



团体标准

T/CAIASH023-2025

地表水 氨氮的测定 自动纳氏试剂光度法

Surface water—Determination of ammonia nitrogen—Automatic Nessler's reagent spectrophotometry

2025-07-01 发布

2025-08-01 实施

中国分析测试协会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国分析测试协会（CAIA）提出并归口。

地表水 氨氮的测定 自动纳氏试剂光度法

重要提示：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了用自动纳氏试剂光度法测定氨氮含量的方法。

本文件适用于地表水中氨氮含量的测定，方法检出限为 0.025 mg/L（以 N 计），测定范围为 0.070 mg/L~2.00 mg/L。其他类型水样可参考本文件执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范

HJ 535 水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法

SL 219 水环境监测规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义

4 原理

在碱性介质中，纳氏试剂和氨氮反应生成淡红棕色络合物。采用光度法测定氨氮含量，以空白扣除后的吸光度值和其对应的氨氮含量建立相应校准曲线。

5 试剂和材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。实验用水应符合 GB/T 6682 规定的三级水的要求。

5.1 氯化铵（ NH_4Cl ）

取适量氯化铵（优级纯）于称量瓶中，置于 105 °C 烘箱中干燥 2 h 后，于干燥器内冷却，备用。

5.2 纳氏试剂

称取 7.0 g 碘化钾 (HgI_2) 和 10.0 g 碘化汞 (HgI_2)，溶于水中，然后将此溶液在搅拌下，缓慢加入 50 mL 氢氧化钠溶液 (320 g/L) 中，用水稀释至 100 mL。贮于聚乙烯瓶内，用橡皮塞或聚乙烯盖子盖紧，于暗处存放。

5.3 酒石酸钾钠溶液，500 g/L

称取 50.0 g 酒石酸钾钠 ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 溶于 100 mL 水中，加热煮沸以驱除氨，充分冷却后稀释至 100 mL。

5.4 硫酸锌溶液，100 g/L

称取 10.0 g 硫酸锌 ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 溶于水中，稀释至 100 mL。

5.5 氢氧化钠溶液，250 g/L

称取 25 g 氢氧化钠 (NaOH) 溶于水中，稀释至 100 mL。

5.6 氨氮标准溶液

5.6.1 氨氮标准贮备液，1000 mg/L

可选择下列方法配制，亦可直接购买市售有证标准物质/标准样品。

称取 3.8190 g 氯化铵 (5.1)，溶于水中，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，可在 $2\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保存。

5.6.2 氨氮标准使用液，10 mg/L

吸取 5.00 mL 氨氮标准贮备液 (5.6.1) 于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。用前配制。

5.7 标准物质

要求使用有证标准物质/标准样品 (CRM)。

5.8 微孔滤膜过滤器

孔径为 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 。

6 仪器设备

6.1 自动氨氮分析仪：包括控制系统、数据处理系统、取样组件、预处理组件、加试剂组件、反应显色组件、光度检测组件。仪器工作环境需根据仪器说明书规定执行。

6.2 直型样品杯：高硼硅或石英。

6.3 天平：精度为万分之一的天平。

7 样品

7.1 水样采集与保存

水样的采集按照 SL 219 和 HJ 91.2 的相关规定执行。水样采集和保存应符合 HJ 535 的要求。

7.2 水样的预处理

水样采用絮凝沉淀后过滤检测。

分析仪可自动在装有 100 mL 水样的水样杯中添加 1.0 mL 硫酸锌溶液（5.4）和 0.1 mL~0.2 mL 氢氧化钠溶液（5.5），混匀，放置使之沉淀。

8 试验步骤

8.1 分析仪开机及准备

参考仪器说明书，开启分析仪，确保分析仪正常。

8.2 校准曲线建立

8.2.1 标准溶液配制

取 8 个 100 mL 容量瓶，分别加入氨氮标准使用液（5.6.2）0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、12.0 mL、16.0 mL、20.0 mL，用水稀释至刻度，混匀。标准系列中氨氮（以 N 计）的质量浓度分别为：0 mg/L、0.100 mg/L、0.200 mg/L、0.400 mg/L、0.600 mg/L、0.800 mg/L、1.20 mg/L、1.60 mg/L、2.00 mg/L。

8.2.2 校准曲线测定

各取 100 mL 系列标准溶液分别置于 8 个直型样品杯（6.2），分析仪取样组件从直型样品杯中定量移取 50.0 mL 标准溶液到反应显色组件中，加试剂组件自动加入 1.0 mL 酒石酸钾钠溶液（5.3），1.0 mL 纳氏试剂（5.2）到反应显色组件中，混匀。显色 10 min 后，光度检测组件在波长 420 nm±10 nm，光程 20 mm 下，以水做参比，自动检测吸光度。分析仪以空白扣除后的吸光度为纵坐标，以其对应的氨氮（以 N 计）含量为横坐标，绘制校准曲线。校准曲线相关系数应≥0.999，截距应在±0.005 以内。

8.3 水样测定

取水样按照水样的预处理（7.2）进行预处理或直接取水样，用水样代替标准溶液，分析仪按照校准曲线测定（8.2.2）相同的操作步骤测量吸光度，扣空白后通过校准曲线获得氨氮的质量浓度。

8.4 空白试验

取实验用水代替水样，分析仪按照水样测定（8.3）相同的操作步骤进行空白试样测定。实验室空白的吸光度应≤0.060。

9 试验数据处理

9.1 结果计算

根据公式（1）计算地表水水样中氨氮（以 N 计）的质量浓度：

$$\rho_{(N)} = \frac{\rho_1 \times V_1}{V} \quad (1)$$

式中： $\rho_{(N)}$ ——水样中氨氮的质量浓度（以 N 计），mg/L；

ρ_1 ——分析仪测得的氨氮质量浓度，mg/L；

V_1 ——水样定容体积，mL；

V ——水样取样体积，mL。

9.2 结果表示

当测定结果 $\rho_{(N)} < 1.00 \text{ mg/L}$ 时，保留至小数点后 3 位；当测定结果 $1.00 \text{ mg/L} \leq \rho_{(N)} < 10.0 \text{ mg/L}$ 时，保留至小数点后 2 位；当测定结果 $\rho_{(N)} \geq 10.0 \text{ mg/L}$ 时，保留至小数点后 1 位。

10 精密度

本文件的精密度已通过试验验证，精密度数据见附录A。

氨氮含量（ m ）与试验结果的重复性限（ r ）和再现性限（ R ）间关系如下：

重复性限 $r = 0.0729m^{0.641}$

再现性限 $R = 0.1773m^{0.6402}$

11 质量保证和质量控制

建立校准曲线，需要用标准样品确认校准曲线的有效性。

在样品检测过程中，每批次检测都应对标准样品进行检测，如标准样品测定值不在证书的扩展不确定度范围内，应重新建立校准曲线。标准样品的含量以被测物附近的浓度为宜。

12 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- a) 试验对象；
- b) 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- c) 结果；
- d) 观察到的异常现象；
- e) 试验日期。

附录 A
(资料性)
精密度数据

本文件的精密度试验由 8 个实验室对 7 个水平的地表水氨氮含量进行测定。每个实验室对每个水平测定 6 次。具体的重复性限 r 和再现性限 R 见表 A。

表A 精密度测试结果

平均值 (mg/L)	重复性限 r (mg/L)	再现性限 R (mg/L)
0.065	0.014	0.034
0.263	0.029	0.049
0.368	0.035	0.099
0.703	0.046	0.206
1.15	0.10	0.30
1.43	0.11	0.12
1.97	0.10	0.30

附录 B
（资料性）
起草单位和主要起草人

本文件主要起草单位：浙江省生态环境监测中心、杭州谱育科技发展有限公司。

本文件参与起草单位：中国环境监测总站、中国城市规划设计研究院、湖北省生态环境厅襄阳生态环境监测中心、杭州市萧山生态环境监测站、新密市疾病预防控制中心、中国疾病预防控制中心环境与健康相关产品安全所、浙江省质量科学研究院。

本文件起草人：陈晶、李文攀、梁涛、罗德伟、陈金汉、李莉、岳银玲、刘佳莹、许秀艳、王秋敏，唐晓燕，景炜杰、夏晓峰、刘晓庆、胡建坤、黄澈、李卓恩、李柯万。