

本电子版内容如与中国环境出版社出版的标准文本有出入，以中国环境出版社出版的文本为准。

HJ

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/T 195 2005

水质 氨氮的测定 气相分子吸收光谱法

Water quality—Determination of Ammonia—Nitrogen
By Gas—phase molecular absorption spectrometry
(发布稿)

2005-11-09 发布

2006-01-01 实施

国家环境保护总局 发布

目 次

前言	
1 范围	1
2 引用标准	1
3 术语与定义	1
4 原理	1
5 试剂	1
6 仪器、装置及工作条件	2
7 水样的采集与保存	2
8 干扰的消除	2
9 步骤	2
10 结果的计算	3
11 精密度和准确度	3

前 言

本标准规定了地表水及污水中氨氮的气相分子吸收测定方法。

本标准为首次制订。

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准起草单位：上海宝钢工业检测公司宝钢环境监测站、苏州市环境监测中心站、上海市宝山区环境监测站、江苏省张家港市环境监测站、辽宁省庄河市环境监测站、杭州市环境监测中心暨淳安县环境监测站。

本标准国家环保总局 2005 年 11 月 9 日批准。

本标准自 2006 年 1 月 1 日起实施。

本标准由国家环境保护总局解释。

水质 氨氮的测定 气相分子吸收光谱法

1 范围

本标准适用于地表水、地下水、海水、饮用水、生活污水及工业污水中氨氮的测定。方法的最低检出限为 0.020mg/L，测定下限 0.080mg/L，测定上限 100mg/L。

2 引用标准

下列文件中的条文通过本标准的引用而成为本标准的条文，与本标准同效。
GB 7479 87 水质 氨氮的测定 纳氏试剂光度法
当上述标准被修订时，应使用其最新版本。

3 术语与定义

下列定义适用于本标准。

3.1 气相分子吸收光谱法

在规定的分析条件下，将待测成分转变成气体分子载入测量系统，测定其对特征光谱吸收的方法。

4 原理

水样在 2%~3%酸性介质中，加入无水乙醇煮沸除去亚硝酸盐等干扰，用次溴酸盐氧化剂将氨及铵盐（0~50 μ g）氧化成等量亚硝酸盐，以亚硝酸盐氮的形式采用气相分子吸收光谱法测定氨氮的含量。

5 试剂

本标准使用试剂除另有说明，均为符合国家标准的分析纯化学试剂，实验用水为无氨水或电导率 0.5 μ S/cm 的去离子水。

5.1 无氨去离子水的制备：将一般去离子水用硫酸调至 pH<2 后进行蒸馏，弃去最初 100ml 馏出液，收集后面的馏出液，密封保存在聚乙烯容器中。

5.2 盐酸：C(HCl)=6mol/L。

5.3 盐酸：C(HCl)=4.5mol/L。

5.4 无水乙醇。

5.5 氢氧化钠溶液 40%：称取 200g 氢氧化钠 (NaOH) 置于 1000ml 烧杯中，加入约 700ml 水溶解，盖上面皿，加热煮沸，蒸发至体积 500ml，冷却至室温，于聚乙烯瓶中密闭保存。

5.6 溴酸盐混合液：称取 1.25g 溴酸钾 (KBrO₃) 及 10g 溴化钾 (KBr)，溶解于 500ml 水中，摇匀，贮存于玻璃瓶中。此溶液为贮备液，常年稳定。

5.7 次溴酸盐氧化剂：吸取 2.0ml 溴酸盐混合液 (5.6) 于棕色磨口试剂瓶中，加入 100ml 水及 6.0ml 盐酸 (5.2)，立即密塞，充分摇匀，于暗处放置 5min，加入 100ml 氢氧化钠 (5.5)，充分摇匀，待小气泡逸尽再使用。该试剂临时配制，配制时，所用试剂、水和室内温度应不低于 18℃。

5.8 无水高氯酸镁($Mg(ClO_4)_2$): 8~10 目颗粒。

5.9 亚硝酸盐氮标准贮备液(0.500mg/ml): 称取在 105 ~ 110 干燥 4h 的光谱纯亚硝酸钠($NaNO_2$)2.463g 溶解于水, 移入 1000ml 容量瓶中, 加水稀释至标线, 摇匀。

5.10 亚硝酸盐氮标准使用液(20.00 μ g/ml): 吸取亚硝酸盐氮标准贮备液(5.9), 用水逐级稀释而成。

6 仪器、装置及工作条件

6.1 仪器及装置

6.1.1 气相分子吸收光谱仪。

6.1.2 锌(Zn)空心阴极灯。

6.1.3 钢铁量瓶: 50ml, 具塞。

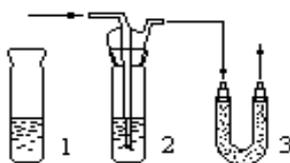
6.1.4 微量可调移液器: 50~250 μ l。

6.1.5 可调定量加液器: 300ml 无色玻璃瓶, 加液量 0~5ml。

6.1.6 气液分离装置(见示意图): 清洗瓶 1 及样品反应瓶 2 为容积 50ml 标准磨口玻璃瓶; 干燥管 3 装入无水高氯酸镁(5.8)。用 PVC 软管将各部分连接于仪器(6.1.1)。

6.2 参考工作条件

空心阴极灯电流: 3~5mA; 载气(空气)流量: 0.5L/min; 工作波长: 213.9nm; 光能量保持在 100%~117%范围内; 测量方式: 峰高或峰面积。



气液分离装置示意图

1 - 清洗瓶; 2 - 样品吹气反应瓶; 3 - 干燥管

7 水样的采集与保存

水样采集在聚乙烯瓶或玻璃瓶中, 并应充满样品瓶。采集好的水样应立即测定, 否则应加硫酸至 pH<2 (酸化时, 防止吸收空气中的氨而沾污), 在 2 ~ 5 保存, 24h 内测定。

8 干扰及消除

水样加入 1ml 盐酸(5.2)及 0.2ml 无水乙醇(5.4), 稀至 15~20ml, 加热煮沸 2~3min, 以消除 NO_2^- 、 SO_3^{2-} 、硫化物等干扰成分; 个别水样含 I^- 、 $S_2O_3^{2-}$ 、 SCN^- 或存在可被次溴酸盐氧化成亚硝酸盐的有机胺时, 应按 GB 7479—87 附录 4 蒸馏分离后进行测定。

9 步骤

9.1 水样的预处理

取适量水样(含氨氮 5~50 μ g)于 50ml 钢铁量瓶(6.1.3)中, 加入 1ml 盐酸(5.2)及 0.2ml 无

水乙醇(5.4),充分摇动后加水至15~20ml,加热煮沸2~3min冷却,洗涤瓶口及瓶壁至体积约30ml,加入15ml次溴酸盐氧化剂(5.7),加水稀释至标线,密塞摇匀,在18℃以上室温氧化20min待测。同时制备空白试样。

9.2 测量系统的净化

每次测定之前,将反应瓶盖插入装有约5ml水的清洗瓶中,通入载气,净化测量系统,调整仪器零点。测定后,水洗反应瓶盖和砂芯。

9.3 校准曲线的绘制

使用亚硝酸盐氮标准使用液(5.10)直接绘制氨氮的标准曲线。

用微量移液器(6.1.4)逐个移取0、50、100、150、200、250μl标准使用液(5.10)置于样品反应瓶中,加水至2ml,用定量加液器(6.1.5)加入3ml盐酸(5.3),再加入0.5ml无水乙醇(5.4),将反应瓶盖与样品反应瓶密闭,通入载气,依次测定各标准溶液吸光度,以吸光度与相对应的氨氮的量(μg)绘制校准曲线。

9.4 水样的测定

取2.00ml待测试样于样品反应瓶中,以下操作同9.3校准曲线的绘制。

测定试样前,测定空白试样,进行空白校正。

10 结果的计算

氨氮的含量按下式计算:

$$\text{氨氮}(mg/L) = \frac{m - m_0}{V \times \frac{2}{50}}$$

式中 m ——根据校准曲线计算出的氨氮量(μg);

m_0 ——根据校准曲线计算出的空白量(μg);

V ——取样体积(ml)。

11 精密度和准确度

11.1 精密度

六个实验室对氨氮含量1.08mg/L±0.06mg/L的统一标样进行测定,重复性相对标准偏差为1.9%,再现性相对标准偏差为2.5%;对含0.67~2.31mg/L的地表水、海水、工业循环水及工业污水的实际样品进行测定(n=6),相对标准偏差为1.4%~2.7%。

11.2 准确度

六个实验室测定1.08mg/L±0.06mg/L的统一标样,测得平均值为1.06mg/L,相对误差为1.8%;对氨氮含量0.14~3.83μg的地表水、海水、工业循环水及工业污水的实际样品进行加标回收试验,加标量为0.10~2.00μg,加标回收率在93.0%~105%之间。