

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 199 2005

---

### 水质 总氮的测定

### 气相分子吸收光谱法

Water quality—Determination of Total—Ni trogen

By Gas-phase molecular absorp tion 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 水样的预处理 .....	2
9 干扰的消除 .....	2
10 步骤 .....	3
11 结果的计算 .....	3
12 精密度和准确度 .....	3

## 前 言

本标准规定了总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。  
本标准由上海宝钢工业检测公司宝钢环境监测站起草。  
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 总氮的测定 气相分子吸收光谱法

## 1 范围

本标准适用于地表水、水库、湖泊、江河水中总氮的测定。检出限 0.050mg/L,测定下限 0.200mg/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 11894 89 水质 总氮的测定 紫外分光光度法

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态分子载入测量系统,测定其对特征光谱吸收的方法。

## 4 原理

在 120 ~ 124 碱性介质中,加入过硫酸钾氧化剂,将水样中氨、铵盐、亚硝酸盐以及大部分有机氮化合物氧化成硝酸盐后,以硝酸盐氮的形式采用气相分子吸收光谱法进行总氮的测定。

## 5 试剂

本标准所用试剂,除特别注明,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新制备的去离子水。

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

5.2 碱性过硫酸钾溶液:称取 40g 过硫酸钾 ( $K_2S_2O_8$ ) 及 15g 氢氧化钠 (NaOH),溶解于水中,加水稀释至 100ml,存放于聚乙烯瓶中,可使用一周。

5.3 盐酸:  $C(HCl)=5mol/L$ ,优级纯。

5.4 三氯化钛:15% 原液,化学纯。

5.5 无水高氯酸镁 ( $Mg(ClO_4)_2$ ): 8~10 目颗粒。

5.6 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。

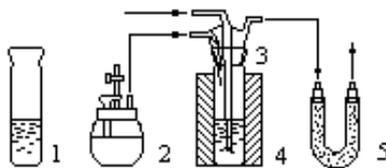
5.7 硝酸盐氮标准使用液(10.00 $\mu$ g/ml):吸取硝酸盐氮标准贮备液(5.6),用水逐级稀释而成。

## 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 镉 (Cd) 空心阴极灯。



气液分离装置

1 - 清洗瓶；2 - 定量加液器；

3 - 样品吹气反应瓶；4 - 恒温水浴；5 - 干燥器

6.1.3 圆形不锈钢加热架。

6.1.4 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。

6.1.5 比色管：50ml，具塞。

6.1.6 恒温水浴：双孔或 4 孔，温度 0~100，控温精度  $\pm 2$ 。

6.1.7 高压蒸汽消毒器：压力 1.1~1.3kg/cm<sup>2</sup>，相应温度 120~124。

6.1.8 气液分离装置（见示意图）：清洗瓶 1 及样品反应瓶 3 为 50ml 的标准磨口玻璃瓶；干燥管 5 中放入无水高氯酸镁（5.5）。将各部分用 PVC 软管连接于仪器（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：214.4nm；光能量保持在 100%~117% 范围内；测量方式：峰高或峰面积。

## 7 水样的采集与保存

水样采集在聚乙烯瓶中，用硫酸酸化至 pH<2，在 24h 内进行测定。

## 8 水样的预处理

取适量水样（总氮量 5~150 $\mu$ g）置于 50ml 比色管（6.1.5）中，各加入 10ml 碱性过硫酸钾溶液（5.2），加水稀释至标线，密塞，摇匀。用纱布及纱绳裹紧塞子，以防溅漏。将比色管放入高压蒸汽消毒器（6.1.7）中，盖好盖子，加热至蒸汽压力达到 1.1~1.3kg/cm<sup>2</sup>，记录时间，50min 后缓慢放气，待压力指针回零，趁热取出比色管充分摇匀，冷却至室温待测。同时取 40ml 水制备空白样。

## 9 干扰的消除

消解后的样品，含大量高价铁离子等较多氧化性物质时，增加三氯化钛用量至溶液紫红色不褪进行测定，不影响测定结果。

## 10 步骤

### 10.1 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。

### 10.2 标准曲线的绘制

取 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50ml 硝酸盐氮标准使用液 (5.7)，分别置于样品反应瓶中，加水释至 2.5ml，加入 2.5ml 盐酸 (5.3)，放入加热架 (6.1.3)，于  $70 \pm 2$  水浴 (6.1.7) 中加热 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 (6.1.4) 加入 0.5ml 三氯化钛 (5.4)，通入载气，依次测定各标准溶液的吸光度，以吸光度与所对应的硝酸盐氮的量 ( $\mu\text{g}$ ) 绘制校准曲线。

### 10.3 水样的测定

取待测试样 (8) 2.5ml 置于样品反应瓶中，以下操作同 10.2 校准曲线的绘制。  
测定水样前，测定空白样，进行空白校正。

## 11 结果的计算

总氮的含量按下式计算：

$$\text{总氮}(N, \text{mg} / \text{L}) = \frac{m - m_0}{V \times \frac{2.5}{50}}$$

式中： $m$ ——根据校准曲线计算出的氮量 ( $\mu\text{g}$ )；  
 $m_0$ ——根据校准曲线计算出的空白量 ( $\mu\text{g}$ )；  
 $V$ ——取样体积 (ml)。

## 12 精密度与准确度

### 12.1 精密度

测定总氮为  $3.05\text{mg/L} \pm 0.15\text{mg/L}$  的统一标准样品 ( $n=6$ )，测得结果为  $2.95 \sim 3.04\text{mg/L}$ ，相对标准偏差 1.14%。

### 12.2 准确度

测定  $3.05\text{mg/L} \pm 0.15\text{mg/L}$  的统一标样，测得平均值  $3.01\text{mg/L}$ ，相对误差 1.3%；对地表水样加入  $15.25\mu\text{g}$  总氮标样，测得回收率  $93.0\% \sim 101\%$ 。