

中华人民共和国行业标准

硝酸盐氮的测定

(紫外分光光度法)

SL 84—1994

Determination of nitrogen (nitrate)
(Ultraviolet spectrophotometric method)

1 总则

1.1 主题内容

本标准规定了用紫外分光光度法测定水中的硝酸盐氮。

1.2 适用范围

本方法适用于清洁地面水和未受明显污染的地下水中硝酸盐氮的测定,其最低检出浓度为 0.08mg/L,测量上限为 4mg/L 硝酸盐氮。

1.3 干扰及消除

溶解的有机物、表面活性剂、亚硝酸盐、六价铬、溴化物、碳酸氢盐和碳酸盐等干扰测定,需进行适当的预处理。本法采用絮凝共沉淀和大孔中性吸附树脂进行处理,以去除水样中大部分常见有机物、浊度和 Fe^{3+} 、 Cr^{6+} 对测定的干扰。

2 方法原理

利用硝酸根离子在 220nm 波长处的吸收而定量测定硝酸盐氮。溶解的有机物在 220nm 处和 275nm 处均有吸收,而硝酸根离子在 275nm 处没有吸收。因此,在 275nm 处作另一次测量,以校正硝酸盐氮值。

3 仪器

3.1 紫外分光光度计。

3.2 离子交换柱($\phi 1.4\text{cm}$,装树脂高 5~8cm)。

3.3 常用实验设备。

4 试剂

4.1 氢氧化铝悬浮液:溶解 125g 硫酸铝钾 $[\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 或硫酸铝铵 $[\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 于 1000mL 水中,加热至 60℃。然后边搅拌边缓缓加入 55mL 浓氨水。放置约 1h 后,移至一个大瓶中,用倾泻法反复洗涤沉淀物,直到该溶液不含铵离子为止。最后加 300mL 纯水成悬浮液。使用前振荡均匀。

4.2 硫酸锌溶液:10%(m/V)。

4.3 氢氧化钠溶液: $C(\text{NaOH})=5\text{mol/L}$ 。

4.4 大孔型中性树脂:CAD-40 或 XAD-2 型及类似型号树脂。

4.5 甲醇。

4.6 盐酸溶液: $C(\text{HCl})=1\text{mol/L}$ (盐酸系优级纯)。

水利部 1995-05-01 批准

1995-05-01 实施

4.7 氨基磺酸($\text{H}_2\text{NSO}_3\text{H}$)溶液:0.8%(m/V),避光保存于冰箱中。

4.8 硝酸盐氮标准溶液: $C(\text{NO}_3-\text{N})=100\text{mg/L}$ 。

将0.7218g经105~110℃干燥2h的硝酸钾(KNO_3)溶于水中,移入1000mL容量瓶,用水稀释至标线,混匀。加2mL氯仿作保存剂,至少可稳定6个月。每毫升此标准溶液含0.100mg硝酸盐氮。

5 步骤

5.1 水样预处理:

5.1.1 吸附柱制备:新的树脂先用200mL去离子水两次洗涤,用甲醇(4.5)浸泡过夜,弃去甲醇,再用40mL甲醇分两次洗涤,用新鲜去离子水洗到柱中流出液滴落于烧杯中无乳白色为止;树脂装入柱中时,树脂间绝对不允许存在气泡。

5.1.2 量取200mL水样置于锥形瓶中,加入硫酸锌溶液(4.2)2mL,在搅拌下滴加氢氧化钠溶液(4.3),调节pH等于7。或将200mL水样调节pH=7,加4mL氢氧化铝悬浮液(4.1)。

5.1.3 待絮凝胶团下沉后,吸取上清液(或离心分离)注入吸附树脂柱中,以取每秒1~2滴的流速流出(注意各个水样间的流速保持一致)。先用100mL水样上清液分两次洗涤柱子,弃去。再使水样上清液通过柱子,收集50mL于比色管中,备测定用,树脂用150mL水分三次洗涤,备用。

5.2 水样测定:

5.2.1 在盛有水样的比色管中加1.0mL盐酸溶液(4.6),0.1mL氨基磺酸溶液(4.7)(若亚硝酸盐氮低于0.1mg/L时,可不加氨基磺酸溶液)。

5.2.2 用1cm石英比色皿在紫外分光光度计上,用新鲜去离子水50mL,加1mL盐酸溶液(4.6)作参比,测定水样在220nm及275nm波长处的吸光度。

5.3 校准曲线的绘制:向6支100mL容量瓶中依次加入0、0.25、0.50、1.00、1.50、2.00mL硝酸钾标准溶液(4.8),用新鲜去离子水稀释到100mL(其相应浓度为0、0.25、0.50、1.00、1.50、2.00mg/L硝酸盐氮,若测较高含量的样品时需适当扩展系列)。按水样测定相同步骤测量吸光度。根据220nm与二倍2.75nm波长吸光度值之差对浓度作图,绘制校准曲线。

6 结果表示

6.1 校正吸光度计算

$$A_c = A_{220\text{nm}} - 2A_{275\text{nm}} \dots\dots\dots (1)$$

式中: A_c ——校正吸光度;

$A_{220\text{nm}}$ ——220nm波长处测得的吸光度;

$A_{275\text{nm}}$ ——275nm波长处测得的吸光度。

6.2 硝酸盐氮含量计算

$$C = \frac{m}{V} \times 1000 \dots\dots\dots (2)$$

式中: C ——水样中硝酸盐氮浓度,mg/L;

m ——依校正吸光度值 A_c 从校准曲线上查出的相应硝酸盐氮含量,mg;

V ——所取水样的体积,mL。

7 精密度和准确度

经六个实验室分析含1.80mg/L硝酸盐氮的统一标样,实验室内相对标准偏差为2.6%;实验室间总相对标准偏差为5.1%;相对误差为1.1%。

8 注意事项

8.1 为了解水中受污染程度和变化情况,需对水样进行紫外吸收光谱分布曲线的扫描,如无扫描装置时,可手动在 220~280nm 间,每隔 2~5nm 测量吸光度,绘制波长—吸光度曲线。水样与近似浓度的标准溶液分布曲线应类似,且在 220nm 及 275nm 附近不应有肩状或折线出现。

参考吸光度比值 $\left[\frac{A_{275}}{A_{220}} \times 100\% \right]$ 应小于 20%, 越小越好。

水样经上述方法适用情况检验后,符合要求时,应不经预处理,直接取 50mL 水样于比色管中,加盐酸和氨基磺酸溶液后,进行吸光度测量。如经絮凝后水样亦达到上述要求,则也可只进行絮凝预处理,省略树脂吸附操作。

8.2 含有有机物的水样,而硝酸盐含量较高时,必须先进行预处理后再稀释。

8.3 大孔中性吸附树脂对环状、空间结构大的有机物吸附能力强,对低碳链、有较强极性和亲水性的有机物吸附力差。

8.4 当水样存在六价铬时,絮凝剂应采用氢氧化铝,并放置 0.5h 以上再取上清液供测定用。

 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686