

水质 硝酸盐氮的测定
酚二磺酸分光光度法

Water quality—Determination of nitrate—Spectro-
photometric method with phenol disulfonic acid

1 适用范围

本标准适用于测定饮用水、地下水和清洁地面水中的硝酸盐氮。

1.1 测定范围

本方法适用于测定硝酸盐氮浓度范围在0.02~2.0mg/L之间。浓度更高时，可分取较少的试份测定。

1.2 最低检出浓度

采用光程为30mm的比色皿，试份体积为50ml时，最低检出浓度为0.02mg/L。

1.3 灵敏度

当使用光程为30mm的比色皿，试份体积为50ml，硝酸盐氮含量为0.60mg/L时，吸光度约0.6单位。

使用光程为10mm的比色皿，试份体积为50ml，硝酸盐氮含量为2.0mg/L时，其吸光度约0.7单位。

1.4 干扰

水中含氯化物、亚硝酸盐、铵盐、有机物和碳酸盐时，可产生干扰。含此类物质时，应作适当的前处理，以消除对测定的影响。

2 原理

硝酸盐在无水情况下与酚二磺酸反应，生成硝基二磺酸酚，在碱性溶液中，生成黄色化合物，于410nm波长处进行分光光度测定。

3 试剂

本标准所用试剂除另有说明外，均为分析纯试剂，实验中所用的水，均应用蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 硫酸： $\rho = 1.84\text{g/ml}$ 。

3.2 发烟硫酸 ($\text{H}_2\text{SO}_4 \cdot \text{SO}_3$)：含13%三氧化硫 (SO_3)。

注：(1) 发烟硫酸在室温较低时凝固，取用时，可先在40~50℃隔水浴中加温使熔化，不能将盛装发烟硫酸的玻璃瓶直接置入水浴中，以免瓶裂引起危险。

(2) 发烟硫酸中含三氧化硫 (SO_3) 浓度超过13%时，可用硫酸 (3.1) 按计算量进行稀释。

3.3 酚二磺酸 ($\text{C}_6\text{H}_3(\text{OH})(\text{SO}_3\text{H})_2$)。

称取25g苯酚置于500ml锥形瓶中，加150ml硫酸 (3.1) 使之溶解，再加75ml发烟硫酸 (3.2)，充分混和。瓶口插一小漏斗，置瓶于沸水浴中加热2h，得淡棕色稠液，贮于棕色瓶中，密塞保存。

注：(1) 当苯酚色泽变深时，应进行蒸馏精制。

(2) 无发烟硫酸时, 亦可用硫酸(3.1)代替, 但应增加在沸水浴中加热时间至6h, 制得的试剂尤应注意防止吸收空气中的水分, 以免因硫酸浓度的降低, 影响硝基化反应的进行, 使测定结果偏低。

3.4 氨水 ($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$): $\rho = 0.90\text{g/ml}$ 。

3.5 硝酸盐氮标准溶液: $c_{\text{N}} = 100\text{mg/L}$ 。

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。

每毫升本标准溶液含0.10mg硝酸盐氮。

3.6 硝酸盐氮标准溶液: $c_{\text{N}} = 10.0\text{mg/L}$ 。

吸取50.0ml硝酸盐氮标准溶液(3.5), 置蒸发皿内, 加氢氧化钠溶液(3.9)使调至pH8, 在水浴上蒸发至干。加2ml酚二磺酸试剂(3.3), 用玻璃棒研磨蒸发皿内壁, 使残渣与试剂充分接触, 放置片刻, 重复研磨一次, 放置10min, 加入少量水, 定量移入500ml容量瓶中, 加水至标线, 混匀。

每毫升本标准溶液含0.010mg硝酸盐氮。

贮于棕色瓶中, 此溶液至少稳定6个月。

注: 本标准溶液应同时制备两份, 如发现浓度存在差异时, 应重新吸取硝酸盐氮标准溶液(3.5)进行制备。

3.7 硫酸银溶液

称取4.397g硫酸银(Ag_2SO_4)溶于水, 稀释至1000ml。

1.00ml此溶液可去除1.00mg氯离子(Cl^-)。

3.8 硫酸溶液: 0.5mol/L。

3.9 氢氧化钠溶液: 0.1mol/L。

3.10 EDTA二钠溶液。

称取50gEDTA二钠盐的二水合物($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_3\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 溶于20ml水中, 使调成糊状, 加入60ml氨水(3.4)充分混合, 使之溶解。

3.11 氢氧化铝悬浮液。

称取125g硫酸铝钾($\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)或硫酸铝铵($\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)溶于1L水中, 加热到60℃, 在不断搅拌下徐徐加入55ml氨水(3.4), 使生成氢氧化铝沉淀, 充分搅拌后静置, 弃去上清液。反复用水洗涤沉淀, 至倾出液无氯离子和铵盐。最后加入300ml水使成悬浮液。

使用前振摇均匀。

3.12 高锰酸钾溶液: 3.16g/L。

4 仪器

常用实验室仪器及:

4.1 瓷蒸发皿: 75~100ml容量。

4.2 具塞比色管: 50ml。

4.3 分光光度计: 适用于测量波长410nm, 并配有光程10mm和30mm的比色皿。

5 采样和样品

按照国家标准规定及根据待测水的类型提出的特殊建议进行采样。

实验室样品可贮于玻璃瓶或聚乙烯瓶中。

硝酸盐氮的测定应在水样采集后立即进行, 必要时, 应保存在4℃下, 但不得超过24h。

6 步骤

6.1 试份体积的选择

最大试份体积为50ml, 可测定硝酸盐氮浓度至2.0mg/L。