

HJ

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/T 101—2003

氨氮水质自动分析仪技术要求

The technical requirement for
water quality automatic analyzer of ammonia

2003-03-28 发布

2003-07-01 实施

国家环境保护总局 发布

国家环境保护总局关于发布 《pH水质自动分析仪技术要求》等9项 环境保护行业标准的公告

环发[2003]57号

为贯彻落实《中华人民共和国环境保护法》和《中华人民共和国水污染防治法》，提高环境监测工作能力，加强环境管理，保护水环境，现批准《pH水质自动分析仪技术要求》等9项标准为环境保护行业标准，并予以发布。

标准编号、名称如下：

- HJ/T 96—2003 pH水质自动分析仪技术要求
- HJ/T 97—2003 电导率水质自动分析仪技术要求
- HJ/T 98—2003 浊度水质自动分析仪技术要求
- HJ/T 99—2003 溶解氧(DO)水质自动分析仪技术要求
- HJ/T 100—2003 高锰酸盐指数水质自动分析仪技术要求
- HJ/T 101—2003 氨氮水质自动分析仪技术要求
- HJ/T 102—2003 总氮水质自动分析仪技术要求
- HJ/T 103—2003 总磷水质自动分析仪技术要求
- HJ/T 104—2003 总有机碳(TOC)水质自动分析仪技术要求

以上标准为推荐性标准，由中国环境科学出版社出版，自2003年7月1日起实施。
特此公告。

2003年3月28日

前 言

为贯彻执行《中华人民共和国环境保护法》、《中华人民共和国水污染防治法》，提高我国水环境监测工作的能力，实现水质监测的自动化和现代化，以期达到地表水水质预警监测、污染源总量监测与控制的目的，制订本标准。

本标准规定了氨氮水质自动分析仪的研制生产以及性能检验、选型使用、日常校核等方面的主要技术要求。

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准由国家环境保护总局负责解释。

氨氮水质自动分析仪技术要求

1 范围

本技术要求规定了地表水、工业污水和市政污水的基于电极法和分光光度法的氨氮水质自动分析仪的技术性能要求和性能试验方法，适用于该类仪器的研制生产和性能检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- GB 7479—87 水质 铵的测定 纳氏试剂比色法
- GB 7481—87 水质 铵的测定 水杨酸分光光度法
- GB 7478—87 水质 铵的测定 蒸馏和滴定法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1 试样

指导入自动分析仪的地表水、工业污水和市政污水。

3.2 校正液

为了获得与试样氨氮浓度相同的指示值所配制的溶液，有以下几种。

- 3.2.1 零点校正液。
- 3.2.2 量程校正液。

3.3 零点漂移

指采用本技术要求中规定的零点校正液为试样连续测试，自动分析仪的指示值在一定时间内变化的大小相对于量程的百分率。

3.4 量程漂移

指采用本技术要求中规定的量程校正液为试样连续测试，相对于自动分析仪的测定量程，仪器指示值在一定时间内变化的大小相对于量程的百分率。

3.5 平均无故障连续运行时间

指自动分析仪在检验期间的总运行时间（h）与发生故障次数（次）的比值，以“MTBF”表示，单位为：h/次。

3.6 响应时间（ T_{90} ）

将电极从零点校正液移入标准液中，测定指示值达到量程校正液 90% 所需要的时间。

4 测定范围

测量最小范围：（1）电极法为 0.05~100 mg/L；（2）光度法为 0.05~50 mg/L。

5 工作电压与频率

工作电压为单相（220±20）V，频率为（50±0.5）Hz。

6 性能要求

6.1 当采用第8项试验时，氨氮水质自动分析仪的性能必须满足表1的技术要求。

表1 氨氮水质自动分析仪的性能指标

项 目	电 极 法		光 度 法	
	性 能	试验方法	性 能	试验方法
重复性误差	±5%	8.4.1	±10%	8.5.1
零点漂移	±5%	8.4.2	±10%	8.5.2
量程漂移	±5%	8.4.3	±10%	8.5.3
响应时间 (T ₉₀)	5 min 以内	8.4.4	—	—
直线性	—	—	±10%	8.5.4
温度补偿精度	±0.1 mg/L 以内	8.4.5	—	—
MTBF	≥720 h/次	8.4.6	≥720 h/次	8.5.5
实际水样比对试验	±10%	8.4.7	±10%	8.5.6

6.2 系统具有设定、校对和显示时间功能，包括年、月、日和时、分。

6.3 当系统意外断电且再度上电时，系统能自动排出断电前正在测定的试样和试剂、自动清洗各通道、自动复位到重新开始测定的状态。若系统在断电前处于加热消解状态，再次通电后系统能自动冷却，之后自动复位到重新开始测定的状态。

6.4 当试样或试剂不能导入反应器时，系统能通过蜂鸣器报警并显示故障内容。同时，停止运行直至系统被重新启动。

7 仪器构造

7.1 一般构造 必须满足以下各项要求。

7.1.1 结构合理，产品组装坚固、零部件紧固无松动。

7.1.2 在正常的运行状态下，可平稳工作，无安全危险。

7.1.3 各部件不易产生机械、电路故障，构造无安全危险。

7.1.4 具有不因水的浸湿、结露等而影响自动分析仪运行的性能。

7.1.5 便于维护、检查作业，无安全危险。

7.1.6 显示器无污点、损伤。显示部分的字符笔画亮度均匀、清晰；无暗角、黑斑、彩虹、气泡、暗显示、隐划、不显示、闪烁等现象。

7.1.7 说明功能的文字、符号、标志应符合本标准“9 标识”的规定。

7.2 构造

7.2.1 采用电极法的氨氮自动分析仪由测量单元、信号转换器、显示记录、数据处理、信号传输单元等构成。

7.2.1.1 采样部分 有完整密闭的采样系统。

7.2.1.2 测量单元 指将试样经络合、调节 pH 或调节离子强度后，将试样通过电极系统，产生的信号稳定地传输至指示记录单元。由试样前处理装置，氨气敏（或氨选择性）电极，参比电极，温度补偿传感器及电极支持部分等构成。

7.2.1.3 温度补偿传感器 指铂，镍，热电偶等温度传感器。

7.2.1.4 电极支持部分 指固定电极的电极套管，由不锈钢、硬质聚氯乙烯、聚丙烯等不受试样侵蚀的材质构成。

- 7.2.1.5 信号转换器及显示器 具有防水滴构造, 电极与转换器的距离应尽可能短。
- 7.2.2 采用光度法的氨氮自动分析仪的构成应包括: 计量单元, 反应器单元, 检测单元, 试剂贮存单元(根据需要)以及显示记录、数据处理、信号传输等单元。
- 7.2.2.1 计量单元 指计量一定量的试样及试剂并送入反应器单元的部分, 由试样导入管、试剂导入管、试样计量器、试剂计量器等部分构成。
- 7.2.2.1.1 试样导入管 由不被试样侵蚀的塑料、玻璃、橡胶等材质构成, 为了准确地将试样导入计量器, 试样导入管应有泵或试样贮槽(罐)。
- 7.2.2.1.2 试剂导入管 由玻璃或性能优良、耐试剂侵蚀的塑料、橡胶等材质构成, 为了准确地将试剂导入计量器, 试剂导入管应有泵。
- 7.2.2.1.3 试样计量器 由不被试样侵蚀的玻璃、塑料等材质构成, 能准确计量进样量。
- 7.2.2.1.4 试剂计量器 由玻璃或性能优良、耐试剂侵蚀的塑料等材质构成, 能准确计量试剂加入量。
- 7.2.2.2 反应器单元 指进行显色反应的反应槽部分。由耐热性、耐试剂侵蚀性良好的硬质玻璃等构成, 其形状易于清洗操作。
- 7.2.2.3 检测单元 由终点指示器(如光度计)及信号转换器构成。
- 7.2.2.3.1 终点指示器(如光度计)。
- 7.2.2.3.2 信号转换器 具有将测定值转换成电信号输出的功能, 其构造可调整测定范围。
- 7.2.2.4 试剂贮存单元
- 7.2.2.4.1 纳氏试剂比色法 由纳氏试剂溶液, 酒石酸钾钠溶液, 氨氮标准溶液, 硫酸锌溶液, NaOH溶液等的贮存槽组成, 所用材质具有不受各贮存试剂侵蚀的性能。各贮存槽贮存的试剂量能保证运行1周以上。
- 7.2.2.4.2 水杨酸光度法 由显色溶液, 次氯酸钠溶液, 氨氮标准溶液, 亚硝基五氟络铁(Ⅲ)钠溶液, KOH清洗液等的贮存槽组成, 所用材质具有不受各贮存试剂侵蚀的性能。各贮存槽贮存的试剂量能保证运行1周以上。
- 7.3 显示记录单元 具有将氨氮测量值以等分刻度、数字形式显示记录、打印下来的功能。
- 7.4 数据传输装置 有完整的数据采集、传输系统。
- 7.5 附属装置 根据需要, 氨氮自动分析仪可配置以下附属装置。
- 7.5.1 清洗装置 指采用水等流体清洗电极或反应系统的清洗装置等。
- 7.5.2 自动采水装置 指自动采集试样并将其以一定流速输送至电极或反应单元的装置。

8 检验方法

8.1 试验条件

- 8.1.1 环境温度 在10~30℃之间, 温度变化幅度在±5℃以内。
- 8.1.2 相对湿度 (65±20)%。
- 8.1.3 电压 规定的电压(220±10%)V。
- 8.1.4 电源频率 规定的频率(50±1%)Hz。
- 8.1.5 流速 制造商规定的流速。
- 8.1.6 仪器预热时间 按说明书规定的时间。

8.2 试剂

- 8.2.1 水 按GB 7479—87方法获得无氨水。
- 8.2.2 零点校正液 采用8.2.1的水。
- 8.2.3 量程校正液 采用自动仪量程值80%的溶液作为量程校正液。
- 8.2.4 电极法氨氮标准液(10.0 mg/L) 由浓度为1 000 mg/L的氨氮标准储备溶液稀释获得。

8.2.5 光度法氨氮标准液 (25.0 mg/L) 由浓度为 1 000 mg/L 的氨氮标准储备溶液稀释获得。

8.2.6 其余试剂按照 GB 7479—87 和 GB 7481—87 方法或根据制造商提供的方法配制。

8.3 试验准备及校正

8.3.1 试验准备 长期处于干燥状态的氨电极, 应先将电极浸入水中浸泡过夜后, 与信号转换器连接。接通电源, 至试验开始前自动分析仪应预热 30 min 以上, 以使各部分功能及显示记录单元稳定。在电极受沾污情况下, 必要时应采用洗涤剂、0.01 mol/L 盐酸等洗涤后, 用流水充分洗净。

8.3.2 仪器预热运行 接通电源后, 按操作说明书规定的预热时间进行自动分析仪的预热运行, 以使各部分功能及显示记录单元稳定。

8.3.3 校正 按仪器说明书的校正方法, 用 8.2.2 和 8.2.3 校正液校正仪器零点和量程。交替进行零点校正和量程校正操作, 调节分析仪直至标准液的测定值与指示值之差在 ± 0.1 mg/L 以内为止。

备注: 采用电极法时, 在交替试验时, 应用蒸馏水充分洗净氨气敏电极, 以下同此。

8.4 电极法性能试验方法

8.4.1 重复性误差 在 8.1 的试验条件下, 测定零点校正液 6 次, 各次指示值作为零值。在相同条件下, 测定电极法量程校正液 6 次, 以各次测量值 (扣除零值后) 计算相对标准偏差。

8.4.2 零点漂移 采用零点校正液, 连续测定 24 h。利用该段时间内的初期零值 (最初的 3 次测定值的平均值), 计算最大变化幅度相对于量程值的百分率。

8.4.3 量程漂移 采用电极法量程校正液, 于零点漂移试验的前后分别测定 3 次, 计算平均值。由减去零点漂移成分后的变化幅度, 求出相对于量程值的百分率。

8.4.4 响应时间 (T_{90}) 将电极从零点校正液移入标准液中, 测定指示值达到 9 mg/L 所需要的时间。

8.4.5 温度补偿精度 将带有温度补偿传感器的氨电极浸入量程校正液中, 在 10~30℃ 之间以 5℃ 的变化方式改变液温并测定自动分析仪的指示值。根据测定结果求出各测量值与该温度下量程校正液浓度值之差。

8.4.6 平均无故障连续运行时间 采用实际水样, 连续运行 2 个月, 记录总运行时间 (h) 和故障次数 (次), 计算平均无故障连续运行时间 (MTBF) ≥ 720 h/次 (此项指标可在现场进行考核)。

8.4.7 实际水样比对实验 选择 5 种或 5 种以上实际水样, 分别以自动监测仪器与国标方法 (GB 11894—89) 对每种水样的高、中、低三种浓度水平进行比对实验, 每种水样在高、中、低三种浓度水平下的比对实验次数应分别不少于 15 次, 计算该种水样相对误差绝对值的平均值 (A)。比对实验过程应保证自动分析仪与国标方法测试水样的一致性。

$$A = \frac{\sum |X_n - B|}{nB}$$

式中: X_n ——第 n 次测量值;

B ——水样以国标方法 (GB 7479—87 或 GB 7481—87) 测定所得测量值;

n ——为比对实验次数。

8.5 光度法性能试验方法

8.5.1 重复性误差 在 8.1 的试验条件下, 测定零点校正液 3 次, 各次指示值作为零值。在相同条件下, 测定光度法量程校正液 6 次, 以各次测量值 (扣除零值后) 计算相对标准偏差。

8.5.2 零点漂移 同 8.4.2。

8.5.3 量程漂移 采用光度法量程校正液, 于零点漂移试验的前后分别测定 3 次, 计算平均值。由减去零点漂移成分后的变化幅度, 求出相对于量程值的百分率。

8.5.4 线性 将分析仪校正零点和量程后, 导入光度法氨氮标准液 (25.0 mg/L), 读取稳定后的指示值。求出该指示值对应的氨氮浓度与氨氮标准液的氨氮浓度之差相对于量程值的百分率。

8.5.5 平均无故障连续运行时间 同 8.4.6。

8.5.6 实际水样比对实验 同 8.4.7。

9 标识

在仪器上，必须在醒目处端正地表示以下有关事项，并符合国家的有关规定。

- 9.1 名称及型号。
- 9.2 测定对象。
- 9.3 测定范围。
- 9.4 使用温度范围。
- 9.5 电源类别及容量。
- 9.6 制造商名称。
- 9.7 生产日期和批号。
- 9.8 信号输出种类（必要时）。

10 操作说明书

操作说明书中，至少必须说明以下有关事项。

- 10.1 安装场所的选择。
- 10.2 试样流量。
- 10.3 配管及配线。
- 10.4 预热时间。
- 10.5 使用方法。
 - 10.5.1 测定的准备及校正方法。
 - 10.5.2 校正液的配制方法。
 - 10.5.3 测定操作方法。
 - 10.5.4 测定停止时的处置。
- 10.6 维护检查。
 - 10.6.1 日常检查方法。
 - 10.6.2 定期检查方法。
 - 10.6.3 电极或反应系统的清洗。
 - 10.6.4 故障时的对策。
- 10.7 其它使用上应注意的事项。

11 校验

11.1 日常校验 重现性、漂移和响应时间校准周期为每月至少进行一次现场校验，可自动校准或手工校准。

11.2 监督校验 安装的连续监测系统须定期进行校验，并将定期校验结果报送相应的环境保护行政主管部门。定期校验由具有相应资质的监测机构承担。

定期校验主要包括按环境监测技术规范进行现场比对测试、对运行数据和日常运行记录审核检查等。