

## F-HZ-HJ-SZ-ISO-023

### 水质—氮的测定—过硫酸盐氧化消解-分光光度法

#### 1 适用范围

本方法适用于水中以游离氨、铵盐、亚硝酸盐、硝酸盐和有机含氮化合物形式存在的、在氧化条件下可转变成硝酸盐的氮的测定，包括氯化铵、甲基橙、叠氮化钠、4—硝基苯酚、4—硝基苯胺、三磷酸腺苷、二甲基甲酰胺、吡啶、烟酸、EDTA 二钠盐、亚铁氰化钾、尿素、氯胺、1—氨基蒽醌—2—磺酸、硫脲。本法适用于自然新鲜的水、海水、饮用水、地表水和处理过的污水中氮的测定。

#### 2 原理概要

在一个密闭的提高了压力的容器中，试样中的氨、亚硝酸盐和一些有机含氮化合物在一个碱性缓冲、加热的条件下被过硫酸盐氧化成硝酸盐。接下来，让消解液通过一个装有镉粒（镉粒经硫酸铜溶液处理）的混合旋管来将硝酸盐还原为亚硝酸盐，生成的亚硝酸盐与 4-氨基苯磺酰胺和 N-（1-萘基）—1,2—二盐酸二氨基乙烷反应生成桃红色，在 540nm 处进行光度测量。

#### 3 主要仪器和试剂

##### 3.1 仪器

常规实验室仪器，均化器，消解容器，加热器，连续流动分析装置，还原柱，分光光度计。

##### 3.2 主要试剂

所用水为 ISO 3696 中所述的纯度为 3 级的水，其它试剂为分析纯。

4mol/L 硫酸，0.375mol/L 氢氧化钠，氧化剂溶液，5mol/L 盐酸，0.1mol/L 盐酸，200mg/L 甘氨酸溶液，2mg/L 甘氨酸溶液，硫酸铜溶液，经硫酸铜溶液处理的镉粒，氯化铵，显色试剂，湿试剂。

1000mg/L、100mg/L、4mg/L 硝酸盐溶液。

#### 4 过程简述

##### 4.1 采样

用塑料或玻璃瓶子采样，尽快分析，或在 2~5 保存，48 小时以内分析。

##### 4.2 消解

吸取适量试样放入干净的消解容器中，加入氧化剂溶液，立即密封并充分混合。加热消解，然后冷却至室温，振摇消解容器，然后定量的将此溶液转移到一个 100mL 的容量瓶中，加水定容至刻度。

##### 4.3 测试

需校准和做回收率实验、空白实验。

#### 5 准确度与精密度

实验室间数据验证，回收率：甲基橙 35%~38%，叠氮化钠 7%~17%，其余化合物均在 72%~107%。

#### 6 来源

国际标准化组织，ISO 11905-1：1997（E）