

HZ-HJ-SZ-0138

水质—硝酸盐氮的测定—紫外分光光度法(试行)

1 范围

本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。

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，以排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 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 处也会有吸收，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 试剂

3.1 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 1L 一次蒸馏水中，加热至 60°C ，在不断搅拌下，徐徐加入 55mL 浓氢氧化铵，放置约 1h 后，移入 1L 量筒内，用一次蒸馏水反复洗涤沉淀，最后用实验用水洗涤沉淀，直至洗涤液中不含亚硝酸盐为止。澄清后，把上清液尽量全部倾出，只留稠的悬浮物，最后加入 100mL 水。使用前应振荡均匀。

3.2 硫酸锌溶液，100g/L。

3.3 5mol/L 氢氧化钠溶液。

3.4 大孔径中性树脂：CAD-40 或 XAD-2 型及类似型号树脂。

3.5 甲醇。

3.6 1mol/L 盐酸(优级纯)。

3.7 硝酸盐标准贮备液：每毫升含 0.100mg 硝酸盐氮。将 0.7218g 经 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 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。

3.8 0.8% 氨基磺酸溶液：避光保存于冰箱中。

4 仪器

4.1 紫外分光光度计。

4.2 离子交换柱(直径 1.4cm，装树脂高 5~8cm)。

5 试样制备

样品采集后均经 0.45μm 微孔滤膜过滤，应及时进行测定。必要时，应加硫酸使 pH<2，保存在 4°C 以下，在 24h 内进行测定。

6 操作步骤

6.1 吸附柱的制备

新的树脂先用 200mL 水分两次洗涤，用甲醇浸泡过夜，弃去甲醇，再用 40mL 甲醇分两次洗涤，然后用新鲜去离子水洗柱，流出液滴落于烧杯中无乳白色为止。树脂装入柱中，树脂间绝不允许存在气泡。

6.2 水样的测定

量取 200mL 水样置于锥形瓶或烧杯中，加入 2mL 硫酸锌溶液，在搅拌下滴加氢氧化钠溶液，调至 pH7。或将 200mL 水样调至 pH7 后，加 4mL 氢氧化铝悬浮液。待絮凝胶团下沉后，或经离心分离，吸取上清液于吸附树脂柱中，以 1~2 滴/s 的流速流出(注意各个样品间流速保持一致)。先用 100mL 上清液分两次洗涤柱子，弃去。再继续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。

树脂吸附容量较大，可处理 50~100 个地面水水样(视有机物含量而异)。使用多次后，可用未接触过橡胶制品的新鲜去离子水做参比，在 220、275nm 波长处检验，测得的吸光度应近于零。越过仪器允许误差时，需以甲醇再生。

加 1.0mL 盐酸溶液，0.1mL 氨基磺酸溶液于比色管中(如亚硝酸盐氮低于 0.1mg/L 时，可不加氨基磺酸溶液)。用光程长 10mm 石英比色皿，在 220 和 275nm 波长处，以经过树脂吸附的新鲜去离子水 50mL 加 1mL 盐酸溶液为参比，测量吸光度。

6.3 校准曲线的绘制

于 6 个 200mL 容量瓶中分别加入 0.50、1.00、2.00、3.00、4.00mL 硝酸盐氮标准贮备液，用新鲜去离子水稀释至标线，其浓度分别为 0.25、0.50、1.00、1.50、2.00mg/L 硝酸盐氮。按水样测定相同操作步骤，测量吸光度。

7 结果计算

$$A_{校}=A_{220}-2A_{275}$$

式中， A_{220} ——220nm 波长测得吸光度；

A_{275} ——275nm 波长测得吸光度。

求得吸光度的校正值($A_{校}$)以后，从校准曲线中查得相应的硝酸盐氮量，即为水样测定结果 (mg/L)。水样若经稀释后测定，则结果应乘以稀释比。

8 精密度和准确度

四个实验室分析含 1.80mg/L 硝酸盐氮的统一分发标准样，实验室内相对标准偏差为 2.0%；实验室间总相对标准偏差为 5.1%；相对误差为 1.1%。

注意事项：

(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，可用手动在 220—280nm、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 220 与 275nm 附近不应有肩状或折线出现。

参考吸光度比值($A_{275} / A_{220} \times 100\%$)应小于 20%，越小越好。超过时应予鉴别。

水样经上述方法适用情况检验后，符合要求时，可不经预处理，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。

(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。

(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。

(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。

9 参考文献

《水和废水监测分析方法》编委会编，水和废水监测分析方法（第三版），pp. 272~274，中国环境科学出版社，北京，1997。