

HJ

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/ T 198 — 2005

水质 硝酸盐氮的测定 气相分子吸收光谱法

Water quality—Determination of nitrate-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 198—2005

中华人民共和国环境保护
行业标准
水质 硝酸盐氮的测定 气相分子吸收光谱法
HJ/T 198—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: 1380209·035

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。

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 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硝酸盐氮的测定。方法的检出限为 0.006 mg/L，测定下限 0.03 mg/L，测定上限 10 mg/L。

2 术语与定义

下列定义适用于本标准。

2.1 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。

3 原理

在 2.5 mol/L 盐酸介质中，于 70 °C ± 2 °C 温度下，三氯化钛可将硝酸盐迅速还原分解，生成的 NO 用空气载入气相分子吸收光谱仪的吸光管中，在 214.4 nm 波长处测得的吸光度与硝酸盐氮浓度遵守比耳定律。

4 试剂

本标准所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 盐酸： $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/L}$ 。

4.2 氨基磺酸 ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$)：10% 水溶液。

4.3 三氯化钛 (TiCl_3)：原液，含量 15%，化学纯。

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

4.5 细颗粒状活性炭。

4.6 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。

4.7 硝酸盐氮标准使用液 (10.00 μg/ml)：吸取硝酸盐氮标准贮备液 (4.6)，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 镉 (Cd) 空心阴极灯。

5.1.3 圆形不锈钢加热架。

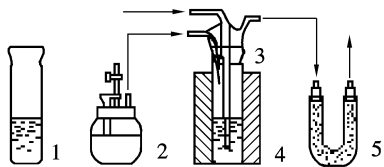
5.1.4 可调定量加液器：300 ml 无色玻璃瓶，加液量 0 ~ 5 ml，用硅胶管连接加液嘴与样品反应瓶盖的加液管。

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

5.1.6 气液分离装置 (见图 1)：清洗瓶 1 及样品吹气反应瓶 2 为容积 50 ml 的标准磨口玻璃瓶；干燥管 5 中放入无水高氯酸镁 (4.4)。将各部分用 PVC 软管连接于仪器 (5.1.1)。

5.2 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。



1—清洗瓶；2—定量加液器；
3—样品吹气反应瓶；4—恒温水浴；
5—干燥管

图 1 气液分离装置示意图

6 水样的采集与保存

一般用玻璃瓶或聚乙烯瓶采集水样。采集的水样用稀硫酸酸化至 $\text{pH} < 2$ ，在 24 h 内测定。

7 干扰的消除

NO_2^- 的正干扰，可加 2 滴 10% 氨基磺酸 (4.2) 使之分解生成 N_2 而消除； SO_3^{2-} 及 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 的正干扰，用稀 H_2SO_4 调成弱酸性，加入 0.1% 高锰酸钾氧化生成 SO_4^{2-} 直至产生二氧化锰沉淀，取上清液测定；含高价态阳离子，应增加三氯化钛用量至溶液紫红色不褪，取上清液测定；水样中含有产生吸收的有机物时，加入活性炭 (4.5) 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

取 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 ml 标准使用液 (4.7)，分别置于样品反应瓶中，加水至 2.5 ml，加入 2 滴氨基磺酸 (4.2) 及 2.5 ml 盐酸 (4.1)，放入加热架 (5.1.3)，于 $70^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 水浴 (5.15) 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 (5.1.4) 加入 0.5 ml 三氯化钛 (4.3)，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硝酸盐氮量 (μg) 绘制校准曲线。

8.3 水样的测定

取适量水样（硝酸盐氮量 $\leq 25 \mu\text{g}$ ）于样品反应瓶中，加水至 2.5 ml，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

硝酸盐氮的含量 (mg/L) 按下式计算：

$$\text{硝酸盐氮} = \frac{m - m_0}{V}$$

式中： m ——根据校准曲线计算出水样中硝酸盐氮量， 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 $\text{NO}_3^- - \text{N}$ 含量 $0.595 \text{ mg/L} \pm 0.026 \text{ mg/L}$ 的统一标准样品进行测定, 重复性相对标准偏差为 1.9%, 再现性相对标准偏差为 2.0%; 对含 $0.282 \sim 1.48 \text{ mg/L}$ 的地表水、海水、水库水、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 1.7% ~ 3.2%。

10.2 准确度

六个实验室测定 $0.595 \text{ mg/L} \pm 0.026 \text{ mg/L}$ 的统一标样, 测得平均值为 0.592 mg/L , 相对误差为 0.5%; 对 $\text{NO}_3^- - \text{N}$ 含量 $0.763 \sim 11.75 \mu\text{g}$ 的地表水、海水、水库水、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 $0.83 \sim 10.00 \mu\text{g}$, 加标回收率在 91% ~ 106% 之间。
