ) 或取市售  $\text{NH}_4$  1000mg/L 氮氮查核儲備溶液 5.0 mL，至 500 mL 量瓶內，稀釋至刻度 ( $1.00\text{ mL} = 7.78\text{ mg N}$ )。(使用前配製)

3.29. 量筒：20 及 25 mL

3.30. 濾紙：what man 42

#### 4. 樣品採樣與保存

4.1. 採樣：使用清潔並經試劑水清洗過之塑膠瓶或玻璃瓶。在取樣前，採樣瓶可用擬採集之水樣洗滌二至三次。如果樣品中含有餘氯，則採樣時應立即添加適量的硫代硫酸鈉溶液 (去氯試劑) 處理 (添加量請在 500 mL 水樣中，使用 1 mL 硫代硫酸鈉溶液，可去除 1 mg/L 餘氯)。

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-7/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氨氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

4.2. 保存：樣品之運送及保存須在 4℃ 以下暗處冷藏，並於 24 小時內檢測。若樣品為含有機性及含氮性物質高的樣品或需保存較長時間之樣品，採樣後應加入適量（勿過量）的濃硫酸，調整 pH 值至恰小於 2，在此條件下樣品可保存七天。

## 5. 檢測步驟

### 5.1. 準備樣品

自樣品冷藏櫃中取用所需樣品回溫(填寫樣品取用)，剩餘樣品交回冷藏櫃。

### 5.2. 蒸餾設備的清洗準備：

5.2.1 若樣品為廢污水、有干擾物出現或需高準確度之飲用水等樣品檢測時，則應執行蒸餾步驟，但如果樣品為經常檢測之相同基質來源水樣，必須先執行至少一至二批該類樣品之蒸餾與不蒸餾的同步驗證檢測，其結果必須在可接受之範圍（相對差異比小於 15%，且未蒸餾樣品檢測的添加回收率介於 85 至 115%之內），並留有紀錄，以證明或支持以後該來源樣品可不執行前處理蒸餾，否則皆應執行樣品之前處理蒸餾步驟。

5.2.2 取 500 mL 試劑水於燒杯中，以 20 mL 量筒取硼酸鹽緩衝溶液加入 燒杯中，利用 pH 計以 6 M 氫氧化鈉溶液調整 pH 至 9.5 後，移入 1000 mL 蒸餾燒瓶中，加數粒沸石，加熱蒸餾直至蒸出液無氨氮為止（以呈色試劑測試無顏色反應）。將蒸餾裝置的連接裝配移開，保留沸石於蒸餾瓶中，倒出殘留溶液，捨棄之。直至樣品開始蒸餾前，須避免污染。

### 5.3. 品管樣品配製

#### 5.3.1 查核樣品配製

查核樣品：以移液管吸取 $\text{NH}_3\text{-N}$ (10mg/L)查核中間液 25mL→試劑水稀釋 500 mL( $\text{NH}_3\text{-N}$ = 0.500 mg/L)。或取市售 7.78 mg/L N 查核中間液 30 mL→試劑水稀釋 500 mL( $\text{NH}_3\text{-N}$ = 0.467mg/L)。



文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-8/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氨氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

### 5.3.2 空白樣品

分析時取試劑水代替樣品

### 5.3.3 添加樣品配製


以移液管或微量吸管吸取NH<sub>3</sub>-N 儲備溶液或中間溶液+樣品

樣品濃度 mg/L	添加方式 1	上機前稀釋倍數	添加方式 2	上機前稀釋倍數
ND~0.1 mg/L	以移液管吸取 10 mg/L NH <sub>3</sub> -N 5 mL+500 mL 樣品	1	---	--
0.1mg/L~0.5mg/L	以微量吸管吸取 1000 mg/L NH <sub>3</sub> -N 0.25 mL+500 mL樣品	2	---	--
0.5mg/L~2.5mg/L	以微量吸管吸取 1000 mg/L NH <sub>3</sub> -N 1.25 mL+500mL樣品	10	以微量吸管吸取 1000 mg/L NH <sub>3</sub> -N 0.25 mL+100mL樣品（樣品取 100 mL蒸餾時）	2
>2.5mg/L	依比例添加，使添加量為樣品量 1~5 倍	視濃度調整		--

## 5.4. 樣品之蒸餾

5.4.1 樣品的準備：於經蒸餾設備的清洗準備之蒸餾瓶中，視樣品濃度，以 500 mL 量瓶取 500 mL 已去氯樣品加入，或以適當量量瓶或移液管取適當量樣品以試劑水稀釋至 500 mL，當氨氮含量低於 0.1 mg/L 時，樣品體積宜使用 700~800 mL（在收集樣品時，應加入等量的硫代硫酸鈉溶液以去除餘氯）。如果需要，以稀釋的硫酸或氫氧化鈉溶液，以試紙測試調整 pH 值至 7 左右。準備好的樣品，再添加 25 mL 硼酸鹽緩衝溶液，然後利用



文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-9/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氨氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

pH 計以 6 M 氫氧化鈉溶液調整 pH 值至 9.5(小心電極勿打破)。(蒸餾瓶以寶麗龍模型盒承載固定)。

5.4.2 樣品蒸餾：以每分鐘 6 至 10 mL 速率蒸餾，收集氨蒸餾液至放 50 mL 0.02 M 的硫酸（吸收）溶液之 500 mL 三角燒瓶；保持蒸出液滴出口在硫酸（吸收）溶液之液面下 2 公分；收集蒸餾液至少 200 mL(液面 250mL) 於氨蒸餾液的接收容器內，再將蒸餾裝置的輸送管末端離開吸收溶液面，不再與其接觸，然後繼續蒸餾數分鐘，以洗滌冷凝器及輸送管線至蒸餾液約 300 mL。

5.4.3 樣品定量：收集蒸餾液移入 500 mL 量瓶，再以試劑水稀釋定量至 500 mL，混合均勻。

## 5.5. 檢量線配製

5.5.1 以下列方式配製或適當系列(0.01~1.0 mg/L) 配製；分別以移液管取  $\text{NH}_3\text{-N}$ (1.0 mg/L) 0、1.0、3.0、6.0 mL，別置於 50 mL 量瓶中，並以試劑水稀釋至刻度混合均勻，此時標準濃度為：0、0.02、0.06、0.12 mg/L。

5.5.2 再分別以移液管取  $\text{NH}_3\text{-N}$ (10 mg/L) 2.5、4.0、5.0 mL，分別置於 50 mL 量瓶中，並以試劑水稀釋至刻度混合均勻，此時標準濃度為 0.5、0.8、1.0 mg/L。

5.5.3 檢量線配製濃度分別為：0、0.02、0.06、0.12 及 0.5、0.8、1.0 mg/L。

5.5.4 檢量線確認配製：以移液管取  $\text{NH}_3\text{-N}$  查核中間液(10 mg/L) 2.5 mL 或(7.78 mg/L) 3.0 mL，置於 50 mL 量瓶中，並以試劑水稀釋至刻度混合均勻，此時標準濃度為 0.5 或 0.467 mg/L。

5.5.5 以 25 mL 移液管取上述檢量線配製標準溶液與檢量線確認配製標準溶液各 25.0 mL 於 50 mL 三角錐瓶（附蓋或以塑膠或 Paraffin 膜覆蓋），以微量吸管或 1 mL 移液管依次滴加 1.0 mL 酚溶液混合均勻，以微量吸管或 1 mL 移液管加 1.0 mL 亞硝鹽鐵氰化鈉溶液混合均勻，再以微量吸管或 2.5 mL 移液管加 2.5 mL 氧化劑溶液。靜置室溫暗處下，至少 1 小時，此顏色可穩定 24 小時。



文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-10/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氨氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

## 5.6. 樣品的檢測

5.6.1 若採樣時樣品已經加酸保存，且樣品未經蒸餾前處理時，則先取適量樣品，調整其 pH 值至 7 以上（注意勿過分稀釋水樣），並過濾樣品（以避免干擾）。

5.6.2 取上述 25.0 mL 樣品或經蒸餾前處理之蒸出液，以微量吸管或 1 mL 移液管依次滴加 1.0 mL 酚溶液混合均勻，加 1.0 mL 亞硝鹽鐵氰化鈉溶液混合均勻，再以微量吸管或 2.5 mL 移液管加 2.5 mL 氧化劑溶液。靜置室溫暗處下，至少 1 小時，此顏色可穩定 24 小時。

## 5.7. 上機

5.7.1 紫外光可見光光譜儀依儀器程序操作開機、設定條件及波長 640 nm。

5.7.2 依儀器程序規定作樣品槽配對。

5.7.3 以檢量線空白歸零。

5.7.4 依上機程序製作檢量線，繪製 X 軸氨氮含量(mg/L)與 Y 軸吸光度之檢量線，確定  $r \geq 0.995$ 。


5.7.5 讀檢量線確認標準溶液，由檢量線求得氨氮濃度，確定相對誤差值在  $\pm 15\%$  以內。

5.7.6 讀空白、品管查核、樣品、重覆、添加，由檢量線求得氨氮濃度，每 10 個樣品應以檢量線中間濃度如 0.5 mg/L 做一次檢量線查核。

5.7.7 最後以檢量線中間濃度如 0.5 mg/L 作檢量線查核。

## 6. 資料及數據處理

6.1. 工作日誌填寫：包括檢測日期、工作內容摘要、樣品編號、檢測項目、檢測方法與相關標準作業程序、使用試劑、檢測相關品管措施、檢測數據、計算過程、檢測結果、其他事項如樣品外觀、異常之檢測過程。

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-11/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氨氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

6.2. 填寫水中氨氮檢測紀錄表(TS-07-01)。

6.3. 數據處理：由樣品溶液測得之吸光度，代入檢量線可求得溶液中氨氮的濃度 (mg / L)，再依下式計算樣品中氨氮的濃度

$$A = A' \times F$$

A：樣品中氨氮的濃度 (mg / L)。

A'：由檢量線求得樣品溶液中氨氮的濃度 (mg / L)。

F：稀釋倍數。

6.4. 品管計算：

$$6.4.1. \text{檢量線確認相對誤差值}\% = \frac{\text{測定濃度} - \text{已知標準液濃度}}{\text{已知標準液濃度}} \times 100\%$$


$$6.4.2. \text{重覆分析差異百分比 } R\% = \frac{|\text{分析值} - \text{重覆值}|}{\frac{1}{2} \times (\text{分析值} + \text{重覆值})} \times 100\%$$

$$6.4.3. \text{查核分析回收率 } r\% = \frac{\text{測定濃度}}{\text{已知標準液濃度}} \times 100\%$$

$$6.4.4. \text{添加分析回收率 } P\% = \frac{(\text{添加後濃度}(\text{mg/L}) - \text{樣品濃度}(\text{mg/L}))}{\text{添加標準品}(\text{mg/L})} \times 100\%$$

6.5. 報告位數：最小表示位數至小數點二位，最多有效位數三位；採用四捨六入，五後面為 0 或沒有數據時成雙，五後面有 0 以外之數據時進一位。如：

分析值 (mg / L)	報告值 (mg / L)
0.452	→ 0.45
13.84	→ 13.8
0.008	→ ND<0.01
假設 MDL=0.01	

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-12/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氮氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

## 7. 品質管制

7.1. 檢量線製作：製備檢量線時，應包含 5 種不同濃度之標準溶液，其線性相關係數  $r \geq 0.995$ 。

7.2. 檢量線確認：作檢量線後須作檢量線確認；其相對誤差值應為  $\pm 15\%$  以內。

7.3. 檢驗室空白樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少應執行一個空白樣品分析：

7.3.1. 於分析過程中須與樣品同時進行。

7.3.2. 空白值可接受範圍標準應  $< 2$  倍 MDL。

7.4. 查核樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少應執行一個查核樣品分析。

7.4.1. 查核樣品須與樣品分析同樣條件進行。

7.4.2. 回收率% 應落在實驗室自訂管制範圍內。

7.5. 重複分析：每批次或每 10 個樣品至少應執行一個重複樣品分析。

7.5.1. 樣品濃度  $< 3.3$  倍 MDL 時免作重複樣品，但需作重複添加；重複樣品與樣品添加重複須與樣品分析同樣條件進行，重複樣品與樣品添加重複僅計算差異百分比不做平均。


7.5.2. 差異百分比值 R 應落在實驗室自訂之管制範圍內。

7.6. 添加樣品分析：每批次或每 10 個樣品至少應執行一個添加標準品分析。

7.6.1. 添加樣品須與樣品分析同樣條件進行。

7.6.2. 添加回收率% 應落在實驗室自訂管制範圍內(85~115%)。


7.7. 檢量線查核：每批次或每 10 個樣品至少應執行一個檢量線查核分析；其相對誤差應為  $\pm 15\%$  以內。

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-13/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氨氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

7.8. 方法偵測極限每年至少做一次。

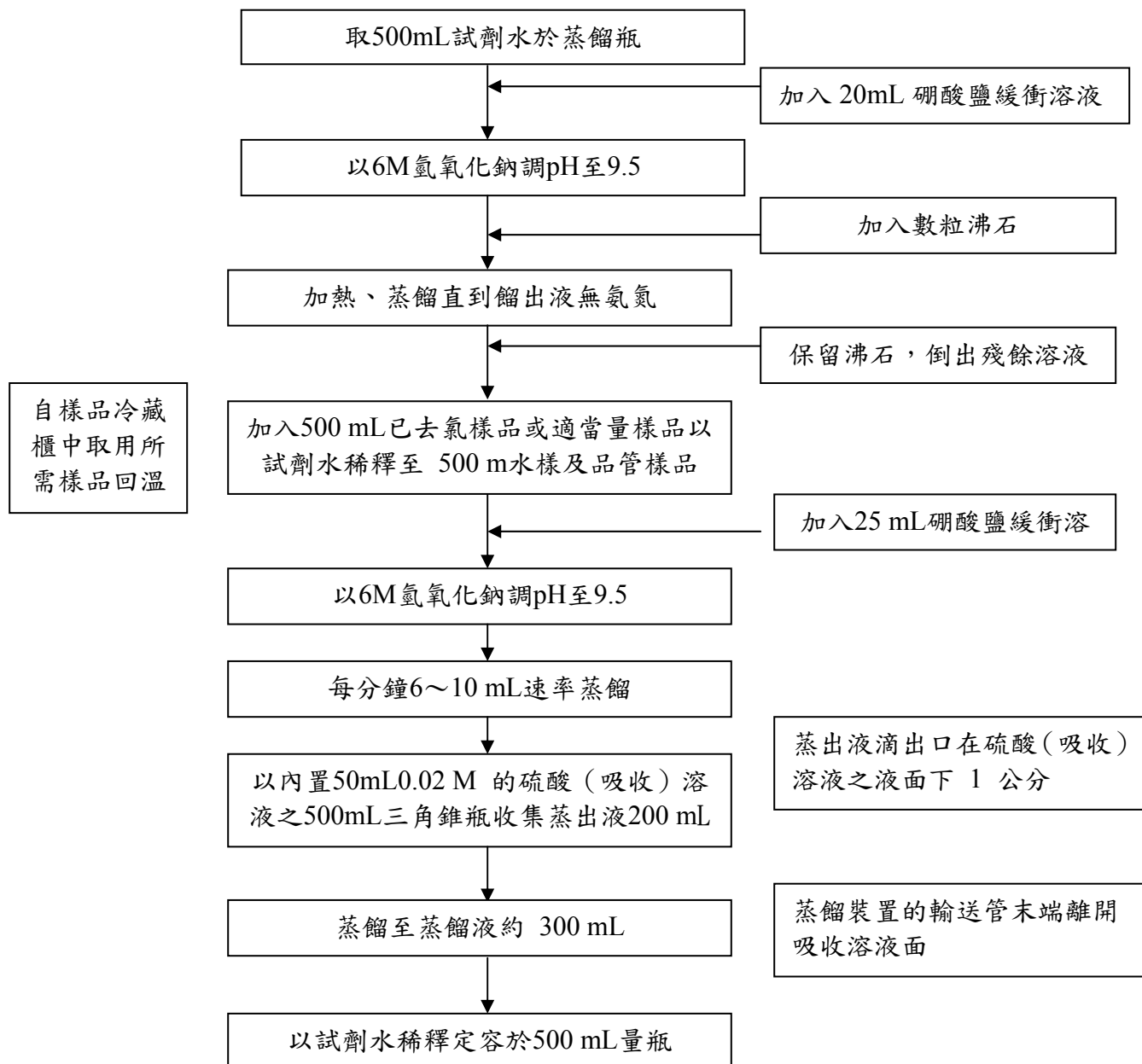
## 8. 參考文獻


- 8.1. 行政院環境保護署，水中六價鉻檢測方法 NIEA W410.50A—比色法檢測方法。2002
- 8.2. 行政院環境保護署，環境檢驗室品管分析執行指引(NIEA PA104)。2003
- 8.3. 行政院環境保護署環檢所，環境檢驗檢量線製備及查核指引 NIEA-PA103，2004。

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-14/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氨氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

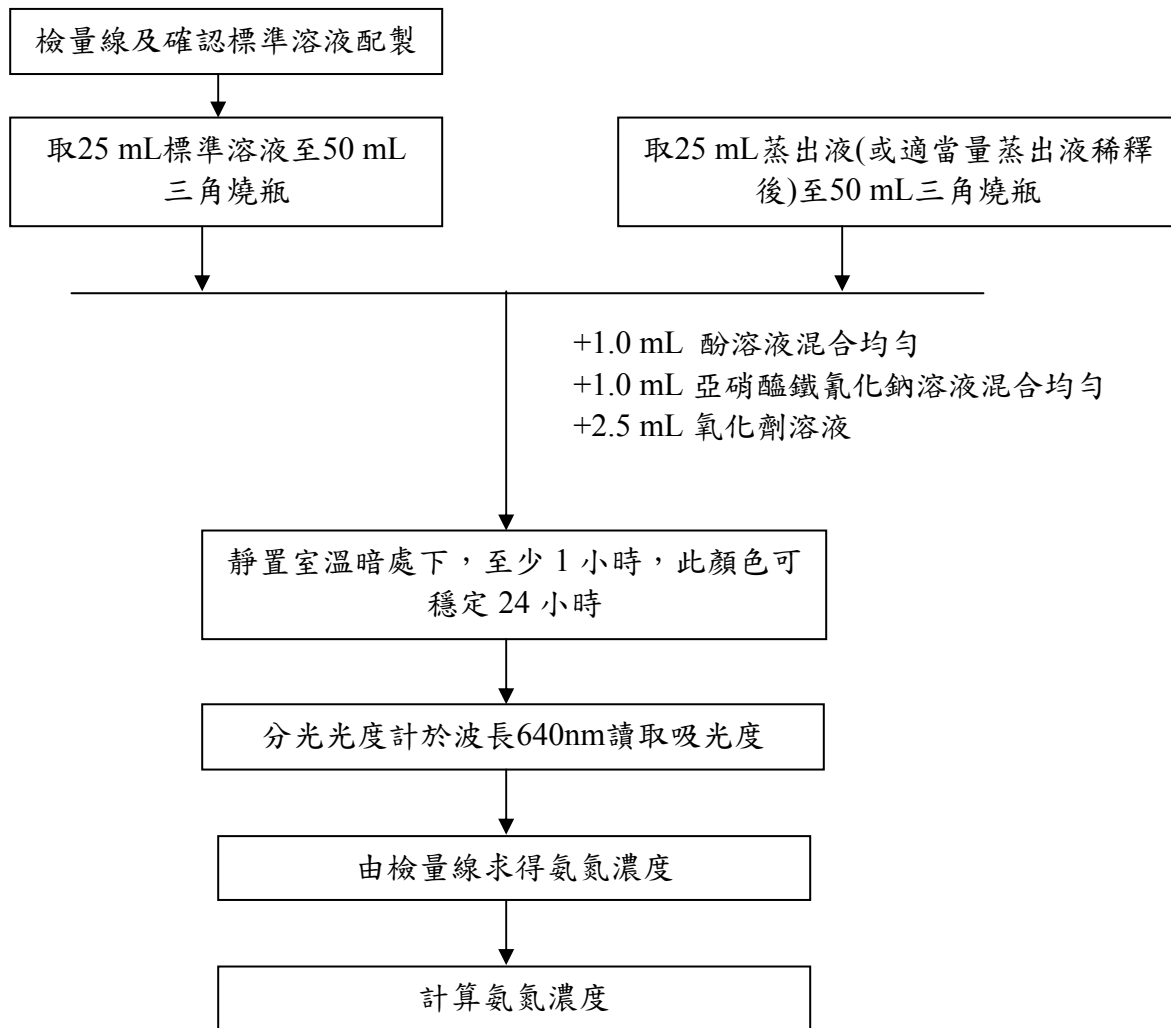
## 附件一、水中氨氮測定方法靛酚比色法檢驗方法流程


### 蒸餾



文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-15/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氨氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

## 檢測



文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-16/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氨氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

## 附件二、工作日誌


### 氨氮檢測

一、分析方法：NIEA W448.50B

二、設備與試劑：

- 1 設備詳見水中氨氮檢測標準作業程序.(S-07-00)
- 2 試劑水：去離子蒸餾水。
- 3 硼酸鹽緩衝溶液：試
- 4 硫酸（吸收）溶液 0.02M：試
- 5 氫氧化鈉溶液，6M：試
- 6 氨氮儲備溶液，1000 mg/L：標
- 7 酚溶液（Phenol solution）：☐取 11.1 mL 液態酚（純度  $\geq 89\%$ ）(P ) 以 95 % (V / V) 乙醇(E )（Ethyl alcohol）混合至最終體積 100 mL。☐試
- 8 亞硝鹽鐵氰化鈉（Sodium nitroprusside）溶液，0.5 %（W / V）：☐試 ☐溶解 0.5 g 亞硝鹽鐵氰化鈉(S ) ( )於 100 mL 試劑水。貯存於棕色瓶。
- 9 鹼性檸檬酸鹽溶液（Alkaline citrate solution）：試
- 10 次氯酸鈉（ Sodium hypochlorite）約 5 %：使用前適當稀釋。☐ 取 \_\_\_\_mL 次氯酸鈉（純度 \_\_\_\_ %）(S ) 以試劑水稀釋至最終體積 \_\_\_\_ mL
- 11 氧化劑溶液（Oxidizing solution）：以 25 mL 5 %次氯酸鈉和 100 mL 鹼性檸檬酸鹽溶液混合。(使用前配製)。
- 12 沸石
- 13 氨氮查核儲備溶液：☐NH<sub>4</sub><sup>+</sup> 1000 mg/L( NH<sub>3</sub>-N= \_\_\_\_ mg/L )A ☐NH<sub>3</sub>-N 1000 mg/L 標
- 14 硫酸溶液，0.5 M：試
1. 15 氫氧化鈉溶液，1 M：試

三、品管樣品配製：

文件類別	灌溉水質複驗技術手冊	文件編號	S-07-00	頁次/總頁數	7-17/17
		增/修定日期	94.08.25		
文件名稱	水中氨氮檢測標準作業程序	撰寫單位	農業工程研究中心	版次	1.1
		審查核准單位	 行政院農業委員會		

#### 1.檢量線配製

(1)分別以移液管取 $\text{NH}_3\text{-N}$ (1.0 mg/L)\_\_\_\_\_ mL，別置於 50 mL量瓶中，並以試劑水稀釋至刻度混合均勻，此時標準濃度為：\_\_\_\_\_ mg/L

(2)再分別以移液管取 $\text{NH}_3\text{-N}$ (10 mg/L) \_\_\_\_\_ mL，分別置於 50 mL量瓶中，並以試劑水稀釋至刻度混合均勻，此時標準濃度為 \_\_\_\_\_mg/L

#### 2.檢量線確認配製

(1)以移液管取 $\text{NH}_3\text{-N}$ 查核儲備溶液( \_\_\_\_\_ mg/L) \_\_\_\_\_ mL，置於 500 mL量瓶中，並以試劑水稀釋至刻度混合均勻，此時標準濃度為\_\_\_\_\_mg/L。

(2)以移液管取(1) $\text{NH}_3\text{-N}$ 查核中間液( \_\_\_\_\_ mg/L) \_\_\_\_\_ mL，置於 50 mL量瓶中，並以試劑水稀釋至刻度混合均勻，此時標準濃度為\_\_\_\_\_mg/L。

3 空白樣品分析：取試劑水\_\_\_\_\_mL。

4.查核樣品分析：查\_\_\_\_\_，其濃度=\_\_\_\_\_mg/L。

5.添加樣品分析：

取 \_\_\_\_\_ mL，以試劑水稀釋定量到 500mL+氨氮標準溶液 mg/L\_\_\_\_\_m L 其添加濃度 \_\_\_\_\_mg/L。

四、分析步驟：詳見水中氨氮檢測標準作業程序.(S-07-00)

五、分析數據

實驗編號	樣品編號	原取量	最終體積	分取體積	定量體積	其他
------	------	-----	------	------	------	----

