

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 198 2005

水质 硝酸盐氮的测定

气相分子吸收光谱法

Water quality—Determination of Nitrate—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 术语与定义	1
3 原理	1
4 试剂	1
5 仪器、装置及工作条件	1
6 水样的采集与保存	2
7 干扰的消除	2
8 步骤	2
9 结果的计算	3
10 精密度和准确度	3

前 言

本标准规定了地表水和污水中硝酸盐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 硝酸盐氮的测定 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硝酸盐氮的测定。方法的检出限为 0.006mg/L，测定上限 10mg/L。

2 术语与定义

下列定义适用于本标准。

2.1 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态分子载入测量系统，测定其对特征光谱吸收的方法。

3 原理

在 2.5mol/L 盐酸介质中，于 70 ± 2 温度下，三氯化钛可将硝酸盐迅速还原分解，生成的 NO 用空气载入气相分子吸收光谱仪的吸光管中，在 214.4nm 波长处测得的吸光度与硝酸盐氮浓度遵守比耳定律。

4 试剂

本标准所用试剂除另有注明外，均为符合国家标准的分析纯化学试剂；实验用水为新制备的去离子水。

4.1 盐酸: $C(\text{HCl})=6\text{mol/L}$ 。

4.2 氨基磺酸($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$): 10% 水溶液。

4.3 三氯化钛(TiCl_3): 15% 原液，化学纯。

4.4 无水高氯酸镁 ($\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$): 8~10 目颗粒。

4.5 细颗粒状活性炭。

4.6 硝酸盐氮标准贮备液 (1.00mg/ml): 称取预先在 105~110 干燥 2h 的优级纯硝酸钠 (NaNO_3) 3.034g，溶解于水，移入 500ml 容量瓶中，加水稀释至标线，摇匀。

4.7 硝酸盐氮标准使用液(10.00 $\mu\text{g/ml}$): 吸取硝酸盐氮标准贮备液 (4.6)，用水逐级稀释而成。

5 仪器、装置及工作条件

5.1 仪器及装置

5.1.1 气相分子吸收光谱仪。

5.1.2 镉 (Cd) 空心阴极灯。

5.1.3 圆形不锈钢加热架。

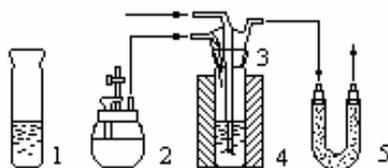
5.1.4 可调定量加液器: 300ml 无色玻璃瓶，加液量 0~5ml，用硅胶管连接加液嘴与样品反应瓶盖的加液管。

5.1.5 恒温水浴: 双孔或 4 孔，温度 0~100 可调；控温精度 ± 2 。

5.1.6 气液分离装置(见示意图)：清洗瓶 1 及样品吹气反应瓶 2 为容积 50ml 的标准磨口玻璃瓶；干燥管 5 中放入无水高氯酸镁(4.4)。将各部分用 PVC 软管连接于仪器(5.1.1)。

5.2 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：214.4nm；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 - 定量加液器；

3 - 样品吹气反应瓶；4 - 恒温水浴；5 - 干燥管

6 水样的采集与保存

一般用玻璃瓶或聚乙烯瓶采集水样。采集的水样用稀硫酸酸化至 pH<2，在 24h 内测定。

7 干扰的消除

NO₂⁻的正干扰，可加 2 滴 10%氨基磺酸(4.2)使之分解生成 N₂而消除；SO₃²⁻及 S₂O₃²⁻的正干扰，用稀 H₂SO₄调成弱酸性，加入 0.1% 高锰酸钾氧化生成 SO₄²⁻直至产生二氧化锰沉淀，取上清液测定；含高价态阳离子，应增加三氯化钛用量至溶液紫红色不褪，取上清液测定；水样中含有产生吸收的有机物时，加入活性炭(4.5)搅拌吸附，30min 后取样测定。

8 步骤

8.1 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。

8.2 标准曲线的绘制

取 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50ml 标准使用液(4.7)，分别置于样品反应瓶中，加水至 2.5ml，加入 2 滴氨基磺酸(4.2)及 2.5ml 盐酸(4.1)，放入加热架(5.1.3)，于 70 ± 2 水浴(5.15)加热 10min。逐个取出样品反应瓶，立即与反应瓶盖密闭，趁热用定量加液器(5.1.4)加入 0.5ml 三氯化钛(4.3)，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硝酸盐氮量的量(μg)绘制校准曲线。

8.3 水样的测定

取适量水样(硝酸盐氮量 25μg)于样品反应瓶中，加水至 2.5ml，以下操作同 8.2 校准曲线的绘制。

测定水样前，测定空白溶液，进行空白校正。

9 结果的计算

硝酸盐氮的含量按下式计算：

$$\text{硝酸盐氮}(\text{mg/L}) = \frac{m - m_0}{V}$$

式中： m ——根据校准曲线计算出的水样中硝酸盐氮量（ μg ）；

m_0 ——根据校准曲线计算出的空白量（ μg ）；

V ——取样体积（ml）。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

六个实验室对 NO_3^- -N 含量 $0.595\text{mg/L} \pm 0.026\text{mg/L}$ 的统一标准样品进行测定，重复性相对标准偏差为 1.9%，再现性相对标准偏差为 2.0%；对含 0.282 ~ 1.48mg/L 的地表水、海水、水库水、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 1.7% ~ 3.2%。

10.2 准确度

六个实验室测定 $0.595\text{mg/L} \pm 0.026\text{mg/L}$ 的统一标样，测得平均值为 0.592mg/L ，相对误差为 0.5%；对 NO_3^- -N 含量 0.763 ~ 11.75 μg 的地表水、海水、水库水、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 0.83 ~ 10.00 μg ，加标回收率在 91.0% ~ 106%之间。