

ICS 13.060
Z16

T/CHES XXX—20XX

团体标准

T/CHES XXX—20XX

水质 氨氮的测定

自动分析 纳氏试剂分光光度法

Water quality—Determination of ammonia nitrogen

—Automatic determination by Nessler's reagent spectrophotometry

(拟发布稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

中国水利学会 发布

T/CHES XXX—20XX

全国团体标准信息平台

全国团体标准信息平台

中国水利学会公告

20 年第 号（总第 号）

全国团体标准信息平台

经理事会批准，现决定发布《水质 氨氮的测定 自动分析 纳氏试剂分光光度法》（T/CHES XXXX—XXXX）标准，现予公告。

中国水利学会

年 月 日

全国团体标准信息平台

T/CHES XXX—20XX

全国团体标准信息平台

全国团体标准信息平台

目 次

| | |
|----------------------|---|
| 1 范围..... | 1 |
| 2 规范性引用文件..... | 1 |
| 3 方法原理..... | 1 |
| 4 试剂和材料..... | 1 |
| 5 仪器和设备..... | 3 |
| 6 样品..... | 3 |
| 6.1 样品的采集..... | 3 |
| 6.2 样品的保存..... | 3 |
| 7 分析步骤..... | 3 |
| 7.1 样品预处理..... | 3 |
| 7.2 仪器条件..... | 3 |
| 7.3 标准曲线..... | 4 |
| 7.3.1 手动配制—直接进样..... | 4 |
| 7.3.2 手动配制—蒸馏进样..... | 4 |
| 7.3.3 自动配制—蒸馏进样..... | 4 |
| 7.4 样品测定..... | 4 |
| 8 试验数据处理..... | 4 |
| 8.1 结果计算..... | 4 |
| 8.2 结果表示..... | 5 |
| 9 质量保证和质量控制..... | 5 |
| 9.1 质量保证..... | 5 |

| | |
|------------------|---|
| 9.2 质量控制..... | 5 |
| 10 精密度和准确度..... | 5 |
| 10.1 精密度..... | 5 |
| 10.1.1 直接进样..... | 5 |
| 10.1.2 蒸馏进样..... | 6 |
| 10.2 准确度..... | 6 |
| 10.2.1 直接进样..... | 6 |
| 10.2.2 蒸馏进样..... | 6 |
| 11 注意事项..... | 6 |
| 参考文献..... | 7 |

前 言

本标准参照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》和 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规则起草。

请注意本标准的某些内容可能涉及专利，本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由淮河流域水资源保护局淮河流域水环境监测中心提出，由中国水利学会归口。

本标准在执行过程中，请各单位注意总结经验，积累资料，随时将有关意见和建议反馈给淮河流域水资源保护局淮河流域水环境监测中心（安徽省蚌埠市治淮路 500 号，邮政编码 233001），以供今后修订时参考。

本标准起草单位：淮河流域水资源保护局淮河流域水环境监测中心、北京商河科兴仪器科技有限公司

本标准主要起草人：吴培任、杨刚、曹艳秀、何莉莉、陈雅丽、马威、王美荣、陈曦、马长江、王忠、王宝宝、王海兵、刘飞、卢建坤、李正挺、高林龙、张秀华、刘志刚

水质 氨氮的测定 自动分析纳氏试剂分光光度法

警示：本方法所使用试剂碘化汞剧毒、硫酸有强腐蚀性，实验人员应避免与其直接接触。

1 范围

本标准规定了测定水中氨氮的自动分析纳氏试剂分光光度法。

本标准适用于地表水、地下水、生活饮用水、生活污水和工业废水中氨氮的测定。

直接进样时，本方法检出限为 0.02 mg/L，测定范围为 0.08 mg/L~2.00 mg/L；蒸馏进样时，本方法检出限为 0.05 mg/L，测定范围为 0.20mg/L~8.00mg/L。样品浓度超过测定范围时，应经稀释后测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 5750.2 生活饮用水标准检验方法 水样的采集与保存

SL 219 水环境监测规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

3 方法原理

样品中的非离子氨或铵离子与纳氏试剂反应生成红棕色络合物，在波长 420 nm 处测量吸光度，吸光度与氨氮含量成正比。

4 试剂和材料

4.1 应使用符合国家标准和分析纯化学试剂，另有规定的除外。实验用水均为无氨水。

4.2 硫酸（H₂SO₄）：ρ=1.84 g/mL。

4.3 无氨水：参照 GB/T 603 规定的无氨水制备方法制备。

4.4 盐酸（HCl）：ρ=1.18 g/mL。

T/CHES XXX—20XX

- 4.5 氢氧化钠 (NaOH)。
- 4.6 硼酸 (H_3BO_3)。
- 4.7 酒石酸钾钠 ($\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)。
- 4.8 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)。
- 4.9 碘化钾 (KI)。
- 4.10 碘化汞 (HgI_2)。
- 4.11 氯化铵 (NH_4Cl)：优级纯，在 105 °C 干燥 2 h，保存于干燥器中备用。
- 4.12 针式滤头：水相，直径 25 mm，孔径 0.45 μm 。
- 4.13 淀粉-碘化钾试纸。
- 4.14 盐酸溶液： $c=1 \text{ mol/L}$ 。量取 8.5 mL 盐酸 (4.4) 溶于适量水中，用水稀释至 100 mL。
- 4.15 氢氧化钠溶液： $c=1 \text{ mol/L}$ 。称取 4.0 g 氢氧化钠 (4.5) 溶于适量水中，用水稀释至 100 mL。
- 4.16 氢氧化钠溶液： $c=0.1 \text{ mol/L}$ 。称取 4.0 g 氢氧化钠 (4.5) 溶于适量水中，用水稀释至 1000 mL。
- 4.17 硼酸溶液：称取 5.0 g 硼酸 (4.6) 溶于适量水中，用水稀释至 1000 mL。
- 4.18 酒石酸钾钠溶液：称取 50.0 g 酒石酸钾钠 (4.7) 溶于适量水中，加热煮沸以驱除氨，冷却后用水稀释至 100 mL。
- 4.19 硫代硫酸钠溶液：称取 3.5 g 硫代硫酸钠 (4.8) 溶于适量水中，用水稀释至 1000 mL。
- 4.20 碘化钾溶液：称取 30.0 g 碘化钾 (4.9) 溶于适量水中，用水稀释至 500 mL，避光保存。
- 4.21 纳氏试剂 (碘化汞-碘化钾-氢氧化钠溶液)：称取 16.0 g 氢氧化钠 (4.5) 溶于 50 mL 水中，冷却至室温。称取 7.0 g 碘化钾 (4.9) 和 10.0 g 碘化汞 (4.10) 溶于 20 mL 水中，在搅拌下，将此溶液缓缓加入到上述 50 mL 氢氧化钠溶液中，用水稀释至 500 mL。
- 4.22 氨氮标准贮备液： $\rho(\text{N})=1000 \text{ mg/L}$ 。称取 3.8190 g 氯化铵 (4.11) 溶于适量水中，转移入 1000 mL 容量瓶中，用水定容。
- 4.23 氨氮标准使用液 I： $\rho(\text{N})=40.0 \text{ mg/L}$ 。吸取 10.00 mL 氨氮标准贮备液 (4.22) 于 250 mL 容量瓶中，用水定容。临用前配制。
- 4.24 氨氮标准使用液 II： $\rho(\text{N})=10.0 \text{ mg/L}$ 。吸取 5.00 mL 氨氮标准贮备液 (4.22) 于 500 mL 容量瓶中，用水定容。临用前配制。

5 仪器和设备

5.1 氨氮自动分析仪（纳氏试剂分光光度法）。

5.2 电子天平：分度值为 0.1 mg。

5.3 采样瓶：500 mL，玻璃或聚乙烯材质。

5.4 实验室常用仪器和设备。

6 样品

6.1 样品的采集

地表水、地下水样品的采集按照 SL 219 的相关规定执行。

生活饮用水样品的采集按照 GB/T 5750.2 的相关规定执行。

生活污水和工业废水的采集按照 HJ/T 164 的相关规定执行。

6.2 样品的保存

向样品中加入数滴硫酸（4.2），将样品 pH 调至 ≤ 2 ，在 0℃~4℃可保存 24 h。若样品中存在余氯，可加入适量的硫代硫酸钠溶液（4.19）去除，用淀粉-碘化钾试纸（4.13）检验余氯是否除尽。

7 分析步骤

7.1 样品预处理

7.1.1 直接进样

澄清透明的清洁样品，用氢氧化钠溶液（4.15）将样品 pH 值调至 6~7 后可直接进样。

样品含有悬浮物干扰时，用氢氧化钠溶液（4.15）将样品 pH 值调至 6~7，用针式滤头（4.12）过滤后直接进样。

7.1.2 蒸馏进样

样品含有色度等其他干扰时，用氢氧化钠溶液（4.15）将样品 pH 值调至 6~7，用配有自动蒸馏装置的氨氮自动测定仪测定。

7.2 仪器条件

按仪器说明书要求设定工作参数并调试仪器。

7.3 标准曲线

7.3.1 手动配制—直接进样

取 8 支 50 mL 容量瓶，分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 氨氮标准使用液 II（4.24），用水定容，混匀，配制成氨氮的质量浓度为 0.00 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.80 mg/L、1.20 mg/L、1.60 mg/L、2.00 mg/L 的标准系列溶液，并将其倒入相应样品管中，按仪器条件（7.2）测定标准系列溶液，以仪器信号值为纵坐标，以其对应的氨氮质量浓度（mg/L）为横坐标，拟合标准曲线。

7.3.2 手动配制—蒸馏进样

取 8 支 50 mL 容量瓶，分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.0 mL 氨氮标准使用液 I（4.23），用水定容，混匀，配制成氨氮的质量浓度为 0.00 mg/L、0.40 mg/L、0.80 mg/L、1.60 mg/L、3.20 mg/L、4.80 mg/L、6.40 mg/L、8.00 mg/L 的标准系列溶液，并将其倒入相应样品管中，按仪器条件（7.2）测定标准系列溶液，以仪器信号值为纵坐标，以其对应的氨氮质量浓度（mg/L）为横坐标，拟合标准曲线。

7.3.3 自动配制—蒸馏进样

取不少于 100 mL 氨氮标准使用液 II（4.24）于标样杯中，设定仪器条件，使自动配制的氨氮标准系列溶液质量浓度为 0.00 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L 和 8.00 mg/L，按仪器条件（7.2）测定标准系列溶液，以仪器信号值为纵坐标，以其对应的氨氮质量浓度（mg/L）为横坐标，拟合标准曲线。

7.4 样品测定

应根据样品实际情况，选择合适的预处理方法，按照样品预处理（7.1）的步骤处理样品，按照仪器条件（7.2）测定。

8 试验数据处理

8.1 结果计算

样品中氨氮的质量浓度以 N 计，按照公式（1）计算：

$$\rho_N = \rho \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ_N ——样品中氨氮的质量浓度，mg/L；

ρ ——根据仪器拟合标准曲线测得的氨氮质量浓度，mg/L；

f ——样品稀释倍数。

8.2 结果表示

测定结果大于等于 1 mg/L 时，结果保留三位有效数字；小于 1 mg/L 时，结果保留小数点后两位。

9 质量保证和质量控制

9.1 质量保证

试剂、玻璃器皿和仪器可能存在干扰测定的污染物，应采用实验室空白控制试验过程中的污染。

9.2 质量控制

9.2.1 实验室空白

样品分析前应检测实验室空白，用实验用水代替样品进行检测。实验室空白测定值应低于检出限，若超出检出限，应查明污染源并进行消除。

9.2.2 标准曲线

标准曲线的相关系数应 ≥ 0.999 ，否则应重新制作标准曲线。

每测定 20 个样品应测定一个标准曲线中间浓度点溶液，其测定值与理论值的相对偏差应 $\leq 5\%$ ，否则应重新制作标准曲线。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

10.1.1 直接进样

采用直接进样分别对氨氮浓度为 0.268 mg/L、0.904 mg/L 和 1.78 mg/L 的样品统一进行 6 次平行测定，实验室内相对标准偏差分别为 0.67%~1.41%、0.23%~0.96%、0~0.78%；实验室间相对标准偏差分别为 2.22%、1.40%和 2.10%；重复性限分别为 0.009 mg/L、0.017 mg/L 和 0.023mg/L，再现性限分别为 0.018mg/L、0.039 mg/L 和 0.107 mg/L。

10.1.2 蒸馏进样

采用蒸馏进样分别对氨氮浓度为 0.904mg/L、1.78mg/L 和 6.75mg/L 的样品统一进行 6 次平行测定，实验室内相对标准偏差分别为：1.43%~2.05%、1.32%~2.77%、0.55%~1.77%；实验室间相对标准偏差分别为 1.37%、0.88%和 1.07%；重复性限分别为 0.044 mg/L、0.091 mg/L 和 0.229 mg/L，再现性限分别为 0.053 mg/L、0.094 mg/L 和 0.289 mg/L。

10.2 准确度

10.2.1 直接进样

采用直接进样分别对氨氮浓度为为 (0.268 ± 0.014) mg/L、 (0.904 ± 0.042) mg/L 和 (1.78 ± 0.07) mg/L 的有证标准物质进行测定，相对误差分别为-2.99%~2.24%，-1.88%~1.88%和-2.24%~2.24%，相对误差最终值分别为-0.68%±4.48%，-0.13%±2.78%和 0.19%±4.16%。

采用直接进样分别对地表水、地下水、饮用水、生活污水和工业废水样品进行加标测定，加入浓度为 0.20 mg/L~1.00 mg/L，回收率为 92.0%~104.5%。

10.2.2 蒸馏进样

采用蒸馏进样分别对氨氮浓度为 (0.904 ± 0.042) mg/L、 (1.78 ± 0.07) mg/L 和 (6.75 ± 0.25) mg/L 的有证标准物质进行测定，相对误差分别为-2.32%~0.88%，-2.81%~-0.56%和-2.37%~0.30%，相对误差最终值分别为-1.01%±2.70%，-1.31%±1.70%和-0.74%±2.06%。

采用蒸馏进样分别对地表水、地下水、饮用水、生活污水和工业废水样品进行加标测定，加入浓度为 0.40 mg/L~3.00 mg/L，回收率为 89.3%~106.4%。

11 注意事项

11.1 酒石酸钾钠试剂中铵盐含量较高时，应加入少量氢氧化钠溶液，煮沸蒸发掉溶液体积的 20%~30%，冷却后用无氨水稀释至原体积。

注：酒石酸钾钠试剂中铵盐含量较高时，仅加热煮沸不能完全除去氨。

11.2 本方法产生的废液中含有汞盐，应收集后委托有资质单位处理。

参考文献

- [1] HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范
- [2] HJ 168 环境监测 分析方法标准制修订技术导则
- [3] HJ 535 水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法

全国团体标准信息平台

全国团体标准信息平台

中国水利学会（CHES）是由水利科学技术工作者和团体自愿组成，依法登记成立的全国性、学术性、非营利性社会团体，是由我国近代水利科学先驱李仪祉先生为代表的一批学者，以“联络水利工程同志、研究水利技术、促进水利建设”为宗旨，于1931年倡议成立的，是我国历史上第一个水利学术团体。

中国水利学会目前拥有8万余会员，是推动我国水利科技事业发展和人才成长成才的一支重要社会力量。中国水利学会业务领域涵盖标准化、学术交流、科学普及、期刊主办、科技奖励、成果评价、人才举荐、职称考试、专业认证、展览展示等。

根据国务院《深化标准化工作改革方案》（国发〔2015〕13号）和国家标准委《国家标准委办公室关于下达团体标准试点工作任务的通知》（标委办公一〔2015〕80号）等文件要求，中国水利学会作为首批团体标准研制试点单位，于2015年8月启动中国水利学会标准有关工作。

中国水利学会标准按《中国水利学会标准管理办法》（试行）进行制定和管理。

在中国水利学会标准实施过程中，如发现需要修改或补充之处，请将意见和有关资料反馈至中国水利学会，以便修订时参考。

本标准为中国水利学会组织编制，其版权归中国水利学会所有。除了用于国家法律或事先得到中国水利学会的许可外，不许以任何形式再复制本标准。

中国水利学会地址：北京市西城区白广路二条16号中国水务大厦三层

邮政编码：100053 电话：010-63204533 传 真：010-63203239

网 址：<http://www.ches.org.cn/>

电子信箱：jgli@mwr.gov.cn

全国团体标准信息平台

全国团体标准信息平台