

HZ-HJ-SZ-0110

水质—NO₃⁻-N—电极流动法(试行)

1 范围

本方法适用于地面水、饮用水、污水、电子、电镀、生化等一般工业废水中NO₃⁻-N的测定。

本方法的检出限为0.21mg/L NO₃⁻-N。线性测量范围为1.00~1000mg/L NO₃⁻-N。

试验了SO₄²⁻、PO₄³⁻、Cl⁻、Br⁻、I⁻、Ac⁻、HCO₃⁻、CO₃²⁻、C₂O₄²⁻、NO₂⁻、S²⁻、K⁺、NH₄⁺、Al³⁺、Ca²⁺、Mg²⁺、Zn²⁺、Cu²⁺、Pb²⁺、Fe²⁺、Fe³⁺对测定的干扰，其中S²⁻、I⁻明显干扰，Br⁻大于57倍，NO₂⁻大于32倍，Cl⁻大于250倍时有干扰，其他均无干扰。其中NO₂⁻的干扰可用加入少量氨基磺酸消除，Br⁻、I⁻、Cl⁻、S²⁻的干扰可在试样中加入少量固体Ag₂SO₄粉末排除。

2 原理

2.1 工作流程：同电极流动注射分析法测Cl⁻。

2.2 工作原理：试液与离子强度调节剂分别由蠕动泵引入系统，经过一个三通管混合后进入流通池，由流通池喷嘴口喷出，与固定放在流通池内的离子选择性电极接触，该电极与固定在流通池内的参比电极即产生电动势，该电动势随试液中NO₃⁻-N浓度的变化(遵守能斯特方程， $E = \text{常数} - (RT/nF)\log C_{\text{NO}_3^- - \text{N}}$)。记录稳定电位值(每分钟不超过1mV)。由浓度的对数(logC)与电位(E)的校准曲线计算出NO₃⁻-N含量(mg/L)。

3 试剂

3.1 NO₃⁻-N标准储备液：称取6.070g已在100~105℃烘干，恒重的硝酸钠溶于水中，移入1000mL容量瓶中，稀至刻度，摇匀。此溶液每升含1000mg NO₃⁻-N。

3.2 NO₃⁻-N标准使用溶液：取NO₃⁻-N标准储备溶液，用逐级稀释法配制为100、10、1.00、0.10mg/L NO₃⁻-N标准使用溶液。

3.3 离子强度调节剂：0.20mol/L EDTA二钠盐。

3.4 NaOH溶液，10g/L。

3.5 H₂SO₄溶液，1+99 (c(H₂SO₄)=0.18mol/L)。

以上所用试剂均为分析纯级，水为去离子水。

4 仪器

4.1 电极流动注射分析仪；

4.2 硝酸根离子选择性电极；

4.3 217型双液接参比电极(外盐桥用饱和KCl琼脂封冻或用0.5mol/L Na₂SO₄)。

5 操作步骤

5.1 实验准备

首先将两根泵管连接好，推上压紧板，再将电极套入流通池的电极盖中，调节好离喷嘴口的距离，将电极接口与仪器连接好，接通电源，打开仪器开关，将套在泵管上的两根聚四氟乙烯管插入去离子水中。

5.2 校准曲线的绘制

将一根聚四氟乙烯管插入离子强度调节剂中，另一根依次(从稀到浓)插入不同浓度(C)的标准液中，读取稳定电位值(E)。绘制E-logC的校准曲线。

5.3 水样测定

5.3.1 用pH试纸测定水样pH值，控制水样pH值在2~8之间(用H₂SO₄(3.5)或NaOH(3.4)调节)。

5.3.2 将聚四氟乙烯管分别插入离子强度调节剂与待测溶液中，记录稳定电位值。由校准曲线查得试样中NO₃⁻-N含量(mg/L)。

6 结果计算

由 $E-1gC$ 校准曲线直接查得 NO_3^- -N含量(mg/L)。

7 精密度和准确度

测定了 NO_3^- -N含量在3.92~25.0mg/L之间的地面水、饮用水、电镀、生化、彩管厂废水、酸洗废水以及两种浓度水平的标准溶液和国家二级标样，相对标准偏差在2.0%~4.1%之间。对以上水样进行了两种不同浓度水平的加标试验，回收率在89%~100%之间。

注意事项：

- (1) 使用前，拧下电极头，用滴管接入内充液室内，慢慢加入内充溶液至内充液室4/5，再拧上电极头。
- (2) 电极使用前，必须先活化。活化方法：将电极浸泡在 10^{-3} mol/L NaNO_3 溶液中30min以上。
- (3) 测定过程中，如遇气泡聚积在电极表面，应去除，否则影响测定。
- (4) 电极使用完毕后，应清洗到空白电位值，甩净内参液，用滤纸吸干避光保存。
- (5) 水样采集后盛放于塑料容器或玻璃容器中，加 H_2SO_4 酸化至 $\text{pH}<2$ ，在 $2\sim5^\circ\text{C}$ 保存24h。

8 参考文献

魏复盛等编著，水和废水监测分析方法指南（中册），pp. 456~458，中国环境科学出版社，北京，1997。