



# 中华人民共和国水产行业标准

SC/T 9444—2023

## 水产养殖水体中氨氮的测定 气相分子吸收光谱法

Determination of ammonia-nitrogen in aquaculture water by gas-phase molecular absorption spectrometry method

2023-04-11 发布

中华人民共和国农业农村部

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》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。

本文件由农业农村部渔业渔政管理局提出。

本文件由全国水产标准化技术委员会渔业资源分技术委员会(SAC/TC 156/SC 10)归口。

本文件起草单位：中国水产科学研究院珠江水产研究所。

本文件主要起草人：尹怡、潘德博、赵城、郑光明、魏琳婷、李丽春、单奇、刘书贵、马丽莎、金慧、戴晓欣、赵建。





# 水产养殖水体中氨氮的测定 气相分子吸收光谱法

## 1 范围

本文件描述了用气相分子吸收光谱法测定水产养殖水体中氨氮含量的方法原理、试剂与材料、仪器和设备、样品采集和保存、干扰和消除、测定、结果计算和检测方法灵敏度、准确度、精密度。

本文件适用于水产养殖水体(淡水、海水、养殖用水和排放水)中氨氮的测定。其他水体可参照执行。

## 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。

HJ/T 195 水质氨氮的测定 气相分子吸收光谱法

HJ 535 水质氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**气相分子吸收光谱法** **gas-phase molecular absorption spectrometry method**

在规定的分析条件下,将待测成分转变成气体分子载入测量系统,测定其对特征光谱吸收的方法。

### 3.2

**氨氮** **ammonia-nitrogen**

水中以游离氨( $\text{NH}_3$ )和铵离子( $\text{NH}_4^+$ )形式存在的氮。

## 4 方法原理

水样在除去亚硝酸盐等干扰后,用次溴酸盐氧化剂将氨及铵盐氧化成等量亚硝酸盐,在盐酸介质中,加入无水乙醇作催化剂,将亚硝酸盐转化成  $\text{NO}_2$ ,用载气载入气相分子吸收光谱仪中,测得的吸光度与  $\text{NO}_2$  浓度遵守朗伯比尔定律。

## 5 试剂与材料

### 5.1 试剂

5.1.1 无氨水:按照按 HJ 535 规定的方法制备,现用现配。

5.1.2 轻质氧化镁( $\text{MgO}$ ):在 500 °C 下加热 2 h,以除去碳酸盐,保存在干燥器中。

5.1.3 盐酸( $\text{HCl}$ ): $\rho=1.18\text{ g/mL}$ ,优级纯。

5.1.4 无水乙醇( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ):优级纯。

5.1.5 氯化铵( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ):优级纯,在 100 °C 下加热 2 h,保存在干燥器中。

5.1.6 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ ):优级纯。

5.1.7 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ):分析纯。

5.1.8 溴酸钾( $\text{KBrO}_3$ ):优级纯。

5.1.9 溴化钾( $\text{KBr}$ ):优级纯。

5.1.10 硼酸( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ):分析纯。

5.1.11 溴百里酚蓝( $\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{O}_5\text{S}$ ):分析纯。

## 5.2 溶液配制

5.2.1 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=6\text{ mol/L}$ 。取 500 mL 盐酸(5.1.3)于 1 000 mL 容量瓶中，用无氨水稀释至标线，有效期 90 d。

5.2.2 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=1\text{ mol/L}$ 。取 10 mL 盐酸溶液(5.2.1)，用无氨水稀释至 60 mL，现用现配。

5.2.3 载流液：于 1 L 试剂瓶中，加入 500 mL 盐酸溶液(5.2.1)和 150 mL 无水乙醇(5.1.4)与 350 mL 无氨水，密塞，充分混合并放气 3 次。0℃~4℃密闭保存，有效期 30 d。

5.2.4 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH})=400\text{ g/L}$ 。称取 80.0 g 氢氧化钠(5.1.6)置于 500 mL 烧杯中，加入 190 mL 无氨水，不断搅拌直至溶解，冷却至室温，用无氨水稀释至 200 mL，转移至聚乙烯瓶中密闭常温保存。

5.2.5 氢氧化钠溶液： $\rho(\text{NaOH})=40\text{ g/L}$ 。取 10 mL 氢氧化钠溶液(5.2.4)，用无氨水稀释至 100 mL。

5.2.6 溴酸盐混合液：称取 2.80 g 溴酸钾(5.1.8)及 20.0 g 溴化钾(5.1.9)至 1 L 烧杯中，加入 500 mL 无氨水搅拌均匀，于具塞棕色玻璃瓶中 0℃~4℃避光保存，有效期 90 d。

5.2.7 次溴酸盐氧化剂：吸取 3.0 mL 溴酸盐混合液(5.2.6)及 6.0 mL 盐酸溶液(5.2.1)于已添加 100 mL 无氨水的 250 mL 棕色瓶中，立即密塞静置，避光放置 5 min，加入 100 mL 氢氧化钠溶液(5.2.4)充分摇匀，待小气泡逸尽后使用。配制时，室温需控制在 18℃~28℃，现用现配。

5.2.8 硼酸溶液： $\rho(\text{H}_3\text{BO}_3)=20\text{ g/L}$ 。称取 20.0 g 硼酸(5.1.10)溶于适量无氨水中，并用无氨水稀释至 1 L。

5.2.9 溴百里酚蓝指示剂： $\rho(\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{O}_5\text{S})=0.5\text{ g/L}$ 。称取 0.05 g 溴百里酚蓝(5.1.11)溶于 50 mL 无氨水中，加入 10 mL 无水乙醇(5.1.4)，用无氨水稀释至 100 mL。

## 5.3 标准溶液的配制

5.3.1 氨氮标准储备液： $\rho=1\,000.0\text{ mg/L}$ 。称取 3.819 0 g 氯化铵(5.1.5)溶于无氨水中，移入 1 000 mL 容量瓶中，用无氨水稀释至标线并混匀，0℃~4℃避光密闭保存于棕色玻璃瓶中，有效期 30 d。也可直接购买氨氮溶液标准物质。

5.3.2 氨氮标准使用液： $\rho=2.00\text{ mg/L}$ 。准确移取氨氮标准储备液(5.3.1)1.00 mL，用无氨水稀释定容至 500 mL，配制成浓度为 2.00 mg/L 的氨氮标准使用液，现用现配。

## 6 仪器和设备

6.1 气相分子吸收光谱仪。

6.2 分析天平：感量 0.000 1 g 和 0.01 g 分析天平各一台。

6.3 超纯水机：电导率 $<0.1\text{ }\mu\text{S/cm}$ 。

6.4 氨氮蒸馏装置：由 500 mL 凯氏烧瓶、氮球、直形冷凝管和导管组成，冷凝管末端可连接一段适当长度的滴管，使出口尖端浸入吸收液液面下，装置见图 A.1。

6.5 一般实验室常用器皿和设备。试验中所用的玻璃器皿应用盐酸溶液(5.2.1)浸泡，用自来水冲洗，再用无氨水冲洗干净后使用。

## 7 样品采集和保存

样品按 HJ/T 195 规定的方法采集，采集后加硫酸(5.1.7)至  $\text{pH}<2$ ，0℃~4℃密闭保存，7 d 内测定。

## 8 干扰和消除

### 8.1 $\text{NO}_2^-$ 、 $\text{SO}_3^{2-}$ 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ 和硫化物等干扰的消除

使用仪器“氨氮消除亚氮干扰”功能，消除样品中  $\text{NO}_2^-$ 、 $\text{SO}_3^{2-}$ 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  和硫化物干扰。或者在 500 mL 水样中加入 1 mL 盐酸溶液(5.2.1)及 0.2 mL 无水乙醇(5.1.4)，加热煮沸 2 min~3 min，以消除  $\text{NO}_2^-$ 、

$\text{SO}_3^{2-}$ 、 $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  和硫化物干扰。在酸性条件下,经过煮沸方法预处理的水样,须加氢氧化钠溶液(5.2.5),调节水样至中性再进行测定。

## 8.2 其他干扰的消除

若样品中存在  $\text{I}^-$ 、 $\text{SCN}^-$  或可被次溴酸盐氧化成亚硝酸盐的有机胺时,须用预蒸馏法处理。将 50 mL 硼酸溶液(5.2.8)移入接收瓶内,确保冷凝管出口在硼酸溶液液面以下。移取 250 mL 水样至烧瓶中,加入 2 滴溴百里酚蓝指示剂(5.2.9),用氢氧化钠溶液(5.2.5)或盐酸溶液(5.2.2)调节 pH 至 6.0(指示剂呈黄色)~7.4(指示剂呈蓝色),加入 0.25 g 轻质氧化镁(5.1.2)及玻璃珠,连接氮球和冷凝管。加热,使馏出液速率约为 10 mL/min,待馏出液达 200 mL 时,停止蒸馏,加无氨水定容至 250 mL。经蒸馏处理的水样,须加氢氧化钠溶液(5.2.5)调节水样至中性再进行测定。

## 9 测定

### 9.1 仪器条件

9.1.1 光源:氘灯光源或其他能提供波长为 213.9 nm 的稳定光源。

9.1.2 测定波长:213.9 nm。

9.1.3 测定方式:峰高或峰面积。

9.1.4 载气:空气或其他适合的气体。

9.1.5 载气流量:0.4 L/min。

### 9.2 仪器测量前准备

仪器开机后预热 15 min(可根据仪器实际情况进行调整),同时将仪器管路置于试验水中,清洗管路 2 次,待仪器吸光度基线稳定后,进行测定。

### 9.3 校准曲线的绘制

#### 9.3.1 自动稀释标准溶液法校准曲线的绘制

使用氨氮标准使用液(5.3.2)放置于自动进样器的进样盘上,将无氨水接入气相分子吸收光谱仪的稀释液接口,将载流液(5.2.3)和次溴酸盐氧化剂(5.2.7)分别接入气相分子吸收光谱仪的载流液和氧化剂接口。设置好标样测试参数后,启动测试。自动进样器吸取氨氮标准使用液(5.3.2)和无氨水,自动稀释为浓度为 0.00 mg/L、0.100 mg/L、0.200 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L 和 2.00 mg/L 的标准溶液或其他浓度,泵入气相分子吸收光谱仪测定吸光度,以吸光度为纵坐标、相对应的氨氮浓度为横坐标,绘制出校准曲线,求回归方程和相关系数。

#### 9.3.2 手动配制标准溶液法校准曲线的绘制

对氨氮标准使用液(5.3.2)进行稀释,准确配制浓度为 0.00 mg/L、0.020 0 mg/L、0.050 0 mg/L、0.100 mg/L、0.500 mg/L 和 1.00 mg/L 的标准溶液或其他适合的浓度,取该系列氨氮标准溶液、无氨水放置于自动进样器的进样盘上。将无氨水接入气相分子吸收光谱仪的稀释液接口,将载流液(5.2.3)和次溴酸盐氧化剂(5.2.7)分别接入气相分子吸收光谱仪的载流液和氧化剂接口。设置好标样测试参数,启动测试,自动进样器吸取各浓度氨氮标准溶液,泵入气相分子吸收光谱仪测定各标样的吸光度,以吸光度为纵坐标、相对应的氨氮浓度为横坐标,绘制出校准曲线,求回归方程和相关系数。

### 9.4 样品的测定

将水样或经预蒸馏的水样摇匀,取 40 mL 中层液体放置在自动进样器的进样盘上,进行样品的测定。若样品中氨氮含量超出校准曲线线性范围,使用仪器自动稀释或者手动稀释样品的方式,重新上机测定。在测定过程中,若测定了较高浓度的样品,应进行管路清洗后再测定后续样品,避免交叉污染。

### 9.5 空白试验

用同批次无氨水代替样品,按照 9.4 的步骤进行空白试验。

## 10 结果计算

样品中氨氮的含量以质量浓度  $\rho$  表示(以 N 计),结果按公式(1)进行计算。计算结果以相同条件下,

获得的 2 次独立测定结果的算术平均值表示,保留 3 位有效数字。

$$\rho = f \times \rho_i \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho$  ——样品中氨氮质量浓度的数值(以 N 计),单位为毫克每升(mg/L);

$f$  ——稀释倍数;

$\rho_i$  ——按校准曲线法计算的氨氮质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L)。

## 11 灵敏度、准确度和精密度

### 11.1 检出限和定量限

方法的检出限为 0.006 mg/L,定量限为 0.024 mg/L。

### 11.2 准确度

每批样品至少检测一个有证标准物质,检测结果应在有证标准物质的标准值(扩展不确定度)范围以内(见表 B.1)。水样中添加浓度为 0.100 mg/L~16.0 mg/L 时,回收率为 90%~110%(见表 B.2 和表 B.3)。

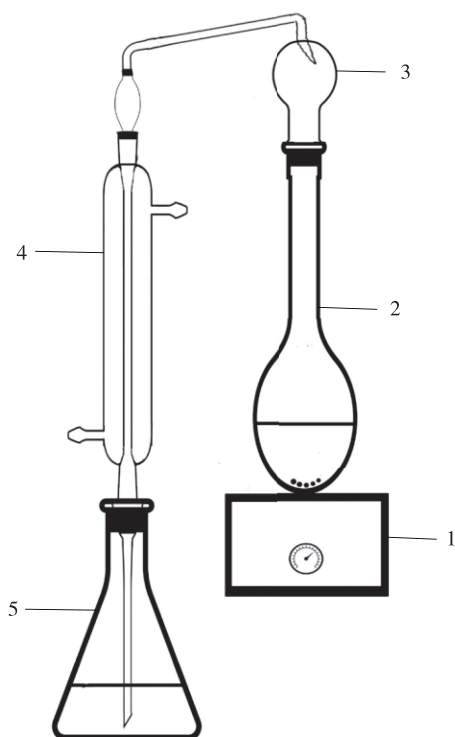
### 11.3 精密度

2 次独立测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的 5%。



附录 A  
(资料性)  
蒸馏装置

蒸馏装置示意图见图 A.1。



标引序号说明：

1——加热器；  
2——凯氏烧瓶；  
3——氮球；

4——冷凝管；  
5——接收瓶。

图 A.1 蒸馏装置示意图

附 录 B  
(资料性)  
准 确 度

B.1 表 B.1 列出了有证标准物质的测定结果。

表 B.1 有证标准物质的测定结果( $n=6$ )

序号	有证标准物质浓度 mg/L	平均测定浓度 mg/L	相对标准偏差 %
1	2.02±0.12	2.07	1.38
2	2.02±0.12	2.03	0.56
3	1.64±0.07	1.65	0.44
4	1.49±0.06	1.49	1.28
5	2.02±0.12	1.99	0.44

B.2 表 B.2 列出了水产养殖淡水中氨氮添加回收率和相对标准偏差。

表 B.2 水产养殖淡水中氨氮添加回收率和相对标准偏差( $n=6$ )

样品浓度 mg/L	添加浓度 mg/L	平均测定浓度 mg/L	平均回收率 %	相对标准偏差 %
8.17	4.00	11.9	93.1	0.45
	8.00	15.7	93.9	0.36
	12.0	19.2	92.1	0.78
7.27	4.00	11.5	106.0	2.04
	8.00	15.8	107.0	1.24
	16.0	24.6	108.0	0.29
1.32	0.50	1.80	96.0	0.097
	1.00	2.29	97.0	0.97
	2.00	3.26	97.0	2.29

B.3 表 B.3 列出了水产养殖海水中氨氮添加回收率和相对标准偏差。

表 B.3 水产养殖海水中氨氮添加回收率和相对标准偏差( $n=6$ )

样品浓度 mg/L	添加浓度 mg/L	平均测定浓度 mg/L	平均回收率 %	相对标准偏差 %
9.30	4.00	13.1	95.5	1.92
	8.00	16.8	93.8	1.71
	10.0	18.9	96.4	1.32
0.140	0.100	0.230	90.0	2.23
	0.200	0.344	102.0	0.73
	0.500	0.633	98.6	0.62
1.77	1.00	2.81	104.0	1.99
	2.00	3.77	100.0	2.38
	4.00	5.75	99.5	1.47