

HJ

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/ T 197 — 2005

水质 亚硝酸盐氮的测定 气相分子吸收光谱法

Water quality—Determination of nitrite-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 197—2005

中华人民共和国环境保护
行业标准
水质 亚硝酸盐氮的测定 气相分子吸收光谱法
HJ/T 197—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: 1380209·040
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 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	2
10 精密度和准确度	3

前 言

本标准规定了地表水和污水中亚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等单位参加。

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 亚硝酸盐氮的测定 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亚硝酸盐氮的测定。使用 213.9 nm 波长，方法的最低检出限为 0.003 mg/L，测定下限 0.012 mg/L，测定上限 10 mg/L；在波长 279.5 nm 处，测定上限可达 500 mg/L。

2 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。

3 原理

在 0.15 ~ 0.3 mol/L 柠檬酸介质中，加入乙醇作催化剂，将亚硝酸盐瞬间转化成的 NO_2 ，用空气载入气相分子吸收光谱仪的吸光管中，在 213.9 nm 等波长处测得的吸光度与亚硝酸盐氮浓度遵守比耳定律。

4 试剂

本标准使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 柠檬酸溶液 $c(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 0.3 \text{ mol/L}$ ：称取 64 g 柠檬酸，溶解于水，定容至 1 000 ml，摇匀。

4.2 无水乙醇。

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

4.4 细颗粒状活性炭。

4.5 亚硝酸盐氮标准贮备液 (0.500 mg/ml)：称取预先在 105 ~ 110 °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。

4.6 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 (4.5)，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

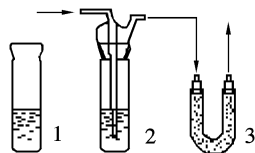
5.1.1 气相分子吸收光谱仪。

5.1.2 锌 (Zn) 空心阴极灯。

5.1.3 微量可调移液器：50 ~ 250 μl 。

5.1.4 可调量加液器：300 ml 无色玻璃瓶，加液量 0 ~ 5 ml。

5.1.5 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 的标准磨口玻璃瓶；干燥管 3 中放入无水高氯酸镁 (4.3)。将各部分用 PVC 软管连接于仪器 (5.1.1)。



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

5.1.6 无色玻璃滴瓶：50 ~ 100 ml，内装无水乙醇（4.2）。

5.2 参考工作条件

空心阴极灯电流：3 ~ 5 mA；工作波长：213.9 nm；光能量保持在 100% ~ 117% 范围内；载气（空气）流量：0.5 L/min；测量方式：峰高或峰面积。

6 水样的采集与保存

一般用玻璃瓶或聚乙烯瓶采样，水样应充满采样瓶。采集的水样应立即测定，否则应在约 4 °C 冰箱内保存，并尽快测定。

7 干扰的消除

在柠檬酸介质中，某些能与 NO_2^- 发生氧化、还原反应的物质，达一定量时干扰测定。当亚硝酸盐氮质量浓度为 0.2 mg/L 时，25 mg/L SO_3^{2-} 、10 mg/L $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、30 mg/L I^- 、20 mg/L SCN^- 、80 mg/L Sn^{2+} 及 100 mg/L MnO_4^- 不影响测定。 S^{2-} 含量高时，在气路干燥管前串接乙酸铅脱脂棉的除硫管给予消除；存在产生吸收的挥发性有机物时，在适量水样中加入活性炭（4.4）搅拌吸附，30 min 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 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。

8.2 校准曲线的绘制

用微量移液器（5.1.3）逐个移取 0、50、100、150、200、250 μl 标准使用液（4.6）于样品反应瓶中，加水至 2.5 ml，用定量加液器（5.1.4）加入 2.5 ml 柠檬酸（4.1）及 0.5 ml 乙醇（4.2），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，以吸光度与所对应的亚硝酸盐氮的量（ μg ）绘制校准曲线。

8.3 水样的测定

取 2.50 ml 水样（亚硝酸盐氮量 $\leq 5 \mu\text{g}$ ）于样品反应瓶中，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

亚硝酸盐氮的含量（mg/L）按下式计算：

$$\text{亚硝酸盐氮} = \frac{m - m_0}{V}$$

式中： m ——根据校准曲线计算出样品中亚硝酸盐氮量， 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 $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 含量 $0.102 \text{ mg/L} \pm 0.006 \text{ mg/L}$ 的统一标样进行测定, 重复性相对标准偏差为 1.1%, 再现性相对标准偏差为 3.1%; 对含 $0.058 \sim 0.396 \text{ mg/L}$ 的地表水 (长江水、河流污水等)、海水和工业冷循环水等的实际样品进行测定 ($n=6$), 相对标准偏差为 2.3% ~ 4.6%。

10.2 准确度

六个实验室测定 $0.102 \text{ mg/L} \pm 0.006 \text{ mg/L}$ 的统一标样, 测得平均值为 0.102 mg/L ; 对 $\text{NO}_2^- - \text{N}$ 含量 $0.152 \sim 2.23 \text{ } \mu\text{g}$ 的地表水 (长江水、河流污水等)、海水和工业冷循环水等的实际样品进行加标回收试验, 加标量为 $0.182 \sim 2.00 \text{ } \mu\text{g}$, 加标回收率在 93% ~ 106% 之间。
