

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/T 346 — 2007

水质 硝酸盐氮的测定 紫外分光光度法(试行)

Water quality-Determination of nitrate-nitrogen-Ultraviolet
spectrophotometry

2007-03-10 发布

2007-05-01 实施

国家环境保护总局 发布

HJ/T 346—2007

中华人民共和国环境保护
行业标准
水质 硝酸盐氮的测定 紫外分光光度法(试行)
HJ/T 346—2007

*

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

电话: 010-67112738

印刷厂印刷

版权专有 违者必究

*

2007年5月第1版 开本 880×1230 1/16

2007年5月第1次印刷 印张 0.75

印数 1—2000 字数 30千字

统一书号: 1380209·100

定价: 10.00元

目 次

前言	iv
1 适用范围	1
2 原理	1
3 试剂	1
4 仪器	1
5 干扰的消除	1
6 步骤	1
7 结果的计算	2
8 精密度和准确度	2

前 言

为规范《地表水环境质量标准》(GB 3838—2002)的实施工作,制定本试行标准。

本标准规定了地表水、地下水中硝酸盐氮的紫外分光光度测定方法。

本标准适用于地表水、地下水中硝酸盐氮的测定。

本标准为首次制定。

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准由国家环境保护总局水和废水监测分析方法编委会组织中国环境监测总站等单位起草。

本标准国家环境保护总局 2007 年 3 月 10 日批准。

本标准自 2007 年 5 月 1 日起实施。

本标准由国家环境保护总局解释。

水质 硝酸盐氮的测定 紫外分光光度法(试行)

1 适用范围

本标准适用于地表水、地下水中硝酸盐氮的测定。方法最低检出质量浓度为 0.08 mg/L，测定下限为 0.32 mg/L，测定上限为 4 mg/L。

2 原理

利用硝酸根离子在 220 nm 波长处的吸收而定量测定硝酸盐氮。溶解的有机物在 220 nm 处也会有吸收，而硝酸根离子在 275 nm 处没有吸收。因此，在 275 nm 处作另一次测量，以校正硝酸盐氮值。

3 试剂

本标准所用试剂除另有注明外，均为符合国家标准的分析纯化学试剂；实验用水为新制备的去离子水。

3.1 氢氧化铝悬浮液：溶解 125 g 硫酸铝钾 $[\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 或硫酸铝铵 $[\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 于 1 000 ml 水中，加热至 60℃，在不断搅拌中，徐徐加入 55 ml 浓氨水，放置约 1 h 后，移入 1 000 ml 量筒内，用水反复洗涤沉淀，最后至洗涤液中不含硝酸盐氮为止。澄清后，把上清液尽量全部倾出，只留稠的悬浮液，最后加入 100 ml 水，使用前应振荡均匀。

3.2 硫酸锌溶液：10% 硫酸锌水溶液。

3.3 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 5 \text{ mol/L}$ 。

3.4 大孔径中性树脂：CAD-40 或 XAD-2 型及类似性能的树脂。

3.5 甲醇：分析纯。

3.6 盐酸： $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

3.7 硝酸盐氮标准贮备液：称取 0.722 g 经 105 ~ 110℃ 干燥 2 h 的优级纯硝酸钾 (KNO_3) 溶于水，移入 1 000 ml 容量瓶中，稀释至标线，加 2 ml 三氯甲烷作保存剂，混匀，至少可稳定 6 个月。该标准贮备液每毫升含 0.100 mg 硝酸盐氮。

3.8 0.8% 氨基磺酸溶液：避光保存于冰箱中。

4 仪器

4.1 紫外分光光度计。

4.2 离子交换柱 ($\phi 1.4 \text{ cm}$ ，装树脂高 5 ~ 8 cm)。

5 干扰的消除

溶解的有机物、表面活性剂、亚硝酸盐氮、六价铬、溴化物、碳酸氢盐和碳酸盐等干扰测定，需进行适当的预处理。本法采用絮凝共沉淀和大孔中性吸附树脂进行处理，以排除水样中大部分常见有机物、浊度和 Fe^{3+} 、 Cr^{6+} 对测定的干扰。

6 步骤

6.1 吸附柱的制备：新的大孔径中性树脂 (3.4) 先用 200 ml 水分两次洗涤，用甲醇 (3.5) 浸泡过夜，弃去甲醇 (3.5)，再用 40 ml 甲醇 (3.5) 分两次洗涤，然后用新鲜去离子水洗到柱中流出液滴落

于烧杯中无乳白色为止。树脂装入柱中时，树脂间绝不允许存在气泡。

6.2 量取 200 ml 水样置于锥形瓶或烧杯中，加入 2 ml 硫酸锌溶液 (3.2)，在搅拌下滴加氢氧化钠溶液 (3.3)，调至 pH 为 7。或将 200 ml 水样调至 pH 为 7 后，加 4 ml 氢氧化铝悬浮液 (3.1)。待絮凝胶团下沉后，或经离心分离，吸取 100 ml 上清液分两次洗涤吸附树脂柱，以每秒 1 至 2 滴的流速流出，各个样品间流速保持一致，弃去。再继续使水样上清液通过柱子，收集 50 ml 于比色管中，备测定用。树脂用 150 ml 水分三次洗涤，备用。树脂吸附容量较大，可处理 50 ~ 100 个地表水水样，应视有机物含量而异。使用多次后，可用未接触过橡胶制品的新鲜去离子水作参比，在 220 nm 和 275 nm 波长处检验，测得吸光度应接近零。超过仪器允许误差时，需以甲醇 (3.5) 再生。

6.3 加 1.0 ml 盐酸溶液 (3.6)，0.1 ml 氨基磺酸溶液 (3.8) 于比色管中，当亚硝酸盐氮低于 0.1 mg/L 时，可不加氨基磺酸溶液 (3.8)。

6.4 用光程长 10 mm 石英比色皿，在 220 m 和 275 m 波长处，以经过树脂吸附的新鲜去离子水 50 ml 加 1 ml 盐酸溶液 (3.6) 为参比，测量吸光度。

6.5 校准曲线的绘制：于 5 个 200 ml 容量瓶中分别加入 0.50、1.00、2.00、3.00、4.00 ml 硝酸盐氮标准贮备液 (3.7)，用新鲜去离子水稀释至标线，其质量浓度分别为 0.25、0.50、1.00、1.50、2.00 mg/L 硝酸盐氮。按水样测定相同操作步骤测量吸光度。

7 结果的计算

硝酸盐氮的含量按下式计算：
$$A_{校} = A_{220} - 2A_{275}$$

式中： A_{220} ——220 m 波长测得吸光度；

A_{275} ——275 m 波长测得吸光度。

求得吸光度的校正值 ($A_{校}$) 以后，从校准曲线中查得相应的硝酸盐氮量，即为水样测定结果 (mg/L)。水样若经稀释后测定，则结果应乘以稀释倍数。

8 精密度和准确度

四个实验室分析含 1.80 mg/L 硝酸盐氮的统一标准样品，实验室内相对标准偏差为 2.6%；实验室间总相对标准偏差为 5.1%；相对误差为 1.1%。