

中華民國國家標準

CNS

## 廢水、污水硝酸鹽含氮檢驗法

總號 4051

類號 K9020

## Methods for Determination of Nitrate Nitrogen in Polluted and Waste Water

1. 適用範圍：本標準適用於工廠廢水、家庭污水、放流水、河川水及其他污水之硝酸鹽檢驗。
2. 取樣及貯藏：為防止水樣中各種氮之化合物因生物作用而生改變，取樣後應即刻檢驗之。若必須儲存，則應貯於恰恰在冰點以上之低溫；否則應加硫酸（0.8公撮濃硫酸/公升）或氯化汞（40公絲  $Hg^{+2}$  /公升）。如曾加酸，則在檢驗前須將水樣中和至約 PH 7。
3. 方法之選擇：在檢驗污水或廢水時，因其含有較多干擾物質，故較清水為困難。因此特提供幾種方法，視所含干擾物之種類及濃度而加以選擇。下列附表可供選擇方法。

干 擾 物 \ 檢 驗 法	鋅 還 原 法	銅 還 原 法	馬 錢 子 驗 法	酚 二 磺 酸 法	羥 基 茶 二 磺 酸 法
硝酸鹽氮之最少 濃度 ( $\mu g/l$ )	2	10	10	10	50
氧化物與還原物	有干擾	↑	有干擾		
重 金 屬	有干擾				有 干 擾
色	有干擾				
氯 鹽		不 詳			
有 機 物			有干擾		
碘 酸 鹽 與 硒					有 干 擾
亞 硝 酸 鹽					
硫 化 物		↓			

※ 經方法中之處理步驟後，可消除部份干擾作用。

## 4. 檢驗方法：

## 4.1 鋅還原法 (Zinc Reduction Method)

## 4.1.1 方法概要

4.1.1.1 原理：在控制之情況下，硝酸鹽可用鋅還原，所得之亞硝酸鹽用比色法測定之。所用之鋅量及作用時間均須依照規定。還原作用與溫度極有關係，水樣必須以其標準曲線所用之溫度相同之溫度下進行檢驗；溫度愈低，曲線之斜度愈大，則準確度愈高。水樣中原有之亞硝酸鹽已被在酸性溶液中之疊氮化鈉 (Sodium Azide) 所破壞。用 2 公分光路時，1.4 公絲/公升氮以內所得之色遵照皮爾定律。

4.1.1.2 干擾：應無強氧化劑及還原劑之存在。下列離子有干擾：亞銻、金、鈹、氯化鉑、鐵、鉛、亞汞、金屬鈾和銀。銅離子可能造成低結果。會改變所生之色之有色離子應無存在。

4.1.1.3 最低可檢出濃度：在 50 公撮水樣中，最低檢出濃度為；用 10 公分光路為 2 微克/公升氮；用 5 公分光路為 5 微克/公升氮；用 2 公分光路為 10 微克/公升氮；用 1 公分光路為 40 微克/公升氮

## 4.1.2 使用儀器：

(共 12 頁)

公 佈 日 期  
65 年 12 月 18 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

甲 4 ( 210 × 297 )

- 4.1.2.1 比色儀器：下列任何一種均可用。
- 分光光度計，在 520 nm 使用，備有 1 公分或更長之光路。
  - 濾鏡光度計，備有 1 公分或更長光路，及在 520 nm 有最大透光率之綠色濾鏡。
  - 納氏比色管，有刻度，50 公分，長型。
- 4.1.2.2 試管，25 × 200 公釐，Kimble No. 45048 或其相似者，有軟木塞子 (No. 4)。
- 4.1.2.3 濾紙，15 公分，能在 30 秒內濾過 50 公撮之水樣。
- 4.1.2.4 量匙， $\frac{1}{4}$  茶匙容量。
- 4.1.3 使用試劑：
- 4.1.3.1 硫酸鋅溶液：溶 100 公克 7 水硫酸鋅 ( $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ) 於蒸餾水，稀釋至 1 公升。
  - 4.1.3.2 氫氧化鈉溶液：溶 240 公克氫氧化鈉於 500 公撮蒸餾水，稀釋至 1 公升。
  - 4.1.3.3 硝酸鉀貯備液：溶 721.8 公絲無水硝酸鉀於蒸餾水，稀釋至 1,000 公撮。此溶液含有 100 公絲 / 公升氮。
  - 4.1.3.4 標準硝酸鉀溶液：用蒸餾水稀釋 50 公撮硝酸鉀貯備液至 500 公撮；1.00 公撮 = 10.0 微克氮 = 44.3 微克硝酸塩。
  - 4.1.3.5 疊氮化鈉溶液：溶 1.0 公克疊氮化鈉 ( $NaN_3$ ) 於蒸餾水，稀釋至 1 公升。(注意疊氮化鈉有劇毒，切勿誤食)
  - 4.1.3.6 塩酸，1 + 4。
  - 4.1.3.7 對氨基苯磺酸溶液：溶 0.60 公克對氨基苯磺酸 (Sulfanilic Acid) 於 70 公撮熱蒸餾水，冷卻，用蒸餾水稀釋至 100 公撮，充分混合。
  - 4.1.3.8 鋅：在瓶中加入 1.000 公克細粉狀之鋅於 200 公克氯化鈉，搖盪數分鐘使充分混合。每公撮 (約  $\frac{1}{4}$  茶匙) 含有 5.9 公絲 ( $\pm 10\%$ ) 之鋅。在使用前須劇烈搖合此混合物。
  - 4.1.3.9 氫氯酸茶胺溶液：溶 0.60 公克氫氯酸茶胺 (1-Naphthylamine hydrochloride) 於加有 1.0 公撮濃塩酸之蒸餾水，用蒸餾水稀釋至 100 公撮。一星期後此溶液可能會變色，並有沉澱，但仍可使用，如有影響靈敏度時應將其重配貯於冰箱。有沉澱時用過濾法除去之。
  - 4.1.3.10 2M 醋酸鈉溶液：溶 16.4 公克醋酸鈉或 27.2 公克 3 水醋酸鈉 ( $NaC_2H_3O_2 \cdot 3H_2O$ ) 於蒸餾水，稀釋至 100 公撮。如此溶液不清澄，過濾之。
- 4.1.4 檢驗步驟：
- 4.1.4.1 製備標準曲線：
    - 4.1.4.1.1 硝酸塩標準液之還原：用吸管準確的量取一系列之標準硝酸鉀溶液，置於試管或納氏比色管中。爲了便於混合，最好用 50 公撮長型之納氏比色管。每管中各加 1.0 公撮 1 + 4 塩酸及 1.0 公撮對氨基苯磺酸溶液，稀釋至約 40 ~ 45 公撮，混合均勻。充分混合鋅—氯化鈉混合物，各加 1 公撮 (約  $\frac{1}{4}$  茶匙) 至每一管中。顛倒試樣 10 次，2 分鐘後再顛倒混合 10 次。然後儘速濾入 50 公撮之量瓶中。因爲與鋅之接觸時間非常重要，所以必須在加鋅以後，剛好 7 分鐘才過濾。
    - 4.1.4.1.2 色之展現：加 1.0 公撮氫氯酸茶胺溶液於各濾液，混合。加 1.0 公撮醋酸鈉溶液，混合。放置 5 分鐘使色之展現完全。稀釋至 50 公撮。
    - 4.1.4.1.3 光度計測定：在 520 nm 波長下用光度計測定此紅紫色之吸收率，或用在 520 nm 有最大透光率之綠色濾鏡之濾鏡光度計測定其吸收率。依照下列硝酸塩氮濃度，採用各種光路：

硝酸塩—氮範圍，公絲 / 公升	光路，公釐
0.4 — 14.0	1
0.2 — 14.0	2
0.1 — 10.0	5
0.02 — 3.0	10

另用蒸餾水作空白試驗，加各種試劑後，測定其吸收率。每次新配試劑後，均需重製曲線。

4.1.4.2 製備肉眼比色標準：依照上述4.1.4.1.1及4.1.4.1.2兩節製備各標準。在使用前，須用稀鹽酸洗滌各納氏比色管，以去除經還原後所剩之銻。

4.1.4.3 水樣之處理：

4.1.4.3.1 調整 PH：如水樣曾加酸保藏，需中和至 PH 7。

4.1.4.3.2 去除濁度及色：如水樣含有懸浮物質及色，加 1 公撮硫酸銻溶液於 100 公撮水樣，充分混合，加 0.4—0.5 公撮氫氧化鈉溶液，使 PH 達 10.5，用 PH 儀器測定，再充分混合。放置水樣數分鐘，便有沉澱物生成而沉澱下來，其上澄液應澄清無色，用離心機或過濾法清除此沉澱，棄去最初幾公撮之濾液。調整濾液之 PH 至 7。

4.1.4.3.3 除去亞硝酸鹽之干擾：在 150 公撮燒杯中，加 1.0 公撮疊氮化鈉溶液於 50.0 公撮水樣。加 1.0 公撮 (1+4) 鹽酸，緩和煮沸至約 40 公撮，不得濺出。冷卻至室溫，移入納氏比色管。用 1~2 公撮蒸餾水洗滌燒杯，將洗液併入水樣中。

4.1.4.3.4 色之展現及測定：依照 4.1.4.1 各節完成測定，但免去加鹽酸一步。將此水樣所生之色與 4.1.4.2 節所製備之標準色樣相比色，或用光度計測定水樣之吸收率。祇少需用一個與水樣含量相近之硝酸鹽標準檢查一下標準曲線。

4.1.5 計 算：

$$\text{硝酸鹽氮 (公絲/公升)} = \frac{\text{硝酸鹽氮 (公絲)} \times 1,000}{\text{水 樣 (公升)}}$$

4.1.6 精密度與準確度：未稀釋之水樣，並無干擾物時，精密度約為±20 微克/公升氮至 1.4 公絲/公升。準確度在 0.04 至 1.4 公絲/公升氮範圍內約為 20 微克/公升。(用 2 公分光路)

4.2 錳還原法 (Cadmium Reduction Method)

4.2.1 方 法：當水樣通過一置有錳汞劑之柱管後，硝酸鹽被還原為亞硝酸鹽。所產生之亞硝酸鹽使與對氨基苯磺醯胺 (Sulphanilamide) 及乙二胺作用生成偶氮化物，其色可以比色法測定之。在水樣中原來所存在之亞硝酸鹽須先加測定，以便校正。

4.2.2 使用儀器：

4.2.2.1 還原柱管 (圖 1) 由三種玻璃管連接而成：內徑 5 公分之管 10 公分，與內徑 10 公釐之管 30 公分連接，再與內徑 2 公釐之管 35 公分連接。最後之 2 公釐管自連接處彎曲成 U 形，以便與 10 公釐管平行。2 公釐管之末端再彎曲成倒 U 型，其位置須與 10 公釐管之頂端在同一水平位。如此當液體傾入裝置後，將流經全部柱管，並能淹沒全部金屬填充物。再加入 80 公撮液體，並在 5 公分之潤管部份作一記號。

圖 1 還 原 柱 管

