

中華民國國家標準	肥料中有害成分檢驗法 (亞硝酸之測定)	總號	1 2 9 6 6
CNS		類號	N 4 1 4 6

Method of Test for Hazardous Components in Fertilizers :

Determination of Nitrous Acid

- 適用範圍：本標準規定肥料中有害成分亞硝酸含量之測定方法。
- 磺胺—萘基伸乙二胺法 (Sulfanilamide—Naphthylethylenediamine method)

本方法適用於硝酸鹽及含硝酸鹽肥料中亞硝酸鹽含量之測定。

2.1 儀器：分光光度計。

2.2 試藥溶液之製備：

(1) 亞硝酸鈉標準溶液：正確稱取特級 (GR) 亞硝酸鈉 (NaNO_2) 0.74 g 溶解於水配成 1000 ml，做為亞硝酸鈉標準儲備溶液，標定其濃度後貯藏於冷暗處。其濃度之標定方法如下：將標準儲備溶液盛於滴定管中，另正確量取 0.1 N 高錳酸鉀標準溶液 5 ml 置於燒杯中，加入水約 70 ml 及硫酸 (1+5) 約 15 ml 加熱至 40°C，將滴定管滴口尖端浸入此液面下，邊攪拌邊以亞硝酸鈉標準儲備溶液滴定之。滴定至顏色消失為終點 (接近終點時緩慢滴定) 求出其濃度，[0.1 N ($\frac{1}{5}$ M) 高錳酸鉀溶液 1 ml 相當於 2.351 mg 亞硝酸 (HNO_2) 之量]。使用時量取一定量之標準儲備溶液，用水正確稀釋成 50~500 倍數階段之標準溶液 (此液含 HNO_2 量約 10~1 $\mu\text{g}/\text{ml}$)。

(2) 高錳酸鉀標準溶液：稱取高錳酸鉀 (KMnO_4) 3.16 g 溶解於約 800 ml 水中，煮沸後加水稀釋成 1000 ml，放置 1~2 日，使用 G 4 漏斗型玻璃過濾器過濾，即為約 0.1 N 高錳酸鉀溶液，貯藏於褐色瓶中，並依下述方法標定其濃度。

正確稱取標準試藥級草酸鈉 ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ；在 150~200°C 乾燥 1~1.5 小時後放在硫酸乾燥器中冷卻) 0.3 g 置於燒杯中，加入預先經煮沸放冷至 25~30°C 之硫酸 (1+20) 約 250 ml 溶解。在緩慢攪拌下急速滴加高錳酸鉀溶液約 40 ml，俟高錳酸鉀之顏色完全消失後，加熱至 55~60°C。再繼續滴定，至接近終點之 1~1.5 ml 時慢慢滴加至溶液轉呈微紅色時為終點 (保持 30 秒內不褪色) 並依下式計算及標定其濃度。

草酸鈉 0.3 g = 0.1 N ($\frac{1}{5}$ M) KMnO_4 溶液 44.78 ml。

(3) 磺胺 (對胺苯磺醯胺) (Sulfanilamide) 溶液：稱取磺胺 ($\text{NH}_2 \cdot \text{SO}_2\text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{NH}_2$) 0.2 g 溶解於溫水中，冷卻後以水配成 100 ml。

(4) 1-萘基伸乙二胺 (1-Naphthylethylenediamine dihydrochloride) 溶液：稱取 1-萘基伸乙二胺 [$\text{C}_{10}\text{H}_7 \cdot \text{NH} \cdot (\text{CH}_2)_2 \cdot 2\text{HCl}$] 0.1 g 溶解於水並配成 100 ml，以褐色瓶貯藏。

(5) 硫酸鋁溶液：稱取硫酸鋁 [$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$] 3 g 溶解於水並配成 1000 ml。

2.3 試樣液之製備：

正確稱取試樣 1 g 置於錐形瓶中，正確加入硫酸鋁溶液 200 ml，在每分鐘 30~40 回回轉之振盪機上搖盪 20 分鐘後，加入氫氧化鈣約 1 g，繼續搖盪 10 分鐘後用乾燥濾紙過濾。若濾液帶有顏色時，加入少量活性炭脫色再用乾燥濾紙過濾。

2.4 定量：

試樣液製成後立即正確量取 5 ml (HNO_2 量 1~50 μg 為宜) 置於 50 ml 之量瓶中，加入鹽酸 (1+1) 1 ml 及磺胺溶液 5 ml 混合之，放置約 5 分鐘。然後加入 1-萘基伸乙二胺溶液 1 ml，放置約 10 分鐘後加水至標線，同時做空白試驗，在波長 530 nm 測定其吸光度。同時另正確量取不同量之亞硝酸鈉標準溶液，依試樣液相同之條件操作測定其吸光度，並做成數階段不同濃度之校準曲線以供求取試樣液中亞硝酸 (HNO_2) 之量。

公 布 日 期
81 年 2 月 27 日

經 濟 部 標 準 檢 驗 局 印 行

修 訂 日 期
年 月 日

印行日期94年10月

本標準非經本局同意不得翻印

A4 (210×297)