

# 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  
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 196—2005

中华人民共和国环境保护  
行业标准  
水质 凯氏氮的测定 气相分子吸收光谱法  
HJ/T 196—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](mailto: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: 1380209·038

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 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 准确度和精密度 .....	3

## 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 0.020 mg/L，测定下限 0.100 mg/L，测定上限 200 mg/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。

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 $\leq 0.7 \mu\text{S}/\text{cm}$ 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 100 ml 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： $c(\text{HCl}) = 6 \text{ mol/L}$ 。

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

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 ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )：原液，含量 95% ~ 98%。

5.7 硫酸钾 ( $\text{K}_2\text{SO}_4$ )：固体。

5.8 硫酸铜溶液，5%：称取 5g 硫酸铜 ( $\text{CuSO}_4$ ) 溶解于水，稀释至 100 ml。

5.9 氢氧化钠溶液，40%：称取 200 g 氢氧化钠 ( $\text{NaOH}$ ) 于含有 600 ml 水的 1 000 ml 烧杯中，盖上表面皿，加热煮沸，蒸发至 500 ml，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 0.1 g 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 2 ml 无水乙醇 (5.3)，搅拌成湿盐状，加水至 100 ml 摇匀。

5.11 溴酸盐混合液：称取 1.25 g 溴酸钾 ( $\text{KBrO}_3$ ) 及 10 g 溴化钾 ( $\text{KBr}$ )，溶解于 500 ml 水中，此溶液为贮备液，常年稳定。

5.12 次溴酸盐氧化剂：吸取 1.0 ml 溴酸盐混合液（5.11）于棕色磨口试剂瓶中，加入 50 ml 水及 3.0 ml 盐酸（5.2），立即密塞，充分摇匀，于暗处放置 5 min，加入 50 ml 氢氧化钠（5.9），充分摇匀，待小气泡逸尽再使用。该试剂临用时配制，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（0.500 mg/ml）：称取预先在 105 ~ 110 ℃ 干燥 4 h 的光谱纯亚硝酸钠（ $\text{NaNO}_2$ ）2.463 g 溶解于水，转入 1 000 ml 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  $\mu\text{g/ml}$ ）：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  $\mu\text{l}$ 。

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

6.1.5 气液分离装置（见图 1）：清洗瓶 1 及样品反应瓶 2 为容积 50 ml 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）。

1—清洗瓶；2—样品吹气反应瓶；  
3—干燥管

图 1 气液分离装置示意图

### 6.2 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：213.9 nm；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玷污。

## 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 250 ml 烧杯中，加入 2.5 ml 硫酸（5.6）、1.2 g 硫酸钾（5.7）、0.4 ml 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 30 min。冷却后转入 100 ml 容量瓶中，加水稀释至标线，摇匀。

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 $\leq 50 \mu\text{g}$ ）于 50 ml 容量瓶中，加水至约 30 ml，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 15 ml 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 20 min，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 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。

### 9.2 校准曲线的绘制

使用亚硝酸盐氮标准使用液（5.14）直接绘制凯氏氮的校准曲线。

用微量移液器（6.1.3）逐个移取 0、50、100、150、200、250  $\mu\text{l}$  标准使用液（5.14）于样品反应瓶中，加水至 2 ml，用定量加液器（6.1.4）加入 3 ml 盐酸（5.3）及 0.5 ml 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（ $\mu\text{g}$ ）绘制校准曲线。

### 9.3 水样的测定

取待测水样（8.1.2）2.0 ml 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（mg/L）按下式计算：

$$\text{凯氏氮} = \frac{m - m_0}{V \times \frac{V_1}{100} \times \frac{2}{50}}$$

式中： $m$ ——根据校准曲线计算出水样中氮量， $\mu\text{g}$ ；

$m_0$ ——根据校准曲线计算出的空白氮量， $\mu\text{g}$ ；

$V_1$ ——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

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

### 11.2 准确度

测定 1.00 mg/L  $\pm 0.05$  mg/L 凯氏氮统一标样，测得平均值 1.01 mg/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% ~ 101%。