

HZ-HJ-SZ-0139

水质—硝酸盐氮的测定—硝酸根电极法（试行）

1 范围

本法适用于较清洁的水样中硝酸根的测定，最低检出浓度为 0.15mg/L；测定上限为 50mg/L 硝酸盐氮。

氯离子含量高于 20 倍，重碳酸根离子含量高于 5 倍，会产生干扰。另外，溴离子、碘离子、硫离子、氰离子、亚硝酸根离子、高氯酸根离子和有机酸含量高时，也会对测定产生干扰。本方法采用加入 pH3 的缓冲液使水样 pH 为 3~4，可排除重碳酸根离子的干扰；加入硫酸银可去除氯离子、溴离子、碘离子、硫离子和氰离子的干扰；氨基磺酸可去除亚硝酸根离子的干扰；硫酸铝可排除有机酸的干扰。

2 原理

本方法是用硝酸根电极与参比电极组成工作电池。测定是通过电极头上的惰性膜对溶液中不同浓度的硝酸根离子有不同的电位响应来实现。

3 试剂

3.1 硝酸盐标准贮备液：每毫升含 0.100mg 硝酸盐氮。将 0.7218g 经 105~110℃干燥 2h 的硝酸钾(KNO₃)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。

3.2 硝酸盐氮标准溶液：由硝酸盐标准贮备液稀释至浓度为 50.0、10.0、1.00mg/L 的标准溶液。

3.3 缓冲液：称取 6.7g 硫酸铝[Al₂(SO₄)₃·18H₂O]，3.1g 硫酸银(Ag₂SO₄)，1.2g 硼酸，(H₃BO₃)，1.9g 氨基磺酸，溶解于约 600mL 水中，用 20%氢氧化钠溶液调节至 pH3，稀释至 1L。

3.4 氢氧化钠溶液，200g/L。

4 仪器

4.1 离子活度计或带扩展毫伏的 pH 计。

4.2 硝酸根电极。

4.3 参比电极为双液接电极。

4.4 电磁搅拌器。

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℃以下，在 24h 内进行测定。

6 操作步骤

电极在每次使用前，应按电极说明书的要求进行安装和预处理。

6.1 校准曲线的绘制

分别准确吸取 20mL 浓度为 1.00、10.0、50.0mg/L 的标准溶液于 3 个 50mL 干烧杯中，加入 5mL 缓冲液，将电极浸入溶液中，连续搅拌至读数稳定后，记下电位值(E)。在半对数坐标纸上绘制 E-logc 校准曲线。

6.2 水样测定

分别准确吸取 20mL 水样，加入 5mL 缓冲液于 50mL 干烧杯中，与校准曲线绘制相同操作。记录电位值。

7 结果计算

根据水样所测得的电位值，从校准曲线上查得相应浓度值(mg/L)。

8 精密度和准确度

六个实验室分析含 3.39mg/L 硝酸盐氮的统一分合成水样(含氯离子和重碳酸根离子)，

实验室内相对标准偏差为 1.7%；实验室间总相对标准偏差为 2.3%；相对误差为 0.03%。

注意事项：

- (1) 水样测量完毕，注意按电极说明书进行电极的存放。
- (2) 每测一个样品前，电极要洗净，以消除电极的滞后效应。
- (3) 水样加缓冲液后，如沉淀较多(如氯离子含量较高) 可用干滤纸直接过滤后测定。
- (4) 测定时，水样和标准溶液的温度应一致；搅拌速度不宜过快，避免在电极表面产生气泡。

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. 274~275，中国环境科学出版社，北京，1997。