

团 体 标 准

T/CHES 27—2019

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

2019-03-01 发布

2019-05-01 实施

中国水利学会 发布

中国水利学会公告

中国水利学会关于批准发布《胶结泥沙人工 防汛石材》等 5 项团体标准的公告

2019 年第 1 号（总第 3 号）

经理事长专题办公会批准，决定发布《胶结泥沙人工防汛石材》等 5 项团体标准，现予公告。
标准自 2019 年 5 月 1 日起实施。

序号	标准名称	标准编号	批准日期	实施日期
1	胶结泥沙人工防汛石材	T/CHES 23—2019	2019. 3. 1	2019. 5. 1
2	气动盾形闸门系统设计规范	T/CHES 24—2019	2019. 3. 1	2019. 5. 1
3	组合式金属防洪挡板技术规范	T/CHES 25—2019	2019. 3. 1	2019. 5. 1
4	水质 高锰酸盐指数的测定 气相分子吸收光谱法	T/CHES 26—2019	2019. 3. 1	2019. 5. 1
5	水质 氨氮的测定 自动分析纳氏试剂分光光度法	T/CHES 27—2019	2019. 3. 1	2019. 5. 1

中国水利学会
2019 年 3 月 14 日

目 次

前言	IV
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	2
6 样品	2
6.1 样品的采集	2
6.2 样品的保存	2
7 分析步骤	2
7.1 样品预处理	2
7.2 仪器条件	3
7.3 标准曲线	3
7.4 样品测定	3
8 试验数据处理	3
8.1 结果计算	3
8.2 结果表示	3
9 质量保证和质量控制	4
9.1 质量保证	4
9.2 质量控制	4
10 精密度和准确度	4
10.1 精密度	4
10.2 准确度	4
11 注意事项	5
参考文献	6

前 言

本标准依据 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 0.02mg/L，测定范围为 0.08~2.00mg/L；蒸馏进样时，本方法检出限为 0.05mg/L，测定范围为 0.20~8.00mg/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

下列文件对于本标准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标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

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 420nm 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的分析纯化学试剂，另有规定的除外。实验用水均为无氨水。

4.2 硫酸（ H_2SO_4 ）： $\rho=1.84\text{g/mL}$ 。

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 ）： $\rho=1.18\text{g/mL}$ 。

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℃干燥 2h，保存于干燥器中备用。

4.12 针式滤头：水相，直径 25mm，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 8.5mL 盐酸（4.4）溶于适量水中，用水稀释至 100mL。

4.15 氢氧化钠溶液： $c=1\text{mol/L}$ 。称取 4.0g 氢氧化钠（4.5）溶于适量水中，用水稀释至 100mL。

4.16 氢氧化钠溶液： $c=0.1\text{mol/L}$ 。称取 4.0g 氢氧化钠（4.5）溶于适量水中，用水稀释至 1000mL。

4.17 硼酸溶液：称取 5.0g 硼酸（4.6）溶于适量水中，用水稀释至 1000mL。

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 100mL。

4.19 硫代硫酸钠溶液：称取 3.5g 硫代硫酸钠（4.8）溶于适量水中，用水稀释至 1000mL。

4.20 碘化钾溶液：称取 30.0g 碘化钾（4.9）溶于适量水中，用水稀释至 500mL，避光保存。

4.21 纳氏试剂（碘化汞-碘化钾-氢氧化钠溶液）：称取 16.0g 氢氧化钠（4.5）溶于 50mL 水中，冷却至室温。称取 7.0g 碘化钾（4.9）和 10.0g 碘化汞（4.10）溶于 20mL 水中，在搅拌下，将此溶液缓缓加入到上述 50mL 氢氧化钠溶液中，用水稀释至 500mL。

4.22 氨氮标准贮备液： $\rho(\text{N}) = 1000\text{mg/L}$ 。称取 3.8190g 氯化铵（4.11）溶于适量水中，转移入 1000mL 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 10.00mL 氨氮标准贮备液（4.22）于 250mL 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 5.00mL 氨氮标准贮备液（4.22）于 500mL 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 0.1mg。

5.3 采样瓶：500mL，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 值调至 ≤ 2 ，在 $0\sim 4^{\circ}\text{C}$ 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 50mL 容量瓶，分别加入 0.00mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 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 0.00mg/L、0.10mg/L、0.20mg/L、0.40mg/L、0.80mg/L、1.20mg/L、1.60mg/L、2.00mg/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 0.00mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.0mL 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 0.00mg/L、0.40mg/L、0.80mg/L、1.60mg/L、3.20mg/L、4.80mg/L、6.40mg/L、8.00mg/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 100mL 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 0.00mg/L、0.50mg/L、1.00mg/L、2.00mg/L、5.00mg/L 和 8.00mg/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：

$$\rho_N = \rho f \cdots \cdots \cdots (1)$$

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 1mg/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大于等于 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小于等于 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 0.268mg/L、0.904mg/L 和 1.78mg/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%和 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 0.009mg/L、0.017mg/L 和 0.023mg/L，再现性限分别为 0.018mg/L、0.039mg/L 和 0.107mg/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 (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 0.20~1.00mg/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
-