

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 196 2005

水质 凯氏氮的测定

气相分子吸收光谱法

Water quality—Determination of Kjeldahl—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 | |
| 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 水样的预处理 | 2 |
| 9 步骤 | 3 |
| 10 结果的计算 | 3 |
| 11 精密度和准确度 | 3 |

HJ/ T 196—2005

前 言

本标准规定了凯氏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 凯氏氮的测定 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、江河水中凯氏氮的测定,检出限 0.020mg/L,测定下限 0.100mg/L,测定上限 200mg/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 11891-89 水质 凯氏氮的测定 蒸馏光度法

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

将水样中游离氨、铵盐和有机物中的胺转变成铵盐,用次溴酸盐氧化剂,将铵盐氧化成亚硝酸盐后,以亚硝酸盐氮的形式采用气相分子吸收光谱法测定水样中凯氏氮。

5 试剂

本标准使用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 $0.7\mu\text{S}/\text{cm}$ 的去离子水。

5.1 无氨水的制备:将去离子水用硫酸调至 $\text{pH}<2$ 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: $C(\text{HCl})=6\text{mol}/\text{L}$ 。

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

5.4 无水乙醇。

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

5.6 硫酸(H_2SO_4): $\rho=1.84$ 。

5.7 硫酸钾(K_2SO_4): 固体。

5.8 硫酸铜溶液, 5%: 称取 5g 硫酸铜 (CuSO_4) 溶解于水, 稀释至 100ml。

5.9 氢氧化钠溶液, 40%: 称取 200g 氢氧化钠(NaOH)于含有 600ml 水的 1000ml 烧杯中, 盖上表面皿, 加热煮沸, 蒸发至 500ml, 冷却后于聚乙烯瓶中密闭保存。

5.10 溴百里酚蓝指示剂: 称取 0.1g 溴百里酚蓝 ($\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{O}_5\text{Br}_2\text{S}$) 于小烧杯中, 加入 2ml 无水乙醇 (5.3), 搅拌成湿盐状, 加水至 100ml 摇匀。

5.11 溴酸盐混合液: 称取 1.25g 溴酸钾 (KBrO_3) 及 10g 溴化钾 (KBr), 溶解于 500ml 水中, 此溶液为贮备液, 常年稳定。

5.12 次溴酸盐氧化剂: 吸取 1.0ml 溴酸盐混合液 (5.11) 于棕色磨口试剂瓶中, 加入 50ml 水及 3.0ml

HJ/ T 196—2005

盐酸(5.2),立即密塞,充分摇匀,于暗处放置5min,加入50ml 氢氧化钠(5.9),充分摇匀,待小气泡逸尽再使用。该试剂临时配制,配制时,所用试剂、水和室内温度应不低于18。

5.13 亚硝酸盐氮标准贮备液(0.500mg/ml):称取预先在105~110干燥4h的光谱纯亚硝酸钠(NaNO_2)2.463g溶解于水,转入1000ml容量瓶中,加水稀释至标线,摇匀。

5.14 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(5.13),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

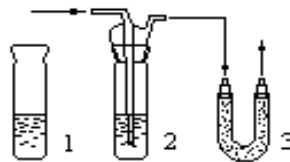
6.1.1 气相分子吸收光谱仪。

6.1.2 锌(Zn)空心阴极灯。

6.1.3 微量可调移液器:50~250 μl 。

6.1.4 可调定量加液器:300ml 无色玻璃瓶,加液量0~5ml。

6.1.5 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的标准磨口玻璃瓶;干燥管3中放入无水高氯酸镁(5.4)。将各部分用PVC软管连接于仪器(6.1.1)。



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

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。

7 水样的采集与保存

水样采集在聚乙烯瓶或玻璃瓶中,并应尽快分析,必要时加硫酸酸化样品至 $\text{pH}<2$,于2~5℃下保存。酸化时应注意防止吸收空气中的氨而沾污。

8 水样的预处理

8.1 水样的消解及氧化

8.1.1 消解:参照表1取样于250ml烧杯中,加入2.5ml硫酸(5.6)、1.2g硫酸钾(5.7)、0.4ml硫酸铜(5.8)摇匀。盖上表面皿,加热煮沸至冒白烟,并使溶液变清。降低加热温度,保持微沸状态30min。冷却后转入100ml容量瓶中,加水稀释至标线,摇匀。

HJ/ T 196—2005

表 1 凯氏氮量与相应取样体积

| 凯氏氮含量 (mg/L) | 取样体积 (ml) | 凯氏氮含量 (mg/L) | 取样体积 (ml) |
|--------------|-----------|--------------|-----------|
| ~ 5 | 50 | 10 ~ 50 | 10 |
| 5 ~ 10 | 25 | 50 ~ 200 | 5 |

8.1.2 氧化：吸取适量消解液（氮量 50 μ g）于 50ml 容量瓶中，加水至约 30ml，加入 1 滴溴百里酚蓝指示剂（5.10），缓慢滴加 40%氢氧化钠（5.9）至溶液变蓝。加入 15ml 次溴酸盐氧化剂（5.12），加水稀释至标线，密塞，充分摇匀，在不低于 18 的室温下氧化 20min，待测。

同时用水制备空白样。

9 步骤

9.1 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。

9.2 校准曲线的绘制

使用亚硝酸盐氮标准使用液（5.14）直接绘制凯氏氮的标准曲线。

用微量移液器（6.1.3）逐个移取 0、50、100、150、200、250 μ l 标准使用液（5.14）于样品反应瓶中，加水至 2ml，用定量加液器（6.1.4）加入 3ml 盐酸（5.3）及 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凯氏氮量（ μ g）绘制校准曲线。

9.3 水样的测定

取待测水样（8.1.2）2.0ml 于样品反应瓶中，以下操作同 9.2 校准曲线绘制。

测定试样前，测定空白试样，进行空白校正。

10 结果的计算

凯氏氮的含量按下式计算：

$$\text{凯氏氮}(N, \text{mg/L}) = \frac{m - m_0}{V \times \frac{V_1}{100} \times \frac{2}{50}}$$

式中： m ——根据校准曲线计算出的氮量（ μ g）；

m_0 ——根据校准曲线计算出的空白氮量（ μ g）；

V_1 ——分取消解后的水样体积（ml）；

V ——取样体积（ml）。

11 准确度和精密度

11.1 精密度

HJ/ T 196—2005

测定 $1.00\text{mg/L} \pm 0.05\text{mg/L}$ 凯氏氮统一标准样品 ($n=6$), 测得结果为 $0.99 \sim 1.03\text{mg/L}$, 平均值 1.00mg/L , 极差 $<0.05\text{mg/L}$ 。

11.2 准确度

测定 $1.00\text{mg/L} \pm 0.05\text{mg/L}$ 凯氏氮统一标样, 测得平均值 1.01mg/L , 相对误差 1.0% ; 对地表水样加入 $10\mu\text{g}$ 凯氏氮标样, 测得回收率为 $98.0\% \sim 101\%$ 。