

ICS 13.060.25;71.040.40

G 76

备案号:34598—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3526—2011

代替 HG/T 3526—1999

工业循环冷却水中硝酸盐的测定 磺基水杨酸分光光度法

Industrial circulating cooling water determination of nitrate—
Spectrophotometric method using sulfosalicylic acid
(neq ISO 7890-3 : 1988, Water quality—Determination of nitrate—
Part 3 : Spectrometric method using sulfosalicylic acid)

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 3526—1999《工业循环冷却水中硝酸盐的测定 2,6-二甲基苯酚分光光度法》，与 HG/T 3526—1999 相比主要技术变化如下：

——方法由 2,6-二甲基苯酚分光光度法改为磺基水杨酸分光光度法。

本标准使用重新起草法参考 ISO 7890-3：1988《水质 硝酸盐的测定 磺基水杨酸分光光度法》（英文版）编制，与 ISO 7890-3：1988 的一致性程度为非等效。

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会(SAC/TC63/SC5)归口。

本标准起草单位：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、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：叶伟文、李真理、李琳、白莹、朱传俊。

本标准于 1985 年首次发布，标准号为 HG/T 5-1595—1985；1999 年第一次修订，标准号为 HG/T 3526—1999；本次为第二次修订。

工业循环冷却水中硝酸盐的测定 磺基水杨酸分光光度法

重要提示:本标准使用的强酸、强碱具有腐蚀性,使用时应注意。溅到身上时,用大量水冲洗。

1 范围

本标准规定了采用磺基水杨酸分光光度法测定工业循环冷却水中硝酸盐的方法。

本标准适用于工业循环冷却水中硝酸盐含量为 0.1 mg/L~10.0 mg/L 水样的测定。

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 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

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

硝酸盐在碱性溶液中与磺基水杨酸(由水杨酸钠和硫酸组成)反应,生成黄色的酚硝基衍生物,测定其吸光度进行定量。此黄色的衍生物最大吸收波长为 415 nm。

用 NaOH-EDTA 溶液消除水样中钙、镁离子的干扰。

用氨基磺酸溶液消除水样中亚硝酸盐的干扰。

4 试剂和材料

4.1 本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规定。

4.2 试验中所需杂质测定用标准溶液按 GB/T 602 规定制备。

4.3 硫酸。

4.4 冰醋酸。

4.5 NaOH-EDTA 溶液:称取(200±2)g 氢氧化钠溶于 800 mL 水中,加(50±0.5)g 乙二胺四乙酸二钠盐溶解。冷却至室温后用水稀释至 1 L,贮存于聚乙烯瓶中。

4.6 氨基磺酸溶液: $\rho(\text{NH}_2 \cdot \text{SO}_3\text{H})=0.75 \text{ g/L}$ 。

4.7 水杨酸钠溶液:10 g/L。

称取(1.0±0.1)g 水杨酸钠($\text{HOC}_6\text{H}_4\text{COONa}$),溶于(100±1) mL 水中。存储在玻璃或聚乙烯瓶中。临用前制备。

4.8 硝酸盐标准贮备溶液:1 mL 含 0.1 mg NO_3^- 。

按 GB/T 602 规定制备。

4.9 硝酸盐标准溶液:1 mL 含 0.01 mg NO_3^- 。

移取 10.00 mL 硝酸盐贮备溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5 仪器、设备

5.1 分光光度计:带有厚度为 10 mm 和 50 mm 吸收池。

5.2 蒸发皿:100 mL。

5.3 水浴锅。

6 分析步骤

6.1 校准曲线的绘制

6.1.1 于一组 100 mL 蒸发皿中,分别按表 1、表 2 加入硝酸盐标准溶液。

表 1 低浓度硝酸盐标准溶液的配制

编 号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
硝酸盐标准溶液体积/mL	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00	4.00	5.00
硝酸盐含量/(mg/L)	0	0.05	0.10	0.15	0.20	0.25	0.30	0.40	0.50

表 2 高浓度硝酸盐标准溶液的配制

编 号	1	2	3	4	5	6	7	8	9
硝酸盐标准储备溶液体积/mL	0.00	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	8.00	10.00
硝酸盐含量/(mg/L)	0	0.5	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	8.0	10.0

6.1.2 各加入 0.5 mL 氨基磺酸溶液,0.2 mL 冰醋酸,摇匀,静置 5 min,于水浴锅中蒸发至干燥。再加入 1 mL 水杨酸钠溶液,混匀,再次置于水浴锅中蒸发至干燥。取出蒸发皿并冷却至室温。

6.1.3 加入 1 mL 硫酸,并缓慢摇动以溶解蒸发皿壁上的残留物。静置 10 min。加 10 mL 水,再加入 10 mL NaOH-EDTA 溶液,摇匀,定量转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.1.4 在分光光度计上,于 415 nm 波长处测定吸光度,低浓度使用 50 mm 吸收池,高浓度使用 10 mm 吸收池测其吸光度。

6.1.5 根据测得的吸光度和对应硝酸盐含量绘制校准曲线或计算回归方程。

6.2 水样的测定

6.2.1 按表 3 量取水样(体积为 V)于 100 mL 蒸发皿中。在进行测试前,若水样中含有悬浮物,可将水样进行离心或通过清洁的玻璃纤维滤纸进行过滤。若水样的 pH 值大于 8,可预先进行中和。

表 3 硝酸盐含量和取水样体积

水样中(NO ₃ ⁻)含量/(mg/L)	<1	1~10	10~50	50~100
取水样体积/mL	50	20	10	5

6.2.2 按 6.1.2~6.1.4 步骤操作,测得水样的吸光度。

6.2.3 根据测得水样的吸光度,查校准曲线或由回归方程计算得出硝酸盐含量。

7 结果计算

水样中硝酸盐(以 NO₃⁻ 计)的质量浓度以 ρ 计,数值以 mg/L 表示,按式(1)计算:

$$\rho = \frac{\rho_1}{V} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ₁ 从校准曲线上查出的或回归方程计算得出的硝酸盐含量的数值,单位为毫克每升(mg/L);
- V 所取水样的体积的数值,单位为毫升(mL);
- 100 一定容体积的数值,单位为毫升(mL)。

8 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;平行测定结果的允许差如表 4 所示。

表 4 硝酸盐测定的允许差

范围/(mg/L)	允许差/(mg/L)
0~5	0.25
>5~10	0.55

中华人民共和国
化工行业标准
工业循环冷却水中硝酸盐的测定
磺基水杨酸分光光度法

HG/T 3526—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 $\frac{1}{2}$ 字数7千字

2012年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1095

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