

HZ-HJ-SZ-0110

水质— NO_3^- -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 NO_3^- -N的测定。

本方法的检出限为 0.21mg/L NO_3^- -N。线性测量范围为 $1.00\sim 1000\text{mg/L NO}_3^-$ -N。

试验了 SO_4^{2-} 、 PO_4^{3-} 、 Cl^- 、 Br^- 、 I^- 、 Ac^- 、 HCO_3^- 、 CO_3^{2-} 、 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ 、 NO_2^- 、 S^{2-} 、 K^+ 、 NH_4^+ 、 Al^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 对测定的干扰,其中 S^{2-} 、 I^- 明显干扰, Br^- 大于57倍, NO_2^- 大于32倍, Cl^- 大于250倍时有干扰,其他均无干扰。其中 NO_2^- 的干扰可用加入少量氨基磺酸消除, Br^- 、 I^- 、 Cl^- 、 S^{2-} 的干扰可在试样中加入少量固体 Ag_2SO_4 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 NO_3^- -N浓度的变化(遵守能斯特方程, $E = \text{常数} - (RT/nF)\log C_{\text{NO}_3^-}$ -N)。记录稳定电位值(每分钟不超过 1mV)。由浓度的对数($\log C$)与电位(E)的校准曲线计算出 NO_3^- -N含量(mg/L)。

3 试剂

3.1 NO_3^- -N标准储备液:称取 6.070g 已在 $100\sim 105^\circ\text{C}$ 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 NO_3^- -N。

3.2 NO_3^- -N标准使用溶液:取 NO_3^- -N标准储备溶液,用逐级稀释法配制为 100 、 10 、 1.00 、 0.10mg/L NO_3^- -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 H_2SO_4 溶液, $1+99$ ($c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.18\text{mol/L}$)。

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 $0.5\text{mol/L Na}_2\text{SO}_4$)。

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 $E - \log C$ 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 $2\sim 8$ 之间(用 H_2SO_4 (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 NO_3^- -N含量(mg/L)。

6 结果计算

由 E - $\lg C$ 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2~5℃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。