

ICS 13.060.25;71.040.40

G 76

备案号:34595—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3516—2011

代替 HG/T 3516—2003

工业循环冷却水中亚硝酸盐的测定 分子吸收分光光度法

Industrial circulating cooling water—Determination of nitrite—Molecular
absorption spectrometric method

(mod ISO 6777 : 1984, Water quality—Determination of nitrite—Molecular
absorption spectrometric method)

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 3516—2003《工业循环冷却水中亚硝酸盐的测定 分光光度法》，与 HG/T 3516—2003 相比主要技术变化如下：

- 为与 ISO 标准方法名称一致，将原标准名称中的“分光光度法”改为“分子吸收分光光度法”；
- 增加了“干扰”(见附录 A)；
- 增加了“操作注意事项”(见附录 B)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 6777 : 1984《水质 亚硝酸盐的测定 分子吸收分光光度法》。

本标准根据 GB/T 1.1—2009 的规则对 ISO 6777 : 1984 做了下列结构调整：

- ISO 6777 : 1984 中的 2.1、2.2、2.3 合并为本标准的第 1 章；
- ISO 6777 : 1984 中的 2.4、第 9 章与“附录”合并为本标准的附录 A；
- 按照 GB/T 1.1—2009 的规则，本标准增加第 2 章“规范性引用文件”；
- ISO 6777 : 1984 中的第 10 章作为本标准的附录 B。

本标准与 ISO 6777 : 1984 的技术性差异及其原因如下：

- 删除了 ISO 6777 : 1984 中的 8.2“精密度”，增加了本标准的第 9 章“允许差”。

本标准做了下列编辑性修改：

- 为与现有标准系列一致，将标准名称改为《工业循环冷却水中亚硝酸盐的测定 分子吸收分光光度法》。

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会(SAC/TC63/SC5)归口。

本标准由中海油天津化工研究设计院、广州市特种承压设备检测研究院、河南清水源科技股份有限公司、天津正达科技有限责任公司负责起草。

本标准主要起草人：邵宏谦、陈志刚、张苗蕾、李琳、牟雅丽。

本标准于 1982 年首次发布，标准号为 HG 5-1509—1982；1985 年第一次修订，标准号为 HG/T 5-1509—1985，1999 年转化为化工行业标准 HG/T 3516—1985；2003 年第二次修订，标准号为 HG/T 3516—2003；本次为第三次修订。

工业循环冷却水中亚硝酸盐的测定 分子吸收分光光度法

重要提示:本标准所使用的强酸具有腐蚀性,显色剂是危险品,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗,避免吸入或接触皮肤。

1 范围

本标准规定了采用分子吸收分光光度法测定工业循环冷却水中亚硝酸盐的方法。

本标准适用于工业循环冷却水中亚硝酸盐含量在 0.062 mg/L~0.25 mg/L 的测定,也适用于饮用水、生活用水和废水中的亚硝酸盐的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(mod GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987)

3 方法提要

在 $\text{pH}=1.9$ 和磷酸存在下,试料中的亚硝酸盐与 4-氨基苯磺酰胺试剂反应生成重氮盐,再与 N -(1-萘基)-1,2-乙二胺二盐酸盐溶液(与 4-氨基苯磺酰胺试剂同时加入)反应形成一种粉红色的染料,在 540 nm 处测量其吸光度。样品碱度过高及其他物质对结果的影响参见附录 A。

4 试剂和材料

4.1 本标准所用试剂在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂。

4.2 水:GB/T 6682,三级。

4.3 磷酸。

4.4 磷酸溶液:1+9。

4.5 亚硝酸盐标准储备液:1 mL 含有 0.1 mgN。

称取 (0.4922 ± 0.0002) g 亚硝酸钠(预先在 105 °C 至少干燥 2 h),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。在 2 °C~5 °C 下贮存于带塞棕色玻璃瓶中,该溶液可稳定放置一个月(参见附录 B)。

4.6 亚硝酸盐标准溶液:1 mL 含有 1 μg N。

移取 10.00 mL 亚硝酸盐标准储备液至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。临用前制备。

4.7 显色剂

称取 (40.0 ± 0.5) g 4-氨基苯磺酰胺($\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$)溶于 100 mL 磷酸和 500 mL 水的混合液中。加入 (2.00 ± 0.02) g N -(1-萘基)-1,2-乙二胺二盐酸盐($\text{C}_{10}\text{H}_7-\text{NH}-\text{CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$),混匀,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。在 2 °C~5 °C 下贮存于带塞棕色玻璃瓶中,该溶液可稳定放置一个月。

5 仪器

5.1 所有的玻璃器皿应用约 2 mol/L 盐酸溶液仔细清洗,然后充分用水冲洗干净。

5.2 分光光度计:540 nm。

6 试样的制备

应将试样采集在玻璃瓶中,并尽可能在采集后 24 h 内立即分析。试样多时可放在 2℃~5℃下保存,含悬浮物的试样应过滤。对于较高浓度亚硝酸盐溶液的测定,可以适当取较少的试样。

7 分析步骤

7.1 校准曲线的绘制

按表 1 所示的体积分别移取一系列亚硝酸盐标准溶液到六个 50 mL 容量瓶中,用水稀释至约 40 mL。分别加入 1.0 mL 显色剂,混匀并稀释至刻度,摇匀后静置。20 min 后以水作参比,于 540 nm 处用合适光程长度的吸收池测量溶液的吸光度。

以亚硝酸盐(以氮计)的质量为横坐标,相对应的吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

表 1

亚硝酸盐标准溶液体积/mL	亚硝酸盐质量(以氮计) $m_N/\mu\text{g}$	吸收池的光程长度/mm
0.00	0.00	10 和 40 ^a
0.50	0.50	40
1.00	1.00	10 和 40
1.50	1.50	40
2.00	2.00	40
2.50	2.50	10 和 40
5.00	5.00	10
7.50	7.50	10
10.00	10.00	10
^a 也可用 50 mm 吸收池。		

7.2 测定

移取适当体积的试样至 50 mL 容量瓶中,用水稀释至约 40 mL。加入 1.0 mL 显色剂,混匀并稀释至刻度,摇匀后静置。20 min 后以水作参比,于 540 nm 处用合适光程长度的吸收池测量溶液的吸光度。在校准曲线上查得相应的亚硝酸盐(以氮计)的质量(μg)。

7.3 色度的校正

若试样的颜色可能干扰吸光度的测量,则按 7.2 所述步骤制备一份重复的试料,用 1.0 mL 磷酸溶液代替显色剂。

7.4 空白试验

用约 40 mL 水来代替试样,按 7.2 所述步骤进行空白试验。

8 结果计算

试样校正后的吸光度(A_r)由式(1)给出:

$$A_r = A_s - A_b \dots\dots\dots (1)$$

如已进行了色度校正,则吸光度(A_r)由式(2)给出:

$$A_r = A_s - A_b - A_c \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_s -----试样的吸光度;

A_b ——空白的吸光度；
 A_c ——校正色度的配制溶液的吸光度。
亚硝酸盐(以氮计)的含量以质量浓度 ρ_N 计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(3)计算:

$$\rho_N = \frac{m_N}{V} \dots\dots\dots (3)$$

式中:
 m_N 与校正吸光度(A_r)对应的亚硝酸盐(以氮计)的质量的数值,单位为微克(μg);
 V 试样体积的数值,单位为毫升(mL)。

该结果可以以氮的质量浓度 ρ_N (mg/L)表示,或以亚硝酸根的质量浓度 $\rho_{\text{NO}_2^-}$ (mg/L)表示,或以亚硝酸根物质的量浓度 $c_{\text{NO}_2^-}$ ($\mu\text{mol/L}$)表示。表 2 列出了相应的换算系数。

表 2

项 目	ρ_N /(mg/L)	$\rho_{\text{NO}_2^-}$ /(mg/L)	$c_{\text{NO}_2^-}$ /($\mu\text{mol/L}$)
$\rho_N = 1 \text{ mg/L}$	1	3.29	71.4
$\rho_{\text{NO}_2^-} = 1 \text{ mg/L}$	0.304	1	21.7
$c_{\text{NO}_2^-} = 1 \mu\text{mol/L}$	0.014	0.046	1

示例:氮的质量浓度 1 mg/L 相当于亚硝酸盐的质量浓度 3.29 mg/L。

9 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,平行测定结果的差值不大于 0.02 mg/L。

10 试验报告

- 试验报告应包括下列内容:
- a) 有关完整鉴别试样所需要的详细说明;
 - b) 分析前实验室样品贮存的详细说明;
 - c) 实验室使用本方法所得的重复性;
 - d) 结果和表示方法;
 - c) 与本标准中规定操作步骤的差异细节,或可能影响结果的其他情况。

附录 A
(资料性附录)
干扰

A.1 碱度的干扰

如样品的碱度较高,在处理试料并稀释至 40 mL 后,pH 值仍不为 1.9 ± 0.1 ,则应在稀释之前加入磷酸溶液,使样品达到指定的 pH 值。本方法容许在 40 mL 试料中至少有 300 mg/L 的碳酸氢盐碱度,同时不会偏离指定的 pH 值。

A.2 其他物质对结果的影响

经试验的水样中常见物质可能产生干扰的含量范围详列于表 A.1。经过试验仅氯胺、氯、硫代硫酸盐、多磷酸盐和铁(Ⅲ)有明显的干扰。

表 A.1

物 质	所用盐	物质含量 ^a /μg	对测定的影响 ^b		
			$m_N=0 \mu\text{g}$	$m_N=1.00 \mu\text{g}$	$m_N=10.0 \mu\text{g}$
镁	醋酸盐	1 000	0.00	0.00	-0.07
钾	氯化物	100	0.00	0.00	-0.07
钾	氯化物	1 000	0.00	-0.03	-0.13
钠	氯化物	100	0.00	0.00	-0.02
钠	氯化物	1 000	0.00	-0.01	-0.13
碳酸氢盐	钠盐	6 100(HCO_3^-)	0.00	+0.03	+0.01
碳酸氢盐	钠盐	12 200(HCO_3^-)	0.00	+0.03	+0.06
硝酸盐	钾盐	1 000(N)	0.00	0.00	-0.06
铵	氯化物	100(N)	0.00	-0.01	-0.03
镉	氯化物	100	0.00	-0.03	-0.03
锌	醋酸盐	100	0.00	-0.04	0.00
锰	氯化物	100	0.00	+0.04	-0.03
铁(Ⅲ)	氯化物	10	0.00	+0.04	-0.03
铁(Ⅲ)	氯化物	100	0.00	-0.06	-0.51
铜	醋酸盐	100	-0.06	-0.06	-0.07
铝	硫酸盐	100	0.00	0.00	-0.03
硅酸盐	钠盐	100(SiO_2)	0.00	0.00	—
尿素	—	100	0.00	+0.04	-0.09
硫代硫酸盐	钠盐	100($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$)	0.00	-0.03	-0.82
硫代硫酸盐	钠盐	1 000($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$)	0.00	0.00	-0.77
氯	—	2(Cl_2)	0.00	-0.22	-0.25
氯	—	20(Cl_2)	-0.01	-1.01	-2.81
氯胺	—	2(Cl_2)	—	-0.06	-0.07
氯胺	—	20(Cl_2)	-0.01	-0.30	-2.78
盐酸羟胺		100	0.00	0.00	-0.01
多磷酸钠(六偏磷酸盐)		50	0.00	-0.03	-0.82
多磷酸钠(六偏磷酸盐)		500	0.00	-0.80	-8.10

^a 试样中存在物质的含量,除括号内所注明者外,系指元素或化合物的含量。

^b 假定无干扰,最大影响依次是:(0.00 ± 0.02) μg;(1.00±0.08) μg;(10.00±0.14) μg(95 %置信区间)。

附录 B
(资料性附录)
操作注意事项

当亚硝酸盐标准贮备液可能变得不稳定时,所使用的亚硝酸盐标准贮备液的浓度可以按下列方法进行标定:

移取 50.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.01 \text{ mol/L}$] 于 250 mL 锥形瓶中,加 10 mL ± 1 mL 硫酸溶液 (2.5 mol/L) 并充分混匀。将亚硝酸盐标准贮备液灌满 50 mL 滴定管,夹上滴定管,使其尖端浸入锥形瓶内已酸化的高锰酸钾溶液中,滴定至无色为终点。近终点时,将溶液加热至 40 ℃ 左右,继续缓慢滴定,直至高锰酸钾溶液颜色正好消失为止。记下滴定消耗亚硝酸盐标准贮备液的体积。

$c(1/5\text{KMnO}_4)$ 为 0.01 mol/L 的高锰酸钾标准滴定溶液 50.00 mL 相当于 3.502 mg 氮。因此,对亚硝酸盐标准贮备液而言,滴定所消耗的体积应该是 35.02 mL。只有当滴定所用的体积在 35.02 mL \pm 0.40 mL 范围内,该亚硝酸盐标准贮备液才是合适的。

中华人民共和国
化工行业标准
工业循环冷却水中亚硝酸盐的测定
分子吸收分光光度法

HG/T 3516—2011

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 1/2 字数 11 千字

2012 年 6 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号:155025·1092

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:10.00 元

版权所有 违者必究