



水与大气质量分析方法

国际标准

国家环保局规划标准处
中国环境监测总站标准室



水与大气质量分析方法

国 际 标 准

国家环保局规划标准处
中国环境监测总站标准室

前

言

国发〔1984〕61号国务院文件指出：“积极采用国际标准和国外先进标准，是推动技术进步的重要措施，……各级人民政府和国务院各有关部门，要提高认识，加强领导，搞好标准化工作，加快采用国际标准的步伐，努力使更多的国家标准进入世界先进行列”。

为了贯彻国务院文件精神，加快环境监测领域的标准化工作，我们将国际标准化组织发布的有关物理、化学和生物化学监测方法方面的国际标准汇集翻译出版。连同已出版的第一册（国际标准化组织技术文件汇编1）和第三册，已将1984年底以前发布的31项水质标准和6项大气质量国际标准全部出齐。

本集内容可供环境保护、工农业、卫生、水利、海洋各部门，大专院校及科研机构参考。

参加本集编辑工作的有：陈炳文、何金娣、李安城等同志。

欢迎读者对本书提出批评建议。

中国环境监测总站 标准室

1985年3月。

目 录

1	前言	
2	目录	
3	国际标准 ISO 5663	
	水质—基耶达(Kjeldahl)氮的测定—硒催化法	(1)
4	国际标准 ISO 6778	
	水质—铵的测定—电位测定法	(9)
5	国际标准 ISO 5664	
	水质—铵的测定—蒸馏和滴定法	(18)
6	国际标准 ISO 7150/1	
	水质—铵的测定—第1部分：手动分光光度法	(25)
7	国际标准 ISO 5813	
	水质—溶解氧测定—碘量法	(36)
8	国际标准 ISO 5814	
	水质—溶解氧的测定—电化学探极法	(46)
9	国际标准 ISO 5815	
	水质— n 天生化需氧量 (BOD_n) 的测定—稀释与接种法	(58)
10	国际标准 ISO 6058	
	水质—钙含量测定—EDTA 滴定法	(66)
11	国际标准 ISO 6059	
	水质—钙和镁总量测定—EDTA 滴定法	(72)
12	国际标准 ISO 6332	
	水分析—铁的测定—1, 10—二氮杂菲光度法	(79)
13	国际标准 ISO 5666/3	
	水质—无焰原子吸收分光光度法测定总汞—第三部分： 溴消化法	(88)
14	国际标准 ISO 6777	
	水质—亚硝酸盐测定—分子吸收分光光度法	(98)
15	国际标准 ISO 6439	
	水质—酚指标的测定—蒸馏后4—氨基安替比林分光光度法	(107)
16	国际标准 ISO 7875/1	
	水质—表面活性剂的测定—第一部分：亚甲蓝分光光度法测定 阴离子表面活性剂	(118)

17	国际标准 ISO 7827	
	水质—水溶液培养基中有机化合物“极限”需氧生物降解能力 的评价—溶解性有机碳 (DOC) 分析法	(128)
18	国际标准 ISO 7027	
	水质—浊度的测定	(137)
19	国际标准 ISO 6341	
	水质—大型水蚤 [<i>Daphia magna</i> Straus (甲壳纲, 枝角目)] 运动抑制的测定	(145)
20	国际标准 ISO 7346/1	
	水质—淡水鱼 [斑马鱼 <i>Brachydanio rerio</i> Hamilton-Buchanan (真骨鱼总目, 鲤科)] 的物质急性致死毒性测定—第一部分: 静态方法	(158)
21	国际标准 ISO 7346/2	
	水质—淡水鱼 [斑马鱼 <i>Brachydanio rerio</i> Hamilton-Buchanan (真骨鱼总目, 鲤科)] 的物质急性致死毒性测定—第二部分: 半静态方法	(170)
22	国际标准 ISO 7346/3	
	水质—淡水鱼 [斑马鱼 <i>Brachydanio rerio</i> Hamilton-Buchanan (真骨鱼总目, 鲤科)] 的物质急性致死毒性测定—第三部分: 流动水法	(182)
23	国际标准 ISO 6703/1	
	水质—氰化物的测定—第一部分: 总氰化物的测定	(195)
24	国际标准 ISO 6703/2	
	水质—氰化物的测定—第二部分: 易释放的氰化物的测定	(211)
25	国际标准 ISO 6703/3	
	水质—氰化物的测定—第三部分: 氯化氰的测定	(227)
26	国际标准草案 DIS 6703/4	
	水质—氰化物含量的测定—第四部分: pH 6 下扩散法测氰化 物	(236)
27	国际标准草案 DIS 7887	
	水质—颜色的检验和测定	(245)
28	国际标准建议草案 DP 8360/1	
	用滤膜法从水中分离和计数绿脓杆菌	(253)
29	国际标准建议草案 DP 8360/2	
	多管技术从水中分离和计数绿脓杆菌	(259)

- 30 国际标准草案 DIS 7899/1
水质—假定的D族链球菌的检测和计数 (264)
- 31 国际标准建议草案 DP 6461/1
水质—用液体培养基内富集的方法检查及计数还原亚硫酸盐厌氧菌〔梭状芽孢杆菌(clostridio)〕的芽孢 (269)
- 32 国际标准建议草案 DP 6461/2
水质—用滤膜过滤法检查及计数还原亚硫酸盐厌氧菌〔梭状芽孢杆菌(clostidia)〕的芽孢 (273)
- 33 国际标准 建议草案 DP 7892 / 2
应用高效液相色谱法分析六种指定的多环芳烃 (278)
- 34 国际标准 ISO 6107/4
水质—词汇—第四部分 (300)
- 35 国际标准 ISO 78/2
标准格式—第二部分：化学分析标准 (305)
- 36 国际标准 ISO 6879
大气质量—大气质量测定方法的操作特性和有关概念 (322)
- 37 国际标准 ISO 4225
大气质量—总的方面—词汇 (329)
- 38 国际标准 ISO 4220
环境大气—大气气态酸污染指标的测定—用指示剂或电位滴定指示终点的滴定法 (336)
- 39 国际标准草案 DIS 6769
大气质量—环境大气中硫化氢质量浓度的测定—亚甲蓝分光光度法 (345)
- 40 国际标准 ISO 7899/1
水质—检查及计数粪便链球菌—第1部份：在液体培养基内富集法 (352)
- 41 国际标准草案 7899/2
水质—检查及计数粪便链球菌—第2部分：滤膜过滤法 (359)

水质—基耶达 (kjeldahl) 氮的测定—硒催化矿化法

第一版 — 1984 — 05 — 15

UDC 543.34

Ref. No ISO 5663—1984(E)

描述符: water, quality, chemical analysis, determination of content,
nitrogen, kjeldahl method, water pollution.

中国环境监测总站

前言

ISO (国际标准化组织) 是各国标准化团体 (ISO 的成员团体) 的世界范围的联合组织。制订国际标准的工作是通过各技术委员会来进行的。对授权给技术委员会从事研究的课题感兴趣的每一个成员团体, 都有权参加该技术委员会。和 ISO 建立联系的政府的及非政府的国际组织, 亦参与工作。

被技术委员会采纳的国际标准草案, 分发给各成员团体进行表决, 取得同意后, 由 ISO 理事会确认颁布为国际标准。

国际标准 ISO 5663 是水质技术委员会 ISO / TC 147 制定的, 于 1982 年分发给各成员团体。

下述国家成员团体对其投了赞成票:

澳大利亚	联邦德国	挪威
奥地利	匈牙利	波兰
比利时	印度	罗马尼亚
巴西	伊朗	南非共和国
加拿大	伊拉克	西班牙
中国	意大利	瑞典
捷克斯洛伐克	朝鲜民主主义人民共和国	瑞士
丹麦	墨西哥	泰国
埃及	荷兰	苏联
法国	新西兰	

下述国家成员在技术方面对此文件投了反对票:

日本

英国

水质—基耶达(Kjeldahl)氮的测定—硒催化矿化法

1 适用的领域和范围

1.1 被测定的物质

本国际标准规定了用基耶达(Kjeldahl)法测定氮的方法。只能测定负三价的氮。以叠氮化物、连氮、偶氮、腈、亚硝酸盐、硝基、亚硝基、肟或缩苯氨基脲形式存在的有机氮，不被定量测定。各种杂环氮化合物中的氮可能部分被测出。

1.2 样品类型

本方法适用于未经净化的原水、饮用水及废水。

1.3 范围

试料中基耶达氮含量 ρ_N 最高可测定到 10 毫克。采用 10 毫升试份，则相应的最高样品浓度为 $\rho_N = 1000$ 毫克 / 升。

1.4 检出限

实际测定(自由度为 4)的检出限，当所用试份是 100 毫升时，为 $\rho_N = 1$ 毫克 / 升。

1.5 灵敏度

使用 100 毫升试份，1.0 毫升的 0.02 摩尔 / 升盐酸相当于 $\rho_N = 2.8$ 毫克 / 升。

2 参考文献

ISO 7150/1, 水质—铵的测定—第一部分：手动分光光度法。

3 定义

本国际标准采用下述定义：

基耶达氮：矿化后测定出的样品中有机氮及氨氮量。

它不包括硝酸盐及亚硝酸盐氮，也不一定包括全部有机氮。

4 原理

将样品矿化，形成硫酸铵，再从中释放出氨，经蒸馏后，再用滴定法测定。

用硫酸矿化样品，硫酸中含有浓硫酸钾以提高混合物的沸点，在催化剂硒¹的存在下，将试验的含氮化合物转化为硫酸铵。

加入碱使氨从硫酸铵中释放出来，再蒸馏到硼酸 / 指示剂溶液中。

用标准酸滴定测定馏出物中的铵离子。

亦可选用分光光度法在 655 纳米下直接测定矿化液中的铵离子。(见第 11 条。)

5 试剂

1) 选择硒做催化剂而不用汞，是因为许多国家担心汞的毒性。当然，硒的毒性一定不可忽视。从矿化残留物中去除硒的建议步骤见 11.2。

分析中仅使用公认的分析纯试剂及按5.1的叙述制备的蒸馏水。

5.1 水，无氨，按下述方法之一来制备。

5.1.1 离子交换法

将蒸馏水通过强酸性阳离子交换树脂（氢型）柱，将流出液收集在玻璃瓶中，玻璃瓶有合适的玻璃塞。储存时，每升流出液中加入约10克同种树脂。

5.1.2 蒸馏法

向 1000 ± 10 毫升的蒸馏水中加入 0.10 ± 0.01 毫升的硫酸（5.3），然后用全玻璃仪器进行再蒸馏。前50毫升馏出物弃去不用，然后用玻璃瓶收集馏出液，玻璃瓶应有合适的玻璃塞。收集的每升馏出液中加入约10克强酸性阳离子交换树脂（氢型）。

5.2 盐酸， $\rho = 1.18$ 克/毫升。

5.3 硫酸， $\rho = 1.84$ 克/毫升。

警告—此试剂能引起剧烈烧伤。

应始终使用最高纯度的硫酸。特别注意制造厂家说明书中有关氮的含量。

5.4 氢氧化钠，约500克/升的溶液。

警告—此试剂能引起剧烈烧伤。

将 500 ± 20 克的氢氧化钠溶于约800毫升水中。冷却至室温，然后在量筒中用水稀释到1升。

5.5 盐酸，标准滴定溶液，

$C(\text{HCl}) \approx 0.10$ 摩尔/升。

本溶液可稀释盐酸（5.2）来制备，然后用常规的分析步骤标定。也可选用确保浓度的市售溶液。

5.6 盐酸，标准滴定溶液，

$C(\text{HCl}) \approx 0.02$ 摩尔/升

本溶液可稀释盐酸（5.2或5.5）来制备，然后用常规的分析步骤标定。也可以选用确保浓度的市售溶液。

5.7 硼酸/指示剂，溶液。

5.7.1 将 0.5 ± 0.1 克甲基红溶于约800毫升水中，在量筒中用水稀释至1升。

5.7.2 将 1.5 ± 0.1 克亚甲兰溶于约800毫升水中，在量筒中用水稀释至1升。

5.7.3 将 20 ± 1 克硼酸（ H_3BO_3 ）溶于温水中。冷却至室温。加 10 ± 0.5 毫升甲基红溶液（5.7.1）和 2.0 ± 0.1 毫升亚甲兰溶液（5.7.2），在量筒中用水稀释至1升。

5.8 催化剂混合物

警告—本混合物有毒。制备和使用它时应避免吸入粉尘。全部含硒残渣都应收集起来以便回收硒（11.2）或储存管理起来。

均匀混合 1000 ± 20 克硫酸钾和 10.0 ± 0.2 克硒片。

5.9 防爆沸颗粒。

6 仪器

常用的实验室仪器及：

6.1 基耶达矿化烧瓶，有足够大的容积以适应分析中所用试份体积，但无论如何不要超过500毫升。

它们最好适于直接做蒸馏仪器（6.2）的附件。

6.2 蒸馏仪器，装有防喷溅蒸馏头及垂直冷凝器，后者的出口能没入吸收液中。

如果基耶达烧瓶（6.1）不适于直接做蒸馏器的附件，还需要单独的蒸馏烧瓶。

注意对蒸馏器的事先清洗！

每当仪器多日不用，应进行下述操作。

向蒸馏瓶中加入约350毫升的水（5.1）。加入几颗防爆沸颗粒（5.9），组装好仪器，然后至少蒸馏100毫升。弃去馏出液及蒸馏瓶中的残留物。

7 采样及样品

应该用聚乙烯或玻璃瓶采集实验室样品。应尽快分析这些样品，不然则在2至5℃下储存到分析时为止。用硫酸（5.3）酸化到 $\text{pH } 2$ 亦可用来帮助保存。酸化样品容易吸收大气中的氮而受到污染，这一点要避免。

8 步骤

8.1 试份

如果已知样品中大致氮的浓度，可按表1选择试份的体积。

表1—试份的选择

Kjeldahl 氮浓度， ρ_N 毫克/升	试份的体积* 毫升
高至10	250
10至20	100
20至50	50
50至100	25

* 滴定时采用0.02摩尔/升盐酸标准滴定液（5.6）。

8.2 空白试验

按8.3规定的步骤操作,但以约250毫升水(5.1)代替试料。记下加入的盐酸(5.6)体积。

8.3 测定

警告—矿化步骤能放出有毒的二氧化硫气体。从污染水样中还可能释放出硫化氢和(或)氰化氢。因此矿化应在有效的排气系统下进行。

将试料(8.1)置于基耶达烧瓶(6.1)中,用量筒加入10毫升硫酸(5.3)及 5.0 ± 0.5 克的催化剂混合物。加入少量防爆沸颗粒(5.9),在合适的排气系统下,迅速将瓶内液体煮沸。随着水分沸腾蒸发,瓶内液体减少,然后会开始放出白色的烟气。

烟气放完后,定时观察矿化液,待其成为无色透明或呈淡褐色后,继续加热60分钟(见注1)。

矿化后,将烧瓶冷却至室温。同时量取 50 ± 5 毫升的指示剂(5.7)加到蒸馏器的接收瓶中。要保证冷凝器出口端在指示剂液面以下。

将 250 ± 50 毫升水(5.1)小心加入矿化瓶中,同时加入少量防爆沸颗粒(5.9)。然后用量筒加入50毫升的氢氧化钠溶液(5.4),并立即把蒸馏瓶安到蒸馏器上(见注2)。

加热蒸馏烧瓶,使馏出液的收集速度大约为10毫升/分。收集了约200毫升后停止蒸馏。用0.02摩尔/升的盐酸溶液(5.6)滴定蒸馏液,至达到紫色终点,并记录下加入体积(见注3)。

注:

1 在水煮沸蒸发后,加热速度应足够大,使酸性混合物在烧瓶颈向上升至一半处回流下去。这样就确保达到了足够高的矿化温度。

2 如果蒸馏瓶与蒸馏器安装不密合,须将其中混合液定量转移至合适的蒸馏瓶中。在加水阶段可以很方便做这件事。

3 滴定样品中含氮浓度高的蒸馏液,可以应用0.10摩尔/升的盐酸(5.5)。

9 结果的表示

9.1 计算方法

基耶达氮浓度, ρ_N , 以毫克每升表示,按下式计算:

$$\frac{V_1 - V_2}{V_0} \times C \times 14.01 \times 1000$$

式中

V_0 为试份(见8.1)体积,毫升;

V_1 为滴定中消耗的盐酸标准滴定液(见8.3)的体积,毫升;

V_2 为空白试验(见8.2)滴定中消耗的盐酸标准滴定液体积,毫升;

C 为用于滴定的盐酸准确浓度,以摩尔每升表示;14.01为相应的氮的原子量。

结果可以表示为氮的质量浓度, ρ_N , 以毫克每升为单位, 或表示成氮的物质浓度, C_N , 以微摩尔每升为单位。

将 ρ_N 换算为 C_N , 需将 ρ_N 乘以 71.4。

9.2 重复性

重复性标准差已测定, 见表 2。

表 2— 重复性标准差*

样 品	氮浓度, ρ_N 毫克 / 升	试份体积 毫升	标准差** 毫克 / 升	自由度
尿素溶液	2	500	0.027	19
尿素溶液	50	100	0.31	19
尿素溶液	150	100	2.69	19
污水	79***	50	0.68	19
化学废水	16***	200	0.19	15
化学废水	62***	100	0.48	15

* 数据来自法国。

** 除 $\rho_N = 2$ 毫克 / 升的标准溶液使用 0.02 摩尔 / 升盐酸外, 其余滴定均使用 0.1 摩尔 / 升的盐酸。

*** 多次测定的平均值。

10 干扰

存在硝酸盐和 / 或亚硝酸盐, 能引起正和负的两方面测量误差。在测试条件下, 硝酸盐和 / 或亚硝酸盐能被还原, 导致假的高结果。硝酸盐和 / 或亚硝酸盐还能与样品中的铵形成铵盐。这些盐在矿化温度下能够分解, 生成气态氮而损失, 导致测定结果偏低。如果硝酸盐和 / 或亚硝酸盐在样品中的浓度大到使产生的系统误差或精度的降低不能容许时, 矿化过程前应分别将它们还原为铵。

若矿化步骤时间过长, 也可能使结果假性偏低。条款 8 规定的步骤必须仔细遵守。

11 操作步骤注解

11.1 用分光光度法在 655 纳米处可直接测定矿化液中的铵。可应用下述步骤

矿化后, 将烧瓶冷却至室温, 然后向瓶中加 50 ± 10 毫升水 (5.1)。加 2 滴浓度为 1 克 / 升的 4 - 硝基苯酚溶液。再以极慢速度加入氢氧化钠溶液 (5.4), 边加入边混合均匀并冷却瓶中溶液, 直至呈现持久的淡黄色为止。然后加入几滴硫酸 (5.3), 使黄色消失。将溶液定量转移至 200 毫升容量瓶中, 用水 (5.1)

稀释至标线。用分光光度法（见 ISO 7150 / 1）测定此溶液中的铵离子。校准和空白溶液必须按上述步骤来制备，因为在中和了的矿化溶液中所含的高浓度硫酸钠会影响分光光度测定步骤的校准。用分光光度法测定的铵浓度 ρ_N ，以毫克每升表示，必须乘以因子 $200 / V$ ，式中 V 是试份体积，毫升（8.1），这样就得到基耶达氮浓度 ρ_N ，以毫克每升样品表示。

11.2 从矿化残液中回收硒的建议步骤

残液应收集在玻璃瓶中，贴上“毒品”的标签。为回收硒，需将瓶内混合液酸化（pH 2）。用氯化锡（II）将此酸性溶液还原（加入固体氯化亚锡）生成红色硒沉淀，此沉淀可过滤分离并按管理规则进行处置。

12 试验报告

试验报告应包括下述内容：

- a) 参考本国际标准；
- b) 为完整鉴定样品所需资料；
- c) 分析前，储存和保管实验室样品的细节；
- d) 达到的重复性的报告；
- e) 结果及表示方法；
- f) 本国际标准中未规定的操作细节及认为可有可无而已对结果产生了影响的情况。

李安城译

国际标准

ISO 6778

水质 — 铵的测定 — 电位测定法

第一版—— 1984-06-01

UDC 443.342: 543.257.1 Ref. No ISO 6778—1984 (E)
描述符: water, quality, chemical analysis, determination of content,
ammoniacal nitrogen, ammonium ion, potentiometric methods.

中国环境监测总站

前 言

ISO(国际标准化组织)是各国标准化团体(ISO的成员团体)的世界范围的联合组织。国际标准的制订是通过ISO的技术委员会来进行的。对技术委员会授权从事的课题感兴趣的每个成员团体,都有权参加该技术委员会。与ISO建立联系的政府性及非政府性国际组织亦参与工作。

被技术委员会采纳的国际标准草案分发给各成员团体进行投票通过后,然后由ISO理事会认可,成为国际标准。

国际标准ISO 6778是由技术委员会ISO/TC 147,水质量技术委员会制订的,于1982年12月分发给各成员团体。

下述国家的成员团体对它投了赞成票:

奥地利	伊朗	罗马尼亚
比利时	伊拉克	南非共和国
巴西	意大利	西班牙
加拿大	日本	瑞典
中国	民主朝鲜	瑞士
捷克斯洛伐克	墨西哥	泰国
埃及	荷兰	英国
联邦德国	新西兰	苏联
匈牙利	挪威	
印度	波兰	

下述国家成员团体在技术上反对这个文件:

澳大利亚

法国

水质—铵的测定—电位测定法

1. 目的

本国际标准规定了用氨敏感膜电极进行电位测定原水、废水及污水中铵的方法。

2 适应范围

2.1 范围

不对试份进行稀释时，本方法适于测定的铵氮浓度 ρ_N 可高达 50 毫克/升。

2.2 检出限

检出限定义为在规定条件下的能斯脱响应（见款 3）极限。检出限值大约相当于 $\rho_N = 0.2$ 毫克/升。

2.3 灵敏度

按能斯脱公式，铵浓度每变化十倍，电极电位变化约 60 毫伏。

2.4 干扰

连续测定铵浓度超过 $\rho_N = 50$ 毫克/升的水时，氨敏感膜电极不能给出足够的响应。对这类水，建议将试份稀释至其浓度低于此值。

水蒸气穿过半透膜会影响电极的响应。如果膜两侧的渗透压不同，会有这种现象。因此必需保证经碱性缓冲溶液处理后的样品的渗透压与通常电极内部所充溶液的渗透压非常接近。为此，未加缓冲液的样品含有的溶解物总浓度（亦即溶液中所有离子及其他物质浓度的和，以摩尔每升表示）如果高于 0.1 摩尔/升，就应加以稀释再进行测定，只要这种稀释不会把铵浓度降低到 0.2 毫克氮每升以下就行。

胺类会造成正干扰；已报导过的干扰列于表 1。

表 1

干 扰 物	干扰物浓度	铵浓度为 $\rho_N = 1$ 毫克/升时的表观增加值
	毫克/升	毫克/升
胍	4	0.06
环己胺	4	0.03
吗啉 (Morpholine)	10	0.03
十八烷胺	0.4	0.14
甲醇胺	3.4	0.15*
尿素	11	0.01

* 铵浓度为 $\rho_N = 0.5$ 毫克/升时的表观增加值。