

中华人民共和国国家生态环境标准

HJ 1449—2026

水质 氨氮的测定 水杨酸-便携式光度法

Water quality—Determination of ammonia nitrogen
—Salicylic acid-portable photometric method

本电子版为正式标准文件，由生态环境部环境标准研究所审校排版。

2026-01-20发布

2026-05-01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 方法原理	1
4 干扰和消除	1
5 试剂和材料	2
6 仪器和设备	2
7 样品	3
8 分析步骤	3
9 结果计算与表示	4
10 准确度	4
11 质量保证和质量控制	5
12 注意事项	5

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》，防治生态环境污染，改善生态环境质量，规范水中氨氮的便携式测定方法，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氨氮的水杨酸-便携式光度法。

本标准为首次发布。

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。

本标准主要起草单位：江苏省环境监测中心、江苏省南京环境监测中心、河北省生态环境监测中心。

本标准验证单位：天津市生态环境监测中心、黑龙江省绥化生态环境监测中心、江苏省淮安环境监测中心、西藏自治区生态环境监测中心、江苏康达检测技术股份有限公司和深圳准诺检测有限公司。

本标准生态环境部 2026年1月20日批准。

本标准自 2026年5月1日起实施。

本标准由生态环境部解释。

水质 氨氮的测定 水杨酸-便携式光度法

警告：实验中使用的浓硫酸等试剂对人体健康有害，在实验室及现场操作时均应按规定要求佩戴防护器具，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氨氮的水杨酸-便携式光度法。

本方法适用于地表水、地下水、生活污水和工业废水中氨氮的污染溯源排查、水质趋势调查、污染物排放达标或超标的初步判定等的现场测定。

取样体积 5.0 mL，检测光程 16 mm 时，方法检出限为 0.07 mg/L，测定下限为 0.28 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。凡是注日期的引用标准，仅注日期的版本适用于本标准。凡是未注日期的引用标准，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。其他文件被新文件废止、修改、修订的，新文件适用于本标准。

- HJ 91.1 污水监测技术规范
- HJ 91.2 地表水环境质量监测技术规范
- HJ 164 地下水环境监测技术规范
- HJ 536 水质 氨氮的测定 水杨酸分光光度法
- HJ 589 突发环境事件应急监测技术规范

3 方法原理

在碱性介质中，以游离态的氨或铵离子等形式存在的氨氮与二氯异氰尿酸钠溶液释放出的次氯酸根反应生成氯胺。在亚硝基铁氰化钠存在条件下，氯胺与水杨酸盐反应生成蓝绿色络合物，在波长 650 nm~700 nm 处具有特征吸收，在一定范围内其吸光度与试样中氨氮的质量浓度成正比。

4 干扰和消除

4.1 样品中的悬浮物会干扰测定，通过滤膜（5.15）过滤可消除。

4.2 样品中的余氯会干扰测定，测定前可使用余氯试纸（5.16）进行初判，余氯浓度 >1 mg/L 时，可适当稀释试样后测定，稀释后氨氮浓度应不低于方法测定下限。

4.3 样品中的钙、镁等金属离子会干扰测定，测定前可使用总硬度试纸（5.17）进行初判，总硬度 ≤ 400 mg/L，显色时加入 5.0 mL 显色剂（5.11）中的酒石酸钾钠可消除干扰。总硬度 >400 mg/L，可适当稀释试样后测定，稀释后氨氮的浓度应不低于方法测定下限。

5 试剂和材料

除非另有说明, 分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂, 实验用水为不含氨氮的纯水或经空白试验检查合格的纯水。

5.1 二氯异氰尿酸钠 ($C_3Cl_2N_3NaO_3$)。

5.2 亚硝基铁氰化钠 $\{Na_2[Fe(CN)_5NO]\cdot2H_2O\}$ 。

5.3 氢氧化钠 (NaOH)。

5.4 氯化铵 (NH₄Cl): 优级纯。

于 100℃~105℃ 烘干 2 h, 冷却后置于干燥器中保存备用。

5.5 水杨酸钠 ($C_7H_5NaO_3$)。

5.6 酒石酸钾钠 ($NaKC_4H_4O_6\cdot4H_2O$)。

5.7 硫酸 (H₂SO₄): $w\in[95.0\%, 98.0\%]$ 。

5.8 二氯异氰尿酸钠溶液: $\rho(C_3Cl_2N_3NaO_3)=7.0\text{ g/L}$ 。

称取 0.7 g 二氯异氰尿酸钠 (5.1) 溶于水中, 定容至 100 mL。该溶液贮存于棕色瓶中, 4℃以下冷藏密闭保存, 可稳定 1 个月。

5.9 亚硝基铁氰化钠溶液: $\rho\{Na_2[Fe(CN)_5NO]\cdot2H_2O\}=100\text{ g/L}$ 。

称取 2.5 g 亚硝基铁氰化钠 (5.2) 溶于水中, 定容至 25 mL。该溶液贮存于棕色瓶中, 4℃以下冷藏密闭保存, 可稳定 1 个月。

5.10 氢氧化钠溶液: $\rho(NaOH)=16\text{ g/L}$ 。

称取 8.0 g 氢氧化钠 (5.3) 溶于水中, 定容至 500 mL。

5.11 显色剂 (水杨酸钠-酒石酸钾钠溶液)。

称取 10.0 g 水杨酸钠 (5.5), 溶于 100 mL 水中, 边搅拌边加入 160 mL 氢氧化钠溶液 (5.10), 使之完全溶解。再称取 10.0 g 酒石酸钾钠 (5.6), 溶于适量水中, 与上述溶液混合并定容至 1 000 mL。该溶液贮存于加橡胶塞的棕色玻璃瓶中, 在 4℃以下冷藏密闭保存, 可稳定 1 个月。

5.12 氨氮标准贮备液: $\rho(N)=1\,000\text{ mg/L}$ 。

称取 3.819 0 g 氯化铵 (5.4), 溶于适量水中, 溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中, 用水定容。该溶液于 4℃以下冷藏密闭保存, 可稳定 6 个月。或直接购买市售有证标准溶液, 参照标准溶液证书要求保存。

5.13 氨氮标准中间液: $\rho(N)=100\text{ mg/L}$ 。

准确移取 10.00 mL 氨氮标准贮备液 (5.12) 于 100 mL 容量瓶中, 用水定容。该溶液于 4℃以下冷藏密闭保存, 可稳定 7 d。

5.14 氨氮标准使用液: $\rho(N)=10\text{ mg/L}$ 。

准确移取 10.00 mL 氨氮标准中间液 (5.13) 于 100 mL 容量瓶中, 用水定容。临用现配。

5.15 滤膜: 亲水性聚四氟乙烯、聚醚砜或其他材质等效滤膜, 孔径 0.45 μm 。

5.16 余氯试纸: 比色卡读数范围包含 0~10 mg/L。

5.17 总硬度试纸: 比色卡读数范围包含 0~425 mg/L。

5.18 广泛 pH 试纸: 比色卡读数范围包含 1~14。

6 仪器和设备

6.1 便携式光度计: 具有光学测量、结果自动计算等功能, 可存储标准曲线或内置测量程序, 并直接显示氨氮的浓度。配备 16 mm 比色管或其他光程比色皿。具备与现场监测条件相匹配的防水防尘等级。

6.2 样品管: 直径为 16 mm 的圆形玻璃管, 体积不低于 12 mL。

6.3 移液器: 100 μ L~1 000 μ L、1 mL~10 mL, 可调。

6.4 一般实验室常用仪器和设备。

7 样品

7.1 样品的采集与保存

按照 HJ 91.1、HJ 91.2、HJ 164、HJ 589 等相关规定采集样品, 尽快测定。如不能尽快测定或需要留存样品, 应在样品采集后按照 HJ 536 的要求保存。

7.2 试样的制备

用试纸 (5.18) 测试样品, $pH < 4$ 或 $pH > 10$ 时, 需在过滤前加入氢氧化钠溶液 (5.10) 或硫酸 (5.7) 调节样品 pH 值至 4~10。将样品用滤膜 (5.15) 过滤, 弃去初滤液 2 mL 左右, 收集至少 10 mL 滤液作为试样。

7.3 现场空白的制备

用水代替实际样品, 按照与试样的制备 (7.2) 相同的步骤进行现场空白的制备。

8 分析步骤

8.1 测定前准备

按照仪器说明书开启便携式光度计 (6.1), 选定测量波长或测量程序, 确认仪器正常工作。

8.2 仪器分析参考条件

测量波长: 650 nm~700 nm。环境温度: 15°C~35°C。

其他条件参考仪器说明书进行选择。

8.3 标准曲线的建立

准确移取 0.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL、20.00 mL 氨氮标准使用液 (5.14) 分别置于 6 个 50.0 mL 容量瓶中, 用水定容, 配制成质量浓度为 0.00 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、1.50 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L 的氨氮标准系列溶液。此为参考浓度, 可根据实际样品情况或设备量程调整曲线范围。

分别移取 5.00 mL 上述标准系列溶液至样品管 (6.2) 中, 加入 5.00 mL 显色剂 (5.11) 和 0.10 mL 的亚硝基铁氰化钠溶液 (5.9) 混匀; 再加入 0.50 mL 二氯异氰尿酸钠溶液 (5.8) 混匀。显色 20 min, 60 min 内完成测定。按照仪器分析参考条件 (8.2) 测量, 以标准曲线零浓度点调零, 依次从低到高测量标准系列的校正吸光度。以校正吸光度为横坐标, 以其对应的氨氮质量浓度为纵坐标, 建立标准曲线, 将曲线回归方程和线性相关系数等信息保存至仪器测量程序中。标准曲线可在实验室提前建立和存储, 现场调取使用。

如使用仪器配套的商品化预制试剂, 可按照上述步骤用预制试剂建立标准曲线并存储。如更换预制试剂批次, 须在使用前按照 11.1 进行仪器性能核查。

8.4 样品的测定

移取 5.0 mL 的试样 (7.2), 按照 8.3 的步骤进行测定, 以现场空白 (7.3) 调零, 测定试样的校正吸光度, 读取试样中的氨氮浓度。如果试样中氨氮浓度超过测量上限, 可使用移液器 (6.3) 稀释试样, 直接稀释的最小取样体积须 ≥ 0.1 mL, 稀释的剩余体积用移液器 (6.3) 吸取水补足。

8.5 现场空白的测定

按照与样品测定 (8.4) 相同的步骤, 以水为参比测定现场空白 (7.3)。

9 结果计算与表示

9.1 结果计算

样品中氨氮的浓度按式 (1) 计算:

$$r_N = r \times D \quad (1)$$

式中: r_N ——样品中氨氮的质量浓度 (以 N 计), mg/L;
 r ——试样中氨氮的质量浓度 (以 N 计), mg/L;
 D ——试样的稀释倍数。

9.2 结果表示

测定结果小数点后位数与方法检出限一致, 最多保留 3 位有效数字。

10 准确度

10.1 精密度

6 家验证实验室对地表水、地下水、生活污水和工业废水的实际样品进行了 6 次重复测定, 浓度范围: 地表水 0.43 mg/L~1.63 mg/L、地下水 0.14 mg/L~3.20 mg/L、生活污水 8.16 mg/L~12.4 mg/L、工业废水 0.44 mg/L~24.8 mg/L。实验室相对标准偏差范围分别为: 地表水 1.1%~6.6%、地下水 0.4%~4.8%、生活污水 0.6%~3.2%、工业废水 0.5%~2.7%。

10.2 正确度

6 家验证实验室对地表水、地下水、生活污水和工业废水的实际样品进行了 6 次加标测定, 加标浓度: 地表水 0.20 mg/L~1.00 mg/L、地下水 0.07 mg/L~2.00 mg/L、生活污水 4.00 mg/L~6.00 mg/L、工业废水 0.20 mg/L~12.0 mg/L。加标回收率分别为: 地表水 80.0%~118%、地下水 85.7%~116%、生活污水 87.0%~114%、工业废水 87.7%~115%。

6 家验证实验室对浓度为 0.298 mg/L、3.00 mg/L、5.58 mg/L 的有证标准样品进行 6 次重复测定, 相对误差分别为 0.3%~4.4%、0.7%~2.3% 和 0.4%~2.5%。相对误差最终值分别为: $1.9\% \pm 2.8\%$ 、 $1.2\% \pm 1.2\%$ 和 $1.3\% \pm 1.6\%$ 。

11 质量保证和质量控制

11.1 仪器性能核查

仪器使用期间, 每月至少进行 1 次标准曲线核查; 如长期未使用(超过半年)、更换主要试剂时, 使用前须进行核查, 核查结果应满足下列要求: 配制曲线浓度范围 20% 和 80% 附近的标准溶液, 按照 8.3 步骤进行操作, 测定值的相对误差应在 $\pm 10\%$ 以内, 否则须重新建立标准曲线。

现场测试前后, 配制曲线浓度中间点标准溶液按照样品的测定(8.4)进行操作, 测定值的相对误差应在 $\pm 10\%$ 以内, 否则样品测定结果无效。

如使用仪器配套的商品化预制试剂, 可按照上述方法对试剂进行验收或有效性核查。

11.2 现场空白

每次至少测定一个现场空白, 测定值应低于方法检出限。

11.3 标准曲线

建立的标准曲线相关系数 ≥ 0.999 。

11.4 平行样

每批样品(≤ 20 个样品/批)应至少测定 1 个平行样, 平行样的相对偏差应在 $\pm 20\%$ 以内。

11.5 基体加标

每批样品(≤ 20 个样品/批)应至少测定 1 个基体加标样品, 加标回收率应在 $80\% \sim 120\%$ 之间。

11.6 质控样品

每批样品(≤ 20 个样品/批)应至少测定 1 个有证标准样品或质控样品, 测定值应在不确定度范围内。

12 注意事项

12.1 如仪器配套的样品管为测试比色管, 须进行样品管的一致性检查。每批次样品管随机抽取 20%, 当仪器稳定后, 以空气调零, 将标记了刻线的样品管插入比色池, 刻线对准指示位置, 记录吸光度 A_0 , 顺时针和逆时针分别旋转 90° , 记录吸光度 A_1 和 A_2 , 分别计算与 A_0 的差值, 差值均 ≤ 0.01 则表明该样品管均匀度较好, 可以使用。另外分别统计所有抽查样品管 A_0 、 A_1 、 A_2 的平均值, 并计算每个样品管 A_0 、 A_1 、 A_2 与其平均值的差值, 若这些差值均 ≤ 0.01 则表示同批次样品管可以使用, 否则须将所有样品管进行检查, 满足上述要求的样品管才能作为比色管使用。

12.2 如仪器配套专用比色管无明确方向标识, 可自加刻线标注。每次测试时应注意放入仪器的位置保持一致。

12.3 试样测试结束后须用水充分清洗比色管, 避免试样之间的干扰。

12.4 需稀释的样品应在过滤后混匀的试样中移取。最小取样体积 $\geq 0.1 \text{ mL}$, 单次稀释倍数不超过 50 倍。

12.5 加入显色剂后如出现浑浊现象, 可稀释试样后再测定, 并同时进行加标试验, 结果应满足 11.5 的要求。

12.6 样品有颜色或含有伯胺、氯胺以及使次氯酸根离子还原的物质时, 可能会影响测定结果。

