

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
Gas-phase molecular absorption spectrometry

2005 - 11 - 09 发布

2006 - 01 - 01 实施

国家环境保护总局 发布

HJ/ T 195—2005

中华人民共和国环境保护
行业标准
水质 氨氮的测定 气相分子吸收光谱法
HJ/T 195—2005

*

中国环境科学出版社出版发行
(100062 北京崇文区广渠门内大街16号)
网址: <http://www.cesp.cn>
电子信箱: bianji4@cesp.cn
电话: 010—67112738 传真: 010—67112738
印刷厂印刷
版权专有 违者必究

*

2006年1月第1版 开本 880×1230 1/16
2006年1月第1次印刷 印张 0.75
印数 1—2 000 字数 40千字
统一书号: 1380209·039
定价: 10.00元

国家环境保护总局 公 告

2005 年 第 51 号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，促进科技进步，提高环境管理水平，我局批准《环境空气质量自动监测技术规范》等 8 项标准为环境保护行业标准，现予发布。

标准名称、编号如下：

- 一、环境空气质量自动监测技术规范（HJ/T 193—2005）
- 二、环境空气质量手工监测技术规范（HJ/T 194—2005）
- 三、水质 氨氮的测定 气相分子吸收光谱法（HJ/T 195—2005）
- 四、水质 凯氏氮的测定 气相分子吸收光谱法（HJ/T 196—2005）
- 五、水质 亚硝酸盐氮的测定 气相分子吸收光谱法（HJ/T 197—2005）
- 六、水质 硝酸盐氮的测定 气相分子吸收光谱法（HJ/T 198—2005）
- 七、水质 总氮的测定 气相分子吸收光谱法（HJ/T 199—2005）
- 八、水质 硫化物的测定 气相分子吸收光谱法（HJ/T 200—2005）

以上标准为推荐性标准，自 2006 年 1 月 1 日起实施，由中国环境科学出版社出版，标准内容可在国家环保总局网站（[www. sepa. gov. cn](http://www.sepa.gov.cn)）查询。

特此公告。

2005 年 11 月 9 日

目 次

前言	iv
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 0.020 mg/L，测定下限 0.080 mg/L，测定上限 100 mg/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。

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 μg) 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 $\leq 0.5 \mu\text{S}/\text{cm}$ 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 $\text{pH} < 2$ 后进行蒸馏，弃去最初 100 ml 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： $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/L}$ 。

5.3 盐酸： $c(\text{HCl}) = 4.5 \text{ mol/L}$ 。

5.4 无水乙醇。

5.5 氢氧化钠溶液 40%：称取 200 g 氢氧化钠 (NaOH) 置于 1 000 ml 烧杯中，加入约 700 ml 水溶解，盖上表面皿，加热煮沸，蒸发至体积 500 ml，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 1.25 g 溴酸钾 (KBrO_3) 及 10 g 溴化钾 (KBr)，溶解于 500 ml 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 2.0 ml 溴酸盐混合液 (5.6) 于棕色磨口试剂瓶中，加入 100 ml 水及 6.0 ml 盐酸 (5.2)，立即密塞，充分摇匀，于暗处放置 5 min，加入 100 ml 氢氧化钠 (5.5)，充分摇匀，待小气泡逸尽再使用。该试剂临用时配制，配制时，所用试剂、水和室内温度应不低于 18°C 。

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

5.9 亚硝酸盐氮标准贮备液 (0.500 mg/ml)：称取在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥 4 h 的光谱纯亚硝酸钠

(NaNO_2) 2.463 g 溶解于水, 移入 1 000 ml 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 $\mu\text{g}/\text{ml}$): 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。

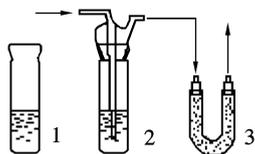
6.1.2 锌 (Zn) 空心阴极灯。

6.1.3 钢铁量瓶: 50 ml, 具塞。

6.1.4 微量可调移液器: 50 ~ 250 μl 。

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

6.1.6 气液分离装置 (见图 1): 清洗瓶 1 及样品反应瓶 2 为容积 50 ml 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)。



1—清洗瓶; 2—样品吹气
反应瓶; 3—干燥管

图 1 气液分离装置示意图

6.2 参考工作条件

空心阴极灯电流: 3 ~ 5 mA; 载气 (空气) 流量: 0.5 L/min; 工作波长: 213.9 nm; 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 $\text{pH} < 2$ (酸化时, 防止吸收空气中的氨而玷污), 在 2 ~ 5 $^{\circ}\text{C}$ 保存, 24 h 内测定。

8 干扰的消除

水样加入 1 ml 盐酸 (5.2) 及 0.2 ml 无水乙醇 (5.4), 加热煮沸 2 ~ 3 min, 可消除 NO_2^- 、 SO_3^{2-} 、硫化物以及减弱乃至消除 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 的影响; 个别水样含 I^- 、 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—1987 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 μg) 于 50 ml 钢铁量瓶 (6.1.3) 中, 加入 1 ml 盐酸 (5.2) 及 0.2 ml 无水乙醇 (5.4), 充分摇动后加水至 15 ~ 20 ml, 加热煮沸 2 ~ 3 min 冷却, 洗涤瓶口及瓶壁至体积约 30 ml, 加入 15 ml 次溴酸盐氧化剂 (5.7), 加水稀释至标线, 密塞摇匀, 在 18 $^{\circ}\text{C}$ 以上室温氧化 20 min 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 5 ml 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）直接绘制氨氮的校准曲线。

用微量移液器（6.1.4）逐个移取 0、50、100、150、200、250 μl 标准使用液（5.10）置于样品反应瓶中，加水至 2 ml，用定量加液器（6.1.5）、加入 3 ml 盐酸（5.3），再加入 0.5 ml 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量（ μg ）绘制校准曲线。

9.4 水样的测定

取 2.00 ml 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（mg/L）按下式计算：

$$\text{氨氮} = \frac{m - m_0}{V \times \frac{2}{50}}$$

式中： m ——根据校准曲线计算出水样中氨氮量， 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 $1.08 \text{ mg/L} \pm 0.06 \text{ mg/L}$ 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 ~ 2.31 mg/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

六个实验室测定氨氮含量 $1.08 \text{ mg/L} \pm 0.06 \text{ mg/L}$ 的统一标样，测得平均值为 1.06 mg/L，相对误差为 1.8%；对氨氮含量 0.14 ~ 3.83 μg 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 ~ 2.00 μg ，加标回收率在 93% ~ 105% 之间。