

附件 2

HJ

# 中华人民共和国国家环境保护标准

HJ □□□-20□□

---

## 水质 叠氮化物的测定 分光光度法

Water quality—Determination of azides—Spectrophotometric method

(征求意见稿)

201□-□□-□□发布

201□-□□-□□实施

---

生态环境部 发布



# 目 次

前 言.....	ii
1 适用范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 方法原理.....	1
5 干扰和消除.....	1
6 试剂和材料.....	2
7 仪器和设备.....	2
8 样品.....	3
9 分析步骤.....	4
10 结果计算与表示.....	4
11 精密度和准确度.....	5
12 质量保证和质量控制.....	6
13 废物处理.....	6

# 前 言

为贯彻《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》，保护生态环境，保障人体健康，规范水中叠氮化物的测定方法，制定本标准。

本标准规定了测定地表水、地下水、生活污水和工业废水中叠氮化物的分光光度法。

本标准首次发布。

本标准由生态环境部生态环境监测司、法规与标准司组织制订。

本标准起草单位：洛阳市环境监测站、黎明化工研究设计院有限责任公司。

本标准验证单位：天津市生态环境监测中心、河南省环境监测中心、三门峡市环境监测站、济源市环境监测站、栾川县环境保护监测站和河南广电计量检测有限公司。

本标准生态环境部20□□年□□月□□日批准。

本标准自20□□年□□月□□日起实施。

本标准由生态环境部解释。

# 水质 叠氮化物的测定 分光光度法

警告：实验中使用的标准物质为剧毒试剂、具有爆炸性，盐酸具有强挥发性和腐蚀性，高氯酸铁具有强氧化性和腐蚀性。试剂配制和样品前处理过程应在通风橱内进行，操作时应按要求佩戴防护器具，避免吸入呼吸道或接触皮肤和衣物。

## 1 适用范围

本标准规定了测定水中叠氮化物的分光光度法。

本标准适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中叠氮化物的测定。

当取样体积为 150 ml，试样定容体积为 100 ml，使用 10 mm 比色皿时，本标准测定的叠氮化物（以叠氮根计）的方法检出限为 0.08 mg/L，测定下限为 0.32 mg/L。

## 2 规范性引用文件

本标准引用了下列文件或其中的条款。凡是不注日期的引用文件，其有效版本适用于本标准。

HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范

HJ/T 164 地下水环境监测技术规范

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**叠氮化物 azides**

指在本标准规定的条件下，经加热蒸馏，可形成叠氮酸的叠氮化合物，以叠氮根计。

## 4 方法原理

样品中叠氮化物在酸性介质中，加热转化为叠氮酸，随水蒸气馏出，经氢氧化钠溶液吸收后，叠氮根离子与三价铁离子反应可生成棕红色络合物，在 454 nm 处测定其吸光度。在一定浓度范围内，其吸光度与叠氮根离子含量成正比。

## 5 干扰和消除

5.1 样品中色度、 $\text{CN}^-$ 、 $\text{SCN}^-$  及常见金属离子对测定的干扰，可通过加热蒸馏处理有效消除。

5.2 样品中存在亚硝酸根时，会干扰叠氮化物测定，可在蒸馏前加入氨基磺酸铵消除干扰。

## 6 试剂和材料

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准分析纯试剂,实验用水为新制备的去离子水或蒸馏水。

6.1 氢氧化钠 (NaOH)。

6.2 盐酸:  $\rho(\text{HCl}) = 1.19 \text{ g/ml}$ 。

6.3 高氯酸铁 $[\text{Fe}(\text{ClO}_4)_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ : 化学纯。

6.4 叠氮化钠:  $w(\text{NaN}_3) \geq 99.5\%$ 。

6.5 氨基磺酸铵 ( $\text{NH}_4\text{SO}_3\text{NH}_2$ )。

6.6 氢氧化钠溶液:  $\rho(\text{NaOH}) = 400 \text{ mg/L}$ 。

称取 0.40 g 氢氧化钠 (6.1), 用少量水溶解, 转移至 1000 ml 容量瓶中并稀释定容至标线, 摇匀, 贮于聚乙烯瓶中。

6.7 氢氧化钠溶液:  $\rho(\text{NaOH}) = 40 \text{ mg/L}$ 。

移取 100 ml 氢氧化钠溶液 (6.6) 至 1000 ml 容量瓶中, 用水稀释定容至标线, 摇匀, 贮于聚乙烯瓶中。

6.8 盐酸溶液:  $c(\text{HCl}) = 1.0 \text{ mol/L}$ 。

移取 8.3 ml 盐酸 (6.2) 至 100 ml 容量瓶中, 用水稀释定容至标线, 摇匀, 贮于磨口玻璃瓶中。

6.9 盐酸溶液:  $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

移取 10.0 ml 盐酸溶液 (6.8) 至 100 ml 容量瓶中, 用水稀释定容至标线, 摇匀, 贮于磨口玻璃瓶中。

6.10 高氯酸铁溶液:  $\rho[\text{Fe}(\text{ClO}_4)_3 \cdot \text{H}_2\text{O}] = 50 \text{ g/L}$ 。

称取 5.00 g 高氯酸铁 (6.3), 用 20 ml 盐酸溶液 (6.9) 溶解, 转移至 100 ml 容量瓶中并用水稀释定容至标线, 摇匀, 贮于棕色磨口玻璃瓶中。4℃以下冷藏避光可保存三个月。

6.11 氨基磺酸铵溶液:  $\rho = 150 \text{ g/L}$ 。

称取 15.00 g 氨基磺酸铵 (6.5), 用少量水溶解, 转移至 100 ml 容量瓶中并稀释定容至标线, 摇匀。临用现配。

6.12 叠氮化钠标准贮备液:  $\rho(\text{N}_3^-) = 1.00 \text{ g/L}$ 。

准确称取 0.1548 g 叠氮化钠 (6.4), 用少量氢氧化钠溶液 (6.7) 溶解, 转移至 100 ml 容量瓶中并用氢氧化钠溶液 (6.7) 稀释定容至标线, 摇匀, 贮于聚乙烯塑料瓶中。4℃以下冷藏避光可保存三个月。

6.13 叠氮化钠标准使用液:  $\rho(\text{N}_3^-) = 100 \text{ mg/L}$ 。

移取 10.0 ml 叠氮化钠标准贮备液 (6.12) 至 100 ml 容量瓶中, 用氢氧化钠溶液 (6.7) 稀释定容至标线, 摇匀。临用现配。

6.14 玻璃珠: 4 mm~6 mm。

## 7 仪器和设备

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准的 A 级玻璃量器。

- 7.1 可见分光光度计：配 10 mm 比色皿。
- 7.2 功率可调电炉。
- 7.3 蒸馏装置：全玻璃蒸馏器（配 500 ml 蒸馏烧瓶、冷凝管）、接收瓶、馏出液导管组成。
- 7.4 具塞比色管：10 ml。
- 7.5 采样瓶：棕色玻璃瓶。
- 7.6 一般实验室常用仪器和设备。

## 8 样品

### 8.1 样品采集

按照 HJ/T 91 和 HJ/T 164 的相关规定采集样品于采样瓶（7.5）中，采集样品体积不少于 500 ml。

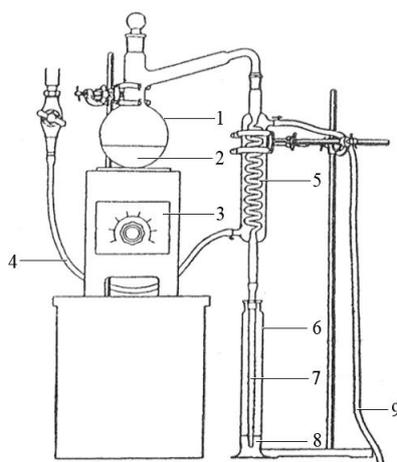
### 8.2 样品保存

样品采集后，加入适量氢氧化钠（6.1）调节样品 pH 至 9~11，室温下避光保存，7 d 内完成分析。

### 8.3 试样的制备

量取 150 ml 样品，移入蒸馏烧瓶中，加入 5.0 ml 氨基磺酸铵溶液（6.11），放入数粒玻璃珠（6.14），将馏出液导管插入盛有 10.0 ml 氢氧化钠溶液（6.6）的接收瓶中，打开冷凝水，在蒸馏烧瓶中加入 2.0 ml 盐酸溶液（6.8），迅速盖紧蒸馏烧瓶瓶塞。打开功率可调电炉（7.2），缓慢升温，控制馏出液以 2 ml/min~3 ml/min 的速度馏出，待接收瓶中馏出液接近 100 ml 时停止加热。用少量水冲洗冷凝管内壁及馏出液导管，汇入接收瓶，定容至 100 ml，待测。蒸馏过程控制在 30 min~45 min 为宜。仪器装置如图 1 所示。

注：5.0 ml 氨基磺酸铵溶液（6.11）可以消除 25.0 mg/L 亚硝酸根的干扰。



1—蒸馏烧瓶；2—样品；3—功率可调电炉；4—冷凝水入口；5—冷凝管；  
6—接收瓶；7—馏出液导管；8—吸收液；9—冷凝水出口。

图1 蒸馏装置示意图

## 8.4 空白试样的制备

用实验用水代替样品，按照与试样的制备（8.3）相同的步骤进行实验室空白试样的制备。

## 9 分析步骤

### 9.1 校准曲线建立

取 6 只具塞比色管（7.4），分别加入 0 ml、0.05 ml、0.20 ml、0.50 ml、1.00 ml、1.50 ml 叠氮化钠标准使用液（6.13），立即加入氢氧化钠溶液（6.7）至 10.0 ml，配制成叠氮根质量浓度分别为 0 mg/L、0.50 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、15.0 mg/L 的标准系列溶液。再向各比色管中加入 0.5 ml 高氯酸铁溶液（6.10），盖紧塞子，摇匀。在 454 nm 波长处，用 10 mm 比色皿，以水为参比，测量各标准系列溶液的吸光度，20 min 内测定完毕。以各标准系列溶液中叠氮根的质量浓度（mg/L）为横坐标，以其对应的扣除试剂空白（零浓度）的吸光度为纵坐标，建立校准曲线。

注：显色反应在室温下进行，40℃以上会影响测定。

### 9.2 试样测定

移取 10.0 ml 试样（8.3）于具塞比色管（7.4）中，按照与建立校准曲线（9.1）相同的步骤，进行试样的测定。

注：如果测定结果超过校准曲线最高浓度点，应将样品进行稀释，按照试样制备（8.3）的步骤重新制备试样。

### 9.3 空白试验

按照与试样测定（9.2）相同的步骤，进行实验室空白试样（8.4）的测定。

## 10 结果计算与表示

### 10.1 结果计算

样品中叠氮化物（以叠氮根计）的质量浓度（mg/L），按照公式（1）进行计算：

$$\rho_{N_3^-} = (\rho - \rho_0) \times \frac{V_1}{V} \quad (1)$$

式中： $\rho_{N_3^-}$ ——样品中叠氮化物（以叠氮根计）的质量浓度，mg/L；

$\rho$ ——从校准曲线中查得的试样的质量浓度，mg/L；

$\rho_0$ ——从校准曲线中查得的空白试样的质量浓度，mg/L；

$V_1$ ——试样定容体积，ml；

$V$ ——取样体积，ml。

## 10.2 结果表示

当测定结果小于 1.00 mg/L 时，保留小数点后两位；当测定结果大于等于 1.00 mg/L 时，保留三位有效数字。

## 11 精密度和准确度

### 11.1 精密度

六家实验室对叠氮根加标浓度为 0.50 mg/L、4.00 mg/L 和 8.00 mg/L 的空白加标样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 2.0%~9.5%、0.9%~5.0% 和 0.4%~3.7%；实验室间相对标准偏差分别为 4.2%、2.2% 和 2.5%；重复性限分别为 0.08 mg/L、0.34 mg/L 和 0.45 mg/L；再现性限分别为 0.09 mg/L、0.40 mg/L 和 0.67 mg/L。

六家实验室对叠氮根加标浓度为 0.50 mg/L、4.00 mg/L 和 8.00 mg/L 的地表水样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 3.6%~7.7%、1.0%~5.5% 和 0.6%~3.3%；实验室间相对标准偏差分别为 6.0%、2.8% 和 2.4%；重复性限分别为 0.08 mg/L、0.33 mg/L 和 0.56 mg/L；再现性限分别为 0.11 mg/L、0.43 mg/L 和 0.76 mg/L。

六家实验室叠氮根加标浓度为 0.50 mg/L、4.00 mg/L 和 8.00 mg/L 的地下水样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 2.3%~9.9%、1.0%~3.7% 和 0.5%~4.0%；实验室间相对标准偏差分别为 5.8%、3.6% 和 2.0%；重复性限分别为 0.08 mg/L、0.24 mg/L 和 0.49 mg/L；再现性限分别为 0.10 mg/L、0.44 mg/L 和 0.63 mg/L。

六家实验室对叠氮根加标浓度为 0.50 mg/L、4.00 mg/L 和 8.00 mg/L 的生活污水样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 4.2%~10.3%、0.5%~4.7% 和 0.4%~4.2%；实验室间相对标准偏差分别为 5.8%、3.4% 和 2.6%；重复性限分别为 0.08 mg/L、0.25 mg/L 和 0.48 mg/L；再现性限分别为 0.10 mg/L、0.43 mg/L 和 0.71 mg/L。

六家实验室对含叠氮根平均浓度为 1.31 mg/L，加标浓度为 0.50 mg/L、4.00 mg/L 和 8.00 mg/L 的工业废水加标样品进行了 6 次重复测定：实验室内相对标准偏差分别为 2.2%~8.8%、0.9%~6.9%、0.7%~5.9% 和 0.5%~3.2%；实验室间相对标准偏差分别为 9.1%、6.6%、1.7% 和 1.4%；重复性限分别为 0.17 mg/L、0.18 mg/L、0.45 mg/L 和 0.45 mg/L；再现性限分别为 0.37 mg/L、0.37 mg/L、0.48 mg/L 和 0.54 mg/L。

### 11.2 准确度

六家实验室对叠氮根加标浓度为 0.50 mg/L、4.00 mg/L 和 8.00 mg/L 的地表水样品进行了 6 次重复加标分析测定：加标回收率分别为 90.0%~104%、91.0%~98.5% 和 92.2%~98.8%；加标回收率最终值分别为 98.3%±12%、96.3%±5.6% 和 96.6%±4.8%。

六家实验室对叠氮根加标浓度为 0.50 mg/L、4.00 mg/L 和 8.00 mg/L 的地下水样品进行了 6 次重复加标分析测定：加标回收率分别为 88.0%~102%、89.0%~102% 和 93.4%~99.1%；加标回收率最终值分别为 94.3%±12%、95.8%±7.2% 和 96.8%±4.0%。

六家实验室对叠氮根加标浓度为 0.50 mg/L、4.00 mg/L 和 8.00 mg/L 的生活污水样品进行了 6 次重复加标分析测定：平均加标回收率范围分别为 88.0%~98.0%、90.5%~99.0% 和

92.5%~99.4%；加标回收率最终值分别为 90.3%±12%、95.5%±6.8%和 95.7%±5.2%。

六家实验室对含叠氮根平均浓度为 1.31 mg/L，加标浓度为 0.50 mg/L、4.00 mg/L 和 8.00 mg/L 的工业废水加标样品进行了 6 次重复加标分析测定：加标回收率范围分别为 88.0%~96.0%、94.5%~98.0%和 93.0%~98.9%，加标回收率最终值分别为 93.0%±6.6%、96.3%±2.4%和 96.4%±4.4%。

## 12 质量保证和质量控制

12.1 每批样品分析均须建立校准曲线，校准曲线的相关系数应 $\geq 0.999$ 。

12.2 每 20 个样品或每批次样品（ $\leq 20$  个/批）应至少测定一组平行双样，测定结果的相对偏差应 $\leq 20\%$ 。

12.3 每 20 个样品或每批次样品（ $\leq 20$  个/批）应至少测定一个基体加标样品，加标回收率应在 75%~115%之间。

## 13 废物处理

实验中产生的废液应集中收集，并做好相应标识，委托有资质的单位进行处理。

---