

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-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 199—2005

中华人民共和国环境保护
行业标准
水质 总氮的测定 气相分子吸收光谱法
HJ/T 199—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: 1380209·034
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	1
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	2
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 0.050 mg/L，测定下限 0.200 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 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。

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

在碱性过硫酸钾溶液中，于 120 ~ 124℃ 温度下，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 100 ml 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 40 g 过硫酸钾 ($K_2S_2O_8$) 及 15 g 氢氧化钠 (NaOH)，溶解于水中，加水稀释至 100 ml，存放于聚乙烯瓶中，可使用一周。

5.3 盐酸： $c(\text{HCl}) = 5 \text{ mol/L}$ ，优级纯。

5.4 三氯化钛：原液，含量 15%，化学纯。

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

5.6 硝酸盐氮标准贮备液 (1.00 mg/ml)：称取预先在 105 ~ 110 °C 干燥 2 h 的优级纯硝酸钠 (NaNO_3) 3.034 g，溶解于水，移入 500 ml 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 $\mu\text{g/ml}$)：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。

6.1.3 圆形不锈钢加热架。

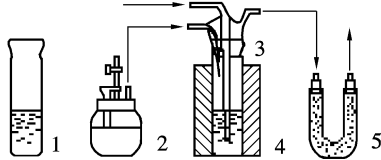
6.1.4 可调定量加液器：300 ml 无色玻璃瓶，加液量 0 ~ 5 ml，用硅胶管连接加液嘴与样品反应瓶盖的加液管。

6.1.5 比色管：50 ml，具塞。

6.1.6 恒温水浴：双孔或 4 孔，温度 0 ~ 100 °C，控温精度 ± 2 °C。

6.1.7 高压蒸汽消毒器：压力 107.8 ~ 127.4 kPa，相应温度 120 ~ 124 °C。

6.1.8 气液分离装置（见图 1）：清洗瓶 1 及样品反应瓶 3 为 50 ml 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）。



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

图 1 气液分离装置

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：214.4 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中，用硫酸酸化至 pH < 2，在 24 h 内进行测定。

8 水样的预处理

取适量水样（总氮量 5 ~ 150 μg ）置于 50 ml 比色管（6.1.5）中，各加入 10 ml 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 107.8 ~ 127.4 kPa，记录时间，50 min 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 40 ml 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 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。

10.2 校准曲线的绘制

取 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 ml 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 2.5 ml，加入 2.5 ml 盐酸（5.3），放入加热架（6.1.3），于 70 °C ± 2 °C 水浴（6.1.6）中加热 10 min。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 0.5

ml 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 (μg) 绘制校准曲线。

10.3 水样的测定

取待测试样 (8) 2.5 ml 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 (mg/L) 按下式计算:

$$\text{总氮} = \frac{m - m_0}{V \times \frac{2.5}{50}}$$

式中: m ——根据校准曲线计算出水样中氮量, μg ;

m_0 ——根据校准曲线计算出的空白量, μg ;

V ——取样体积, ml。

12 精密度和准确度

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 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% ~ 101%。