

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 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
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 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	3
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 213.9nm 波长,方法的最低检出限为 0.003mg/L,测定下限 0.012mg/L,测定上限 10mg/L;在波长 279.5nm 处,测定上限可达 500mg/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 0.15 ~ 0.3mol/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 213.9nm 等波长处测得的吸光度与水样中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,均为符合国家标准和分析纯化学试剂;实验用水为新制备的去离子水。

4.1 柠檬酸溶液 $\text{C}(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O})=0.3\text{mol/L}$:称取 64g 柠檬酸,溶解于水,定容至 1000ml,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(0.500mg/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,移入 1000ml 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 $\mu\text{g/ml}$):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 。

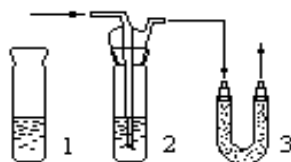
5.1.4 可调定量加液器:300ml 无色玻璃瓶,加液量 0 ~ 5ml。

5.1.5 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(4.3)。将各部分用 PVC 软管连接于仪器(5.1.1)。

5.1.6 无色玻璃滴瓶：50~100ml，内装无水乙醇（4.2）。

5.2 参考工作条件

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

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℃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。当亚硝酸盐氮浓度为0.2mg/L时，25mg/L SO_3^{2-} 、10mg/L $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 、30mg/L I^- 、20mg/L SCN^- 、80mg/L Sn^{2+} 及100mg/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，30min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。

8.2 标准曲线的绘制

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2.5ml，用定量加液器（5.1.4）加入2.5ml柠檬酸（4.1）及0.5ml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2.50ml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

亚硝酸盐氮的含量按下式计算：

$$\text{亚硝酸盐氮}(N, \text{mg} / \text{L}) = \frac{m - m_0}{V}$$

式中： m ——根据校准曲线计算出样品的亚硝酸盐氮量（ 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 NO_2^- -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 0.102mg/L ，相对误差 0.0%；对 NO_2^- -N 含量 $0.152 \sim 2.23\mu\text{g}$ 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 $0.182 \sim 2.00\mu\text{g}$ ，加标回收率在 93%~106%之间。