

中华人民共和国国家标准

大气降水中亚硝酸盐测定
N-(1-萘基)-乙二胺光度法

GB 13580.7-92

Determination of nitrite in the wet precipitation—
N-(1-naphthyl)-1,2-diaminoethane dihydrochloride spectrophotometry

1 主题内容与适用范围

- 1.1 本标准规定了测定大气降水中亚硝酸盐的 N-(1-萘基)-乙二胺光度法。
- 1.2 本标准适用于大气降水样品中亚硝酸盐的测定。
- 1.3 本标准最低检出浓度为 0.04 mg/L,测定范围为 0.01~0.02 mg/L。

2 引用标准

GB 13580.2 大气降水样品的采集与保存

3 原理

在 pH1.7 以下,亚硝酸盐和对氨基苯磺酸反应生成重氮盐,再与 N-(1-萘基)-乙二胺偶联生成红色染料,于 540 nm 波长处测量吸光度。根据试样吸光度和亚硝酸盐浓度成正比的关系,即可进行定量。

4 试剂

- 4.1 亚硝酸盐(NO_2^-)标准贮备液:1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。准确称取 1.499 8 g 亚硝酸钠(干燥器中干燥 24 h),溶于水,并定容至 1 000 mL。
- 4.2 亚硝酸盐标准使用液:10 $\mu\text{g/mL}$ 。准确吸取 5.00 mL 亚硝酸盐的标准贮备液于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。使用时稀释配制。
- 4.3 盐酸溶液:(1+6)。量取 50 mL 浓盐酸加入到 300 mL 水中,摇匀。
- 4.4 对氨基苯磺酸溶液:10 g/L。称取 5 g 对氨基苯磺酸,溶于 350 mL (1+6)盐酸溶液(4.3)中,用水稀释至 500 mL。此试剂可稳定数月。
- 4.5 盐酸 N-(1-萘基)-乙二胺 1 g/L。称取 0.5 g 盐酸 N-(1-萘基)-乙二胺($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$)溶于 500 mL 水中,贮存于棕色瓶中,在冰箱里保存。此试剂可稳定数周。如变成深棕色则弃去,重新配制。

5 仪器

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 25 mL 比色管。

6 样品采集与保存

按 GB 13580.2 执行。

国家环境保护局 1992-06-20 批准

1993-03-01 实施

7 步骤

7.1 校准曲线的绘制:取 25 mL 比色管 6 支,分别加入亚硝酸盐标准使用液(4.2)0,0.50,1.00,2.50,5.00,10.0 mL,用水稀释至标线。各加入 1.0 mL 对氨基苯磺酸溶液(4.4),摇匀后放置 2~8 min。加 1.0 mL N-(1-萘基)-乙二胺溶液(4.5),摇匀。以水作参比,用 10 mm 吸收池,在 540 nm 波长处测量吸光度,绘制校准曲线。

7.2 样品测定:根据降水中亚硝酸盐含量,吸取 10.0~15.0 mL 样品于 25 mL 比色管中,加水至 25 mL。以下按绘制校准曲线的步骤(7.1)进行操作,测量试样的吸光度,从校准曲线上查得亚硝酸盐的含量。

8 分析结果的表述

降水中亚硝酸盐(按 NO_2^- 计)浓度以 mg/L 表示,按下式计算:

$$C = \frac{M}{V}$$

式中: C —— 样品中亚硝酸盐浓度,mg/L;

M —— 从校准曲线上查得亚硝酸盐含量, μg ;

V —— 取样体积,mL。

9 精密度和准确度

5 个实验室对含 NO_2^- 0.25 mg/L,并含有 Na^+ 0.13 mg/L 的合成水样进行验证实验。测定结果 NO_2^- 的相对标准偏差为 0.13%,相对误差为 3.8%。

附加说明:

本标准由国家环境保护局提出。

本标准由中国环境监测总站负责归口和解释。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准主要起草人吴国平、魏复盛。