

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	II
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（0~50μg）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≤0.5μS/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，盖上表面皿，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。该试剂临用时配制，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($\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$)：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 (20.00μg/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。

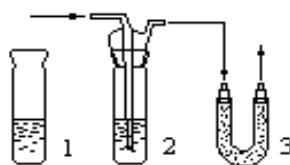
6.1.4 微量可调移液器：50~250μl。

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^- 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、 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 5~50μg) 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 ± 0.06 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 0.67~2.31mg/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。