

海水中痕量硝酸盐的测定  
流动分析-镉柱还原-重氮偶联-长光程分光光度法  
(编制说明)

厦门大学  
2021年7月

# 目 录

一、制定标准的背景、目的和意义 .....	1
二、工作简况.....	1
1、任务来源、标准负责起草和参加起草单位 .....	1
2、主要工作过程 .....	2
3、标准主要起草人及其所做的工作.....	4
三、标准编制原则和确定标准主要内容（如技术指标、参数、公式、性能要求、 试验方法、检验规则等）的论据（含试验、统计数据） .....	5
1、标准编制原则 .....	5
2、确定标准主要内容的依据 .....	5
四、主要试验（或验证）的分析、综述，技术经济论证，预期的经济效果.....	18
1、主要试验（或验证）的分析、综述.....	18
2、预期的经济效果 .....	18
五、与有关现行法律、法规和标准的关系 .....	19
六、标准作为推荐性行业标准的建议 .....	19
七、贯彻该标准的要求和措施建议 .....	19
八、其他应予说明的事项 .....	20

## 一、制定标准的背景、目的和意义

氮循环是海洋生物化学过程的重要循环之一。海洋中氮的存在形态多样，且各种形态之间可相互转化。溶解无机氮主要包括铵盐、硝酸盐和亚硝酸盐。其中，硝酸盐是海洋表层海水中溶解无机氮的主要存在形态，对海洋氮循环和生态环境等问题的研究具有重要意义。然而，在开阔大洋表层海水中的硝酸盐浓度很低，在寡营养海区甚至仅为 nmol/L。获取海水中的硝酸盐浓度的高通量数据，是大洋调查和海洋环境保护的需要，也是海洋生物地球化学研究的需要。为准确获取数据，除了拥有灵敏、可靠的分析方法，标准化指导性技术文件是必不可少的。

目前，国内外已有的海水硝酸盐的标准分析方法能有效分析海水中常量浓度的硝酸盐，但是无法满足痕量硝酸盐的测定需求。而国内外海水痕量硝酸盐的测定方法均为研究性方法，我国尚无痕量硝酸盐测定的国家标准或行业标准，国外亦无类似的标准。由厦门大学与自然资源部第三海洋研究所自主研发的基于流动分析-镉柱还原-重氮偶联-长光程分光光度法测定海水痕量硝酸盐的分析方法，检出限达到 nmol/L 级别。该方法多年来历经研发团队实验室和多个航次的反复验证与应用，也已被我国若干涉海研究单位采用。因此，本项目旨在该成熟研究性方法的基础上，制定海水中痕量硝酸盐测定的标准分析方法。该标准将为我国的深远海营养盐调查研究提供可靠的方法及规范，满足国内诸多涉海单位对痕量硝酸盐的测定需求，为正在走向深远海的中国海洋科学调查，尤其是科考船队，提供海洋观测技术支撑，推动海洋事业的发展。

## 二、工作简况

### 1、任务来源、标准负责起草和参加起草单位

该标准制定项目来源于自然资源部。2018年9月，自然资源部发布《自然资源部办公厅关于印发2018年自然资源（海洋领域）标准制修订工作计划的通知》（自然资办发[2018]26号），其中，明确指出“为贯彻落实党的十九大精神，围绕自然资源部新职能，落实部党组关于标准化工作的新要求，按照《海洋标准化管理办法》（国海规范[2016]4号）和原国家海洋局2018年度标准化工作安排，部组织制定了《2018年自然资源（海洋领域）标准制修订工作计划》，共157项

行业标准制修订计划项目。”这些项目中，包括《海水中痕量硝酸盐的测定流动分析-镉柱还原-重氮偶联-长光程分光光度法》（项目编号：2018100112-T）。该标准由厦门大学负责起草，自然资源部第三海洋研究所参与该标准的起草工作。

## 2、主要工作过程

作为本标准的负责起草单位，厦门大学自 2018 年 9 月接到自然资源部关于《2018 年自然资源（海洋领域）标准制修订工作计划》的通知后，即积极联系本标准参与起草单位，成立标准编制工作组，制定工作实施方案，并开展标准草案撰写、方法验证试验、审查意见稿撰写等相关工作，主要工作过程如下：

### (1) 起草阶段：

- (a) 2017 年 11 月，收到自然资源部（原国家海洋局）下发文件《国家海洋局关于组织申报 2018 年度海洋国家标准和行业标准制修订计划项目立项的通知》（国海科字[2017]542 号），根据文件中《2018 年度海洋标准项目重点需求表》和《2018 年度海洋标准项目申报要求》，厦门大学联合自然资源部第三海洋研究所相关人员，讨论本标准项目制定的可行性和工作方案。
- (b) 2017 年 12 月，由厦门大学提出制定本标准的项目申请，填写海洋标准项目申报材料并报送全国海洋标准化技术委员会。初步确定了工作任务内容，明确负责起草单位和参加单位，成立标准编制工作组，确定主要起草人员、编写思路和任务分工。
- (c) 2018 年 1 月至 3 月，标准编制工作组着手本标准草案的起草工作，经多轮讨论，确定了标准草案初稿，并提交至全国海洋标准化技术委员会海洋调查技术与方法分技术委员会进行形式审查。
- (d) 2018 年 4 月，收到全国海洋标准化技术委员会海洋调查技术与方法分技术委员会发来的形式审查意见，并按照审查意见修改标准草案初稿，再次提交至海洋调查技术与方法分技术委员会进行技术审查。
- (e) 2018 年 5 月，在杭州参加由全国海洋标准化技术委员会海洋调查技术与方法分技术委员会组织的“2018 年度标准立项审查会议”，并由项目负责人进行现场答辩。

- (f) 2018 年 9 月，收到自然资源部发布的《自然资源部办公厅关于印发 2018 年自然资源（海洋领域）标准制修订工作计划的通知》（自然资办发[2018]26 号），确定本标准制定项目获得立项。标准编制工作组立即确定详细工作方案并着手标准起草工作。
- (g) 2019 年 3 月，开展方法互校和方法验证工作。组织了包括厦门大学、自然资源部第三海洋研究所、自然资源部第二海洋研究所、国家海洋局北海环境监测中心、福建海洋研究所、中国海洋大学和国家海洋局厦门海洋预报台等在内的 7 家单位，联合开展方法互校实验。
- (h) 2019 年 6 月，完成互校实验的数据处理及格式修改，收回 7 家单位的互校实验报告。
- (i) 2019 年 7 月至 2020 年 6 月，经过标准编制工作组的反复讨论和修改，完成标准审查意见稿的撰写。
- (j) 2020 年 6 月，在厦门召开内部评审会，邀请专家对标准审查稿进行审议。标准编制工作组根据专家意见，对标准格式和文字表述做了详细修改，确定本标准审查意见稿。
- (2) 征求意见阶段
- (a) 2020 年 10 月，将修改确认后的标准征求意见稿及相关材料提交全国海洋标准化技术委员会海洋调查观测监测分技术委员会。
- (b) 2020 年 10 月，全国海洋标准化技术委员会海洋调查技术与方法分技术委员会将征求意见稿公开征求意见。征求意见截止时间为 2020 年 11 月 14 日。
- (c) 2020 年 11 月，共收到 20 家单位的征求意见反馈材料。标准编制工作组立即根据各单位反馈意见展开讨论和修改工作，确定标准送审稿。具体反馈意见汇总如下：征求意见时间为 2020 年 10 月 14 日-2020 年 11 月 14 日，发送“征求意见稿”的单位数：20 个。收到“征求意见稿”后，回函的单位数：20 个；回函并有建议或意见的单位数：10 个（具体名单：国家海洋环境监测中心、国家海洋局北海海洋环境监测中心站、中国水产科学研究院南海水产研究所、自然资源部第二海洋研究所、中国科学院海洋研究所、自然资源部第一海洋研究所、中国科学院烟台海岸带研究所、国家海洋局

北海环境监测中心、中国海洋大学环境科学与工程学院、中国科学院南海海洋研究所)；没有回函的单位数：0 个；收集修改意见共 36 条，采纳 23 条，未采纳 10 条，部分采纳 3 条。

(3) 审查阶段

(a) 2021 年 1 月，召开内部专家评审会，对修改后的标准送审稿进行审核。将修改确认后的标准送审稿及相关材料提交全国海洋标准化技术委员会海洋调查观测监测分技术委员会。

(b) 2021 年 5 月 15-16 日，由全国海洋标准化技术委员会海洋调查观测监测分技术委员会组织在厦门召开了“《海水中痕量硝酸盐的测定 流动分析-镉柱还原-重氮偶联-长光程分光光度法》等行业标准审查会”，会议由来自自然资源部第二海洋研究所、国家海洋标准计量中心、国家海洋局东海环境监测中心、厦门大学、自然资源部北海局、自然资源部第三海洋研究所、福建海洋研究所、福建省水产研究所、国家海洋局北海环境监测中心等单位的 9 名专家组成专家组。专家组一致同意该标准通过审查，并提出审查修改意见共 14 条，项目组全部采纳。

(c) 2021 年 6 月-7 月，项目组根据审查会议专家提出的修改意见，标准编制工作组立即着手海水硝酸盐样品保存时间的考察实验和相关文件修订工作。

(4) 报批阶段：

2021 年 7 月，标准编制工作组将修改确认后的标准报批稿及相关材料提交全国海洋标准化技术委员会海洋调查观测监测分技术委员会。

### 3、标准主要起草人及其所做的工作

本标准主要起草人及分工介绍如下：

姓名	单位	分工内容
黄勇明	厦门大学	负责标准撰写、组织项目实施
袁东星	厦门大学	技术总负责，质量把关，标准修改
李权龙	自然资源部第三海洋研究所	组织方法互校，参与标准文件编制
张元标	自然资源部第三海洋研究所	协助方法互校，参与标准文件编制
黄舒元	自然资源部第三海洋研究所	参与方法互校和标准文件编制

### 三、标准编制原则和确定标准主要内容（如技术指标、参数、公式、性能要求、试验方法、检验规则等）的论据（含试验、统计数据）

#### 1、标准编制原则

本标准按照《中华人民共和国标准化法》和《自然资源标准化管理办法》等相关规定起草，遵循适用性、协调性、先进性原则，编制依据包括：

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。

GB/T 20001.1-2015 标准编写规则 第1部分：术语。

GB/T 20001.4-2015 标准编写规则 第4部分：试验方法标准。

HY/T 258-2018 海洋监测化学分析方法标准编写导则。

HJ 168-2020 环境监测分析方法标准制订技术导则。

本标准在标准框架、结构、格式等方面均符合标准编写规则或导则要求。编制内容与GB 17378.4-2007《海洋监测规范 第4部分：海水分析》、GB/T 12763.4-2007《海洋调查规范 第4部分：海水化学要素调查》、HY/T 147.1-2013《海洋监测技术规程 第1部分：海水》等现行有关国家标准、国家规范、行业标准方法化学反应原理基本相同，但是本标准更专注于痕量硝酸盐的测定，且本标准在起草过程中参照了现行标准的格式及表述，因此本标准 and 现行标准内容相协调，保持了一致性。本标准的方法注重科学性、先进性，同时确保标准的可操作性和分析结果的准确性。

#### 2、确定标准主要内容的依据

本标准规定了测定海水中痕量硝酸盐的流动分析-镉柱还原-重氮偶联-长光程分光光度法，适用于海水中浓度为 nmol/L 级的痕量硝酸盐的测定。标准正文包括了范围、规范性引用文件、术语和定义、方法原理、试剂与材料、仪器和设备、样品采集与保存、分析步骤、结果计算与记录、精密度和准确度、质量保证和质量控制、注意事项等 12 部分。

##### （1）标准结构和内容格式

标准主体部分内容和格式严格按照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》和HY/T 258-2018《海洋监测化学分析方法

标准编写导则》的规定和要求编写，同时兼顾与已有海洋监测和海洋调查国家标准相协调，保持一致性。

## (2) 方法技术指标确定依据

本研究采用单因素法，对方法中的实验参数进行了优化，包括定量环长度、样品和试剂的流速、混合盘管 C1 长度、混合盘管 C2 长度、缓冲液 pH 值、配制磺胺溶液的盐酸浓度、磺胺溶液的浓度和盐酸萘乙二胺溶液的浓度等。参数优化实验中，以含 25.0 nmol/L 硝酸盐的超纯水加标试样作为测试样，所有样品均测定 3 次，以平均值±标准偏差 (SD) 表示测定结果。充分考虑灵敏度、信号值峰形、分析速度等因素，对结果进行评价。同时，对盐度的影响进行了考察，在最优实验条件下，得到了典型工作曲线。

### a) 定量环长度的优化

定量环的长度决定进样体积，考察了 15 cm ~ 35 cm 的定量环对检测信号的影响。结果如图 1 所示，定量环长度增大，进样体积增大，检测信号随之增大，但当定量环长度大于 25 cm 时，信号峰形变差，乃至出现双峰，且分析速度降低。综合考虑灵敏度和分析速度，选择定量环长度为 20 cm。

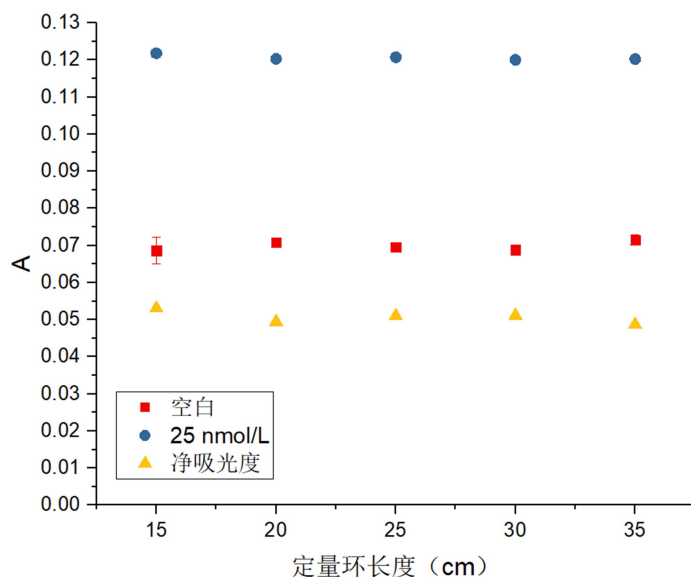


图 1 定量环长度的优化



## b) 流速的优化

定量环长度确定后，通过改变泵速来考察样品和试剂的流速对测定速度、反应时间和检测信号的影响。理论上，泵速增加，反应时间减少，信号值降低，分析速度加快；泵速降低，反应时间增加，信号值升高，分析速度减慢。考察了2.5 rpm ~ 5.0 rpm范围内的泵速对检测信号的影响，结果如图2所示。综合考虑灵敏度和分析速度，选择泵速为3.5 rpm，此时对应的水样和试剂R1（氯化铵缓冲液）的流速均为0.67 mL/min，试剂R2（磺胺溶液）和试剂R3（盐酸萘乙二胺溶液）的流速均为0.20 mL/min。

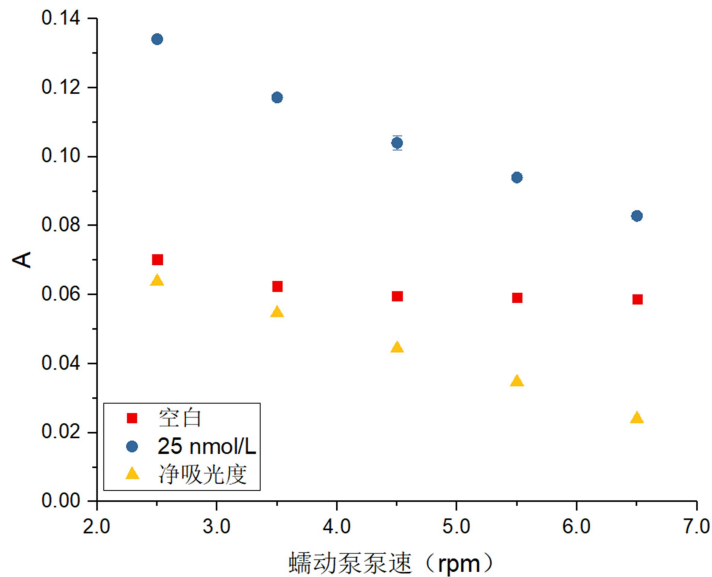


图2 蠕动泵泵速的优化

## c) 混合盘管C1和混合盘管C2长度的优化

混合盘管C1是亚硝酸盐与磺胺发生重氮化反应的场所，管长影响重氮化反应的效率和反应灵敏度。在10 cm到50 cm范围内优化混合盘管C1的长度，结果如图3所示。混合盘管C1长度大于10 cm时，灵敏度随着管长增加而降低，而当C1长度达到50 cm时，虽然灵敏度有所升高，但是分析时间也增长且峰形拖尾严重。考虑灵敏度和分析速度的因素，选择混合盘管C1的长度为10 cm。

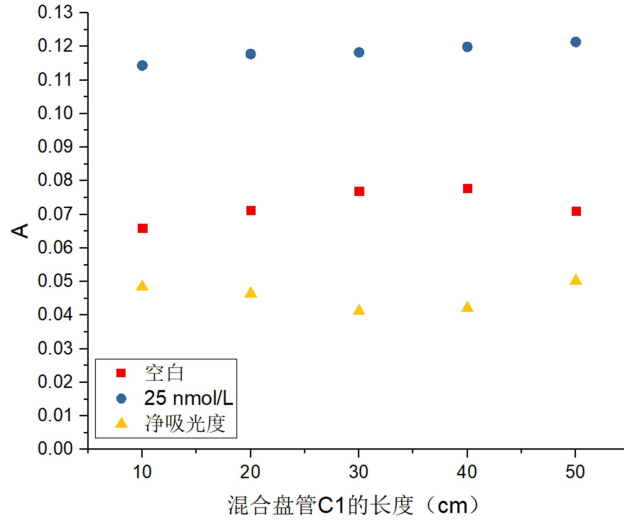


图3 混合盘管C1长度的优化

混合盘管C2是重氮化反应产物与盐酸萘乙二胺偶合生成红色偶氮化合物的场所。在50 cm到250 cm范围内优化混合盘管C2的长度，结果如图4所示，固定混合盘管C1为10 cm，混合盘管C2长度增加，灵敏度变化虽然不显著，但是信号峰形有所改善且重现性较好。综合考虑分析速度和重现性，选择混合盘管C2长度为200 cm。

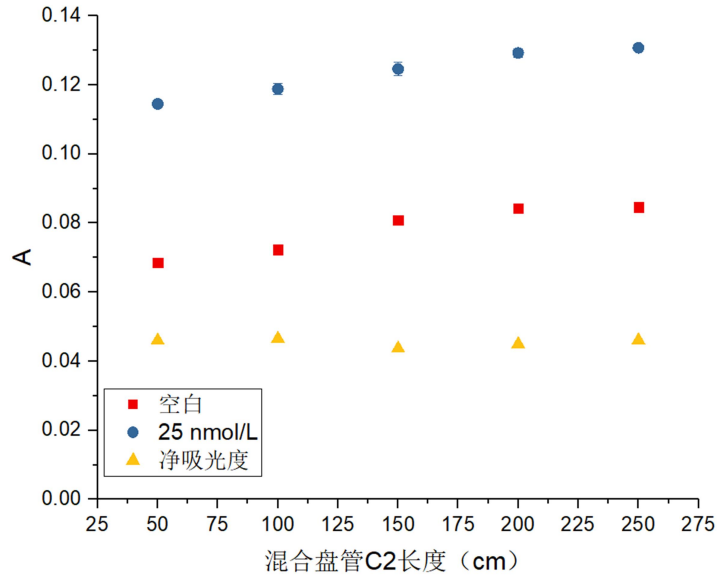


图4 混合盘管C2长度的优化

#### d) 试剂的优化

试剂的优化包括氯化铵缓冲液的pH值、磺胺溶液中盐酸的浓度、磺胺溶液的浓度和盐酸萘乙二胺溶液的浓度等。

考察氯化铵缓冲溶液pH值在7.52~8.43范围变化时，方法检测信号的变化，结果如图5所示。当氯化铵缓冲液的pH值在8.07~8.24之间时，试样和空白的吸光度均较为稳定，灵敏度也达到最大值，因此选择氯化铵缓冲液的pH值为8.20。

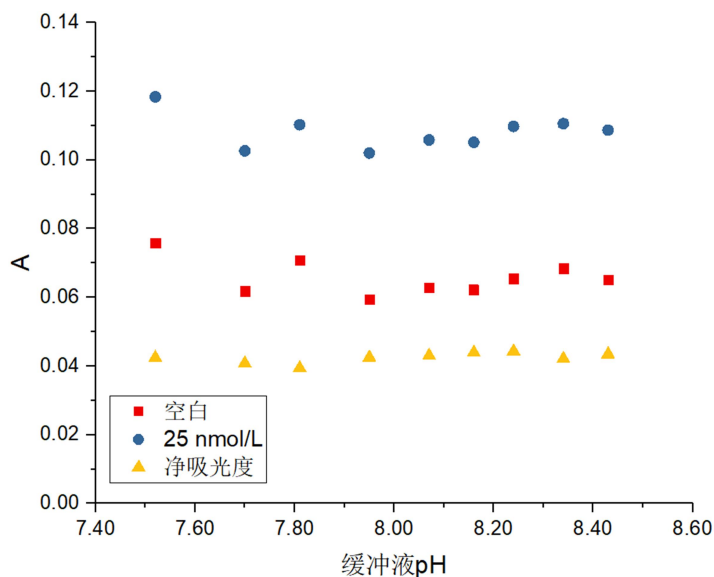


图5 氯化铵缓冲液pH值的优化

在0.25 mol/L~1.25 mol/L的范围内考察盐酸浓度对检测信号的影响，结果如图6所示。结果表明在考察的范围内，盐酸浓度的变化对方法性能影响很小，最终选择盐酸浓度为0.5 mol/L以维持显色反应所需的酸性条件。

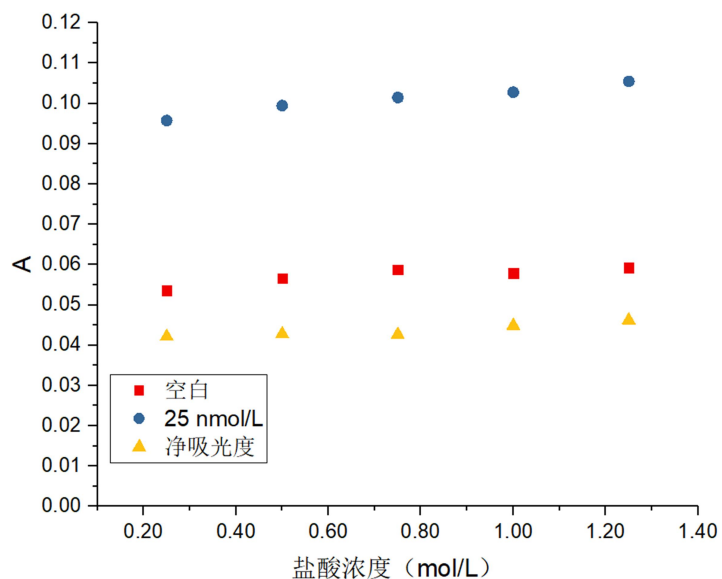


图6 盐酸浓度的优化

在0.5 g/L~4.0 g/L和0.05 g/L~0.40 g/L的范围内分别考察磺胺和盐酸萘乙二胺浓度变化对检测信号的影响，结果如图7和图8所示。结果表明，当磺胺和盐酸萘乙二胺的浓度分别高于1.5 g/L和0.15 g/L时，方法灵敏度达到最高，故选择显色溶液中磺胺和盐酸萘乙二胺的浓度分别为1.5 g/L和0.15 g/L。

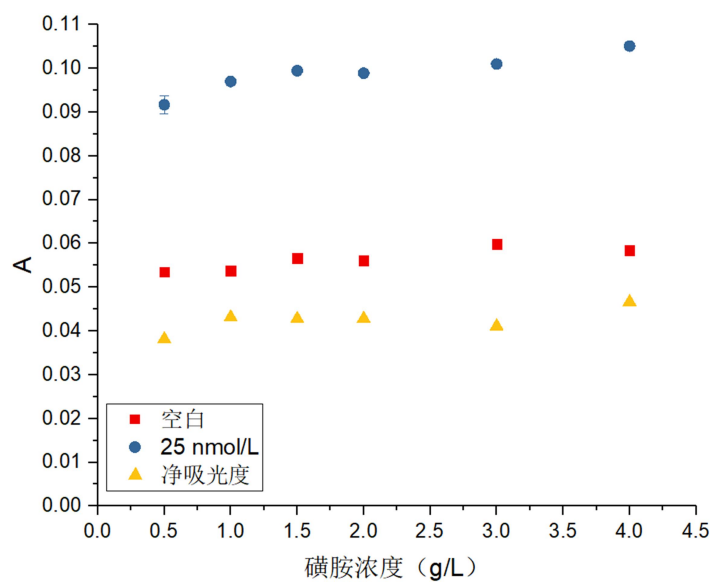


图7 磺胺浓度的优化

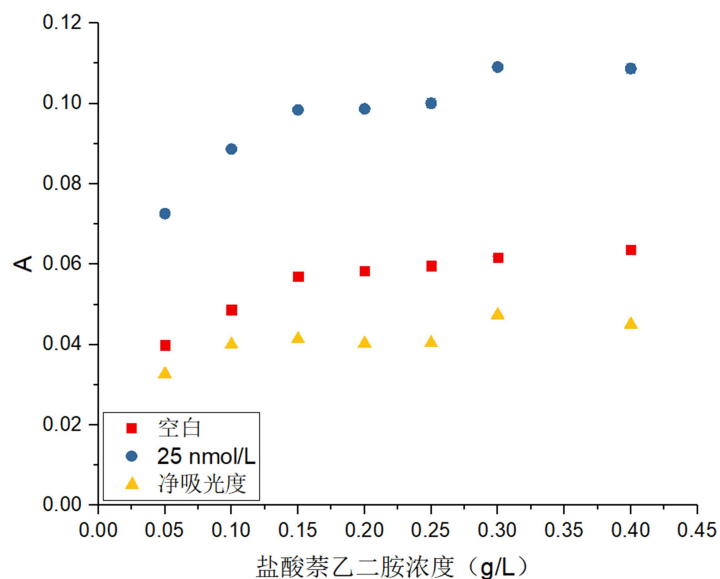


图8 盐酸萘乙二胺浓度的优化

e) 盐度的影响

在流动注射分析中，当样品与载流的盐度不同时，二者折射率的差异将产生干扰信号，又称为Schlieren效应。在没有显色剂的情况下，不同盐度试样在单波长检测下的信号如图9所示，不同盐度试样在双波长校正下的检测信号如图10所示。

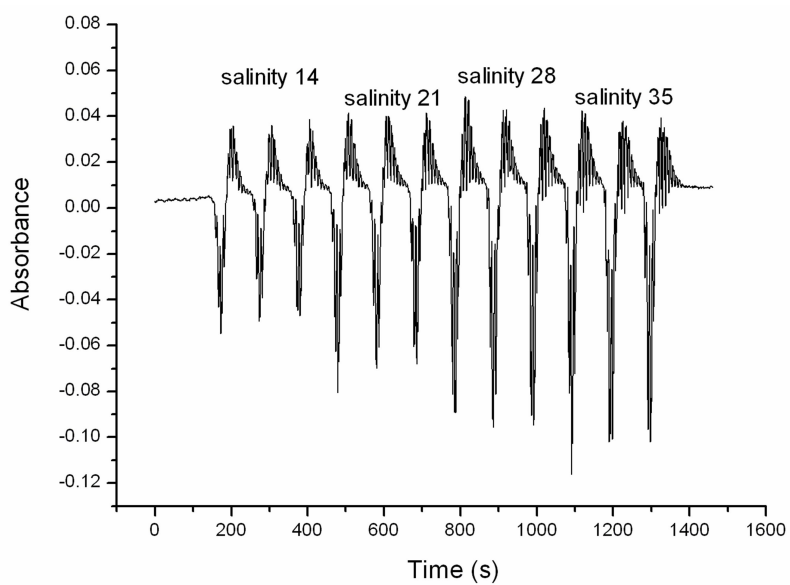


图9 不同盐度试样的单波长（543 nm）检测信号（n=3）

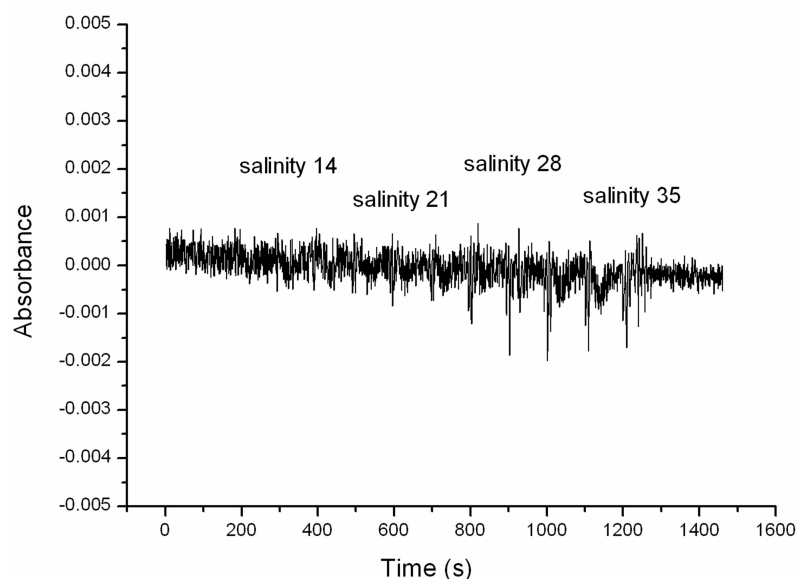


图10 不同盐度试样的双波长（检测波长543 nm、参比波长700 nm）校正检测信号（n=3）

可见，单波长测定下盐度引起的Schlieren效应明显，检测信号是先形成倒峰，再形成正峰，对低浓度目标物的定量产生较大影响，且重现性很差；采用双波长校正法，信噪比提高，基本消除了盐度对低浓度目标物定量的影响。

此外，盐度升高，离子强度增大，将对化学反应速率产生影响，进而影响方法灵敏度。以超纯水为基体绘制标准曲线，用于测定南海海水样品并考察不同浓度的基体加标回收率，结果如表1所示，加标回收率在107.2%~116.7%之间，在可接受的范围内，故认为盐度对该方法的测定结果无显著影响。

表1 海水样品硝酸盐的加标回收率

加标浓度 (nmol/L)	测定结果 (nmol/L)	加标回收率 (%)
0	27.7±0.2 (n=3)	--
10.3	39.7±0.1 (n=3)	116.7±2.7 (n=3)
25.7	56.3±0.1 (n=3)	111.4±0.7 (n=3)
51.4	86.1±0.8 (n=3)	113.7±2.0 (n=3)
102.7	137.8±1.7 (n=3)	107.2±1.9 (n=3)

f) 典型工作曲线

应用上述流路及试剂条件优化实验的结果，在最优实验条件下，以超纯水为基底配制工作曲线溶液。测定标准系列I，即硝酸盐的浓度为0.0 nmol/L、5.0 nmol/L、10.0 nmol/L、25.0 nmol/L、50.0 nmol/L、75.0 nmol/L和100.0 nmol/L，和标准系列II，即硝酸盐的浓度为0.0 nmol/L、50.0 nmol/L、100.0 nmol/L、150.0 nmol/L、200.0 nmol/L、250.0 nmol/L和300.0 nmol/L的标准工作曲线，结果分别如图11和12所示。

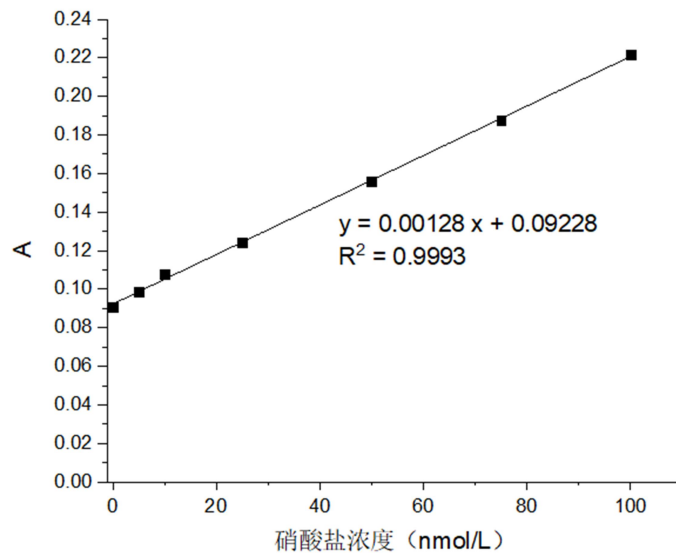


图11 0 nmol/L ~100.0 nmol/L范围内硝酸盐的标准工作曲线

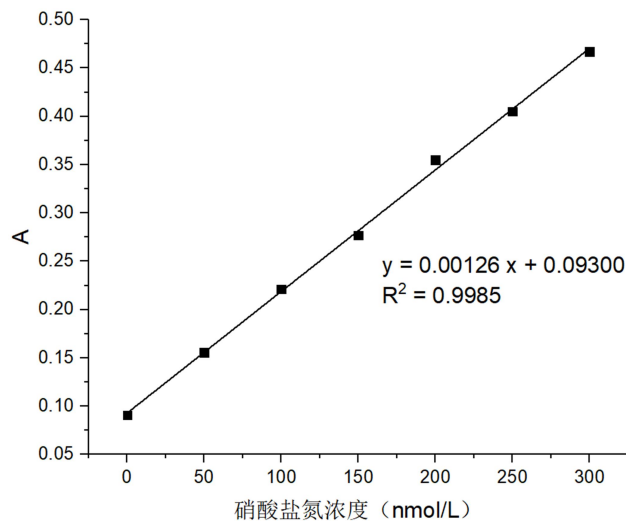


图12 0 nmol/L ~ 300.0 nmol/L范围内硝酸盐的标准工作曲线

### g) 方法比对

为了进一步验证本方法的准确度，将本方法与已报道方法（J.Z. Zhang, Deep Sea Res. Part I: Oceanogr. Res. Pap., 47(2000): 1157-1171）进行比对实验，分别使用本方法和文献报道方法对采集自中国南海的26个海水样品进行同时分析，结果如图13所示。由图13可见，在2~130 nmol/L浓度范围内，所测定的26个海水样品的结果无显著性差异。

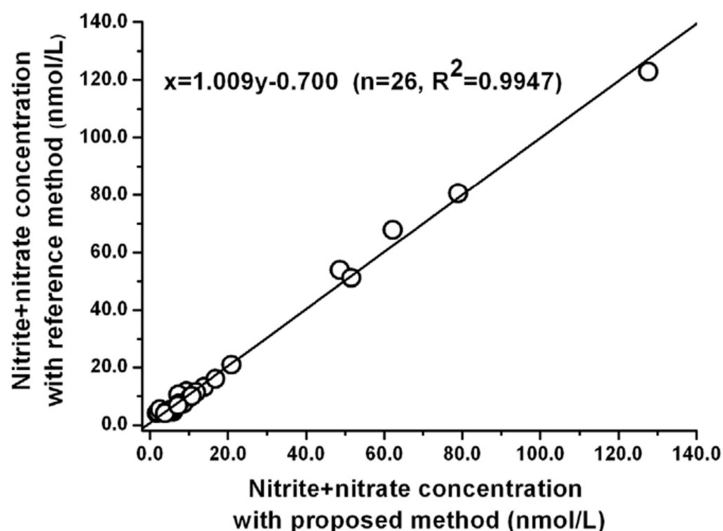


图13 本方法与已报道方法的比对实验结果

### h) 方法技术指标

编制组组织了厦门大学、自然资源部第三海洋研究所、自然资源部第二海洋研究所、国家海洋局北海环境监测中心、福建海洋研究所、中国海洋大学、国家海洋局厦门海洋预报台等7家单位对本标准方法进行了试验验证工作，开展了标准方法互校，7家实验室分别使用本方法对硝酸盐浓度为50.0 nmol/L和150.0 nmol/L的样品进行了重复测试（n = 7~11），测定平均值分别为52.1 nmol/L ~57.8 nmol/L和149.5 nmol/L ~161.9 nmol/L；重复性标准差分别为1.5 nmol/L和2.8 nmol/L；重复性限分别为4.2 nmol/L和7.8 nmol/L；再现性标准差分别为2.8 nmol/L和5.1 nmol/L；再现性限分别为7.8 nmol/L和14.3 nmol/L。验证报告及各单位数据报告见附件，各单位验证数据统计结果如表2所示。



表2 海水中痕量硝酸盐的验证试验数据统计表

实验室号	样品 1			样品 2		
	$\bar{x}_i$ (nmol/L)	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)	$\bar{x}_i$ (nmol/L)	$S_i$	RSD <sub>i</sub> (%)
1	57.4	1.7	3.0	154.2	3.9	2.5
2	53.4	2.8	5.2	149.5	5.5	3.7
3	52.5	0.6	1.1	152.8	0.6	0.4
4	57.8	1.6	2.7	161.9	2.1	1.3
5	52.1	0.5	1.0	159.9	0.8	0.5
6	55.2	1.1	2.0	153.8	0.8	0.5
7	52.4	0.8	1.6	152.0	1.5	1.0
参加实验室数目	7			7		
可接受结果的数目	7			7		
总体平均值 (nmol/L)	54.4			154.9		
真值或可接受 值 (nmol/L)	50.0			150.0		
重复性标准差 $S_r$	1.5			2.8		
重复性限 $r$	4.2			7.8		
再现性标准差 $S_R$	2.8			5.1		
再现性限 $R$	7.8			14.3		

标准正文中 10.1 精密度部分的描述为“在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值应不大于这两个测定值的算术平均值的20%，以大于20%的情况不超过5%为前提。在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值应不大于这两个测定值的算术平均值的20%，以大于20%的情况不超过5%为前提。”其中，本标准相关限值20%的确定依据如下：将

7家单位验证报告中有关精密度的测试数据汇总，在最保守的情况下，取每家单位对同一被测对象相互独立进行的测试结果相差最大的两次独立测定值，计算两个测定值的绝对差值与两个测定值的算术平均值的比值，得到的范围为0.9%~8.7%，故将本标准的相关限值设为20%；将7家验证单位精密度数据中同一浓度的平均值作为一个独立测定值，在最保守的情况下，取不同家单位对同一被测对象的测试结果相差最大的两个测定值，计算两个测定值的绝对差值与两个测定值的算术平均值的比值，得到的范围为8.0%~10.4%，故将本标准的相关限值设为20%。

本标准中方法检出限、测定下限、重复性标准差、重复性限、再现性标准差、再现性限、准确度等技术指标的计算综合了7家单位的验证报告结果，这些技术指标的计算严格按照HY/T 258-2018《海洋监测化学分析方法标准编写导则》的计算方法和表述方法执行。

### （3）痕量硝酸盐样品的保存方法

GB 17378.4-2007《海洋监测规范 第4部分：海水分析》对硝酸盐样品的保存条件及时间做了明确规定，采集后3 h内测定，否则可于-20℃下冷冻保存7 d。本研究考察了冷冻条件下样品中亚硝酸盐的浓度变化情况。于2021年5月18日采集了2个台湾海峡海水样品，使用本方法进行现场测定，并将同一样品分装于多个样品小瓶，在-20℃下冷冻保存，此后每隔一定时间每一水样取3个平行样用本方法进行测定，结果如图14所示。由图14可见，在冷冻保存23 d内，两个海水样品中的亚硝酸盐的浓度变化都不大，同一样品的任何两次测量浓度的相对偏差（RPD）均在±10%以内，表明实际海水中痕量硝酸盐在-20℃冷冻保存条件下较为稳定，但是在7 d内的测定结果偏差更小。根据实验结果，本标准在“7 样品采集与保存”中说明：“样品采集后宜现场分析，若无法及时分析，可置于冰箱中-20℃冷冻保存，冷冻保存时间不宜超过7 d。”

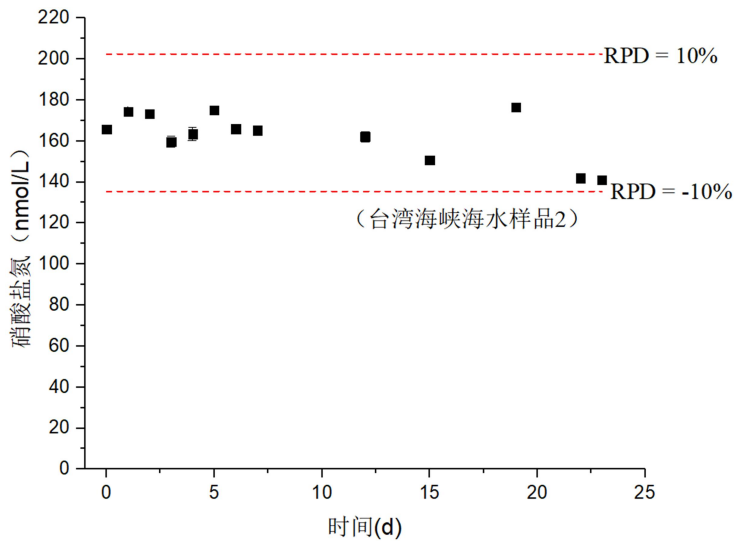
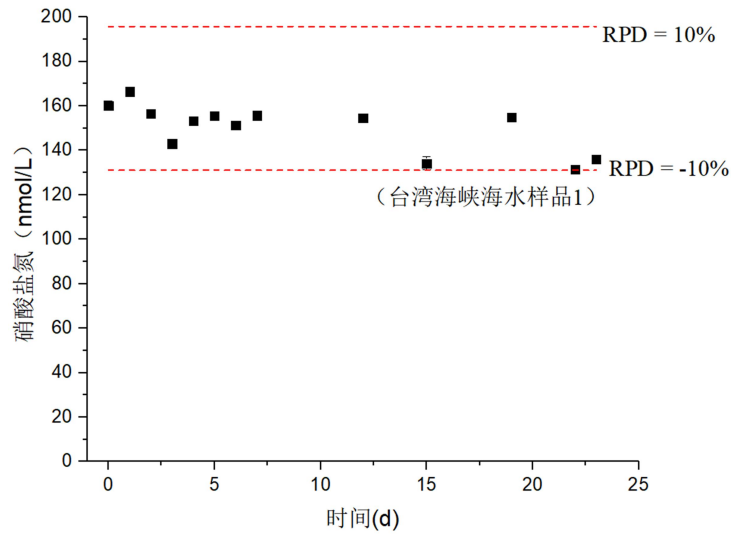


图14 冷冻保存条件下实际海水中硝酸盐的浓度变化

#### (4) 其他说明

为保证标准方法的可操作性和更好的推广效果,本标准在“样品采集与保存”、“注意事项”等部分,结合海水痕量硝酸盐的测定要求和多年来的实际工作经验,增加了必要性的具体描述。

## 四、主要试验（或验证）的分析、综述，技术经济论证，预期的经济效果

### 1、主要试验（或验证）的分析、综述

本标准方法由厦门大学与自然资源部第三海洋研究所自主研发，多年来的实践证明了该方法的可行性和可操作性。编制组组织了厦门大学、自然资源部第三海洋研究所、自然资源部第二海洋研究所、国家海洋局北海环境监测中心、福建海洋研究所、中国海洋大学、国家海洋局厦门海洋预报台等 7 家单位对本标准方法进行了试验验证工作，开展了标准方法互校，验证报告及各单位数据报告见附件。互校结果充分证明了该标准方法的有效性，适宜推广使用。

### 2、预期的经济效果

营养盐是海洋初级生产力和海洋物质循环的重要参数，也是海洋调查中的重要化学参数。但目前低浓度营养盐的测定技术匮乏，标准方法空缺，本标准方法将填补我国在这方面的空白。

全球海洋船舶水文调查项目（Global Ocean Ship-based Hydrographic Investigations Program，简称 GO-SHIP）由国际海洋碳协作计划（IOCCP）组织和世界气候研究计划-气候变率与可预报性研究（CLIVAR）组织于 2007 年成立。该项目将全球对物理海洋、海洋碳循环、海洋生物地球化学及海洋生态系统感兴趣的科学家和海洋水文数据的用户聚集起来，以持续开展全球水文观测研究，在国际海洋研究中有较高的影响力，所发布的操作规程被全球海洋研究者广泛认可和采用。GO-SHIP 在国际海洋研究委员会（Scientific Committee on Ocean Research，简称 SCOR）147 工作组（WG147: Towards Comparability of Global Oceanic Nutrient Data (COMPONUT)）成员的参与下，于 2019 年更新了 GO-SHIP 项目的操作规程“GO-SHIP Repeat Hydrography Nutrient Manual: The precise and accurate determination of dissolved inorganic nutrients in seawater, using Continuous Flow Analysis methods.”（Becker et al., 2019）。该操作规程给出了海水中常量营养盐的分析方法和具体操作步骤，同时，介绍了海水痕量营养盐的分析工作，其中的痕量营养盐分析方法引用了课题组已发表的研究成果（Jian Ma\*, Lori Adornato,

Robert H. Byrne, Dongxing Yuan, Determination of nanomolar levels of nutrients in seawater, Trends in Analytical Chemistry, 2014, 60, 1-15)。该成果涵盖了本标准的核心技术和方法内容。由此可见,本标准中规定的海水中痕量硝酸盐方法处于世界先进水平。

通过前期调研和研讨,了解到国内诸多涉海单位均有低浓度硝酸盐的检测需求。本标准方法将为国家的深远海营养盐调查研究提供可靠的方法及规范,为正在走向深远海的中国海洋科学调查,尤其是科考船队,提供海洋观测技术支撑,推动海洋事业的发展。可以预见,本标准具有良好的社会经济效益。

## 五、与有关现行法律、法规和标准的关系

本标准编制内容和格式符合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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分:试验方法标准》和HY/T 258-2018《海洋监测化学分析方法标准编写导则》等现行国家标准和行业标准的规范要求。编制内容与GB 17378.4-2007《海洋监测规范 第4部分:海水分析》、GB/T 12763.4-2007《海洋调查规范 第4部分:海水化学要素调查》、HY/T 147.1-2013《海洋监测技术规程 第1部分:海水》等现行有关国家标准、国家规范、行业标准内容保持一致性,标准内容并不矛盾。本标准方法适用于海水中浓度为nmol/L级别的痕量硝酸盐的测定,可作为现行国家标准、国家规范、行业标准的有效补充,满足目前海洋科学研究中对痕量硝酸盐的检测需求,具有较强的针对性和可操作性。

## 六、标准作为推荐性行业标准的建议

建议本标准作为推荐性海洋行业标准,为海洋监/检测和海洋调查尤其是海水痕量营养盐的分析工作提供支撑。

## 七、贯彻该标准的要求和措施建议

为更好地贯彻执行新标准,建议在本标准批准发布后在海洋检验检测机构和相关部门组织宣贯,引导标准使用者正确地执行标准,有效地开展海水痕量硝酸

盐的分析测定工作，并在标准执行过程中发现问题并收集意见，及时开展修订工作，促进标准的不断完善。

## 八、其他应予说明的事项

无。