

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3516—2003/ISO 6777 : 1984  
代替 HG/T 3516—1985

---

### 工业循环冷却水中亚硝酸盐的测定 分光光度法

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

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

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准等同采用国际标准 ISO 6777—1984《水质——亚硝酸盐的测定——分子吸收分光光度法》(英文版)。对推荐性化工行业标准 HG/T 3516—1985《工业循环冷却水中亚硝酸根离子的测定方法》修订而成。

本标准与 HG/T 3516—1985 相比主要变化如下：

——测定方法由盐酸  $\alpha$ -萘胺分光光度法和紫外分光光度法，改为分子吸收分光光度法。

本标准自实施之日起，同时代替 HG/T 3516—1985。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分会归口。

本标准起草单位：天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：邵宏谦、朱传俊、李琳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——HG 5—1509—1982，HG/T 5—1509—1985，于 1999 年转化为 HG/T 3526—1985。

## 工业循环冷却水中亚硝酸盐的测定 分光光度法

### 1 范围

本标准规定了工业循环冷却水中亚硝酸盐的测定方法 分光光度法。

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

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

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

### 3 原理

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。

### 4 试剂和材料

本标准所用试剂,除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

试验中所需杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

**安全提示:**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。

4.1 水:GB/T 6682,三级。

4.2 磷酸。

4.3 磷酸溶液:1+9。

4.4 亚硝酸盐标准贮备液:100 mg/L。

称取在 105℃至少干燥 2 h 的亚硝酸钠( $0.4922 \pm 0.0002$ ) g,溶于约 750 mL 水中。定量转移到 1 000 mL 容量瓶中,并用水稀释至刻度。在 2℃~5℃条件下贮存于带塞棕色玻璃瓶中,该溶液可稳定放置一个月。

4.5 亚硝酸盐标准溶液:1.00 mg/L。

移取 10.00 mL 亚硝酸盐标准贮备液至 1 000 mL 容量瓶中,并用水稀释至刻度。需要时当天配制。

#### 4.6 显色剂

称取 4-氨基苯磺酰胺( $\text{NH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{SO}_2\text{NH}_2$ )( $40.0 \pm 0.5$ ) g 溶于 100 mL 磷酸(4.2)和 500 mL 水的混合液中。加入( $2.00 \pm 0.02$ ) g  $N$ -(1-萘基)-1,2-乙二胺二盐酸盐( $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{-NH-CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$ ),混匀,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。在 2℃~5℃下贮存于带塞棕色玻璃瓶中,该溶

液可稳定放置一个月。

**警告:**此试剂是危险品,避免吸入或接触皮肤。

5 仪器

一般实验室用仪器和

分光光度计;适用于波长在 540 nm 的测定,备有光程长在 10 mm~50 mm 之间的比色皿。

6 试样的制备

试样采集后应放在玻璃瓶中,采样后应尽快分析,若试样多时可放在 2℃~5℃下保存,含悬浮物的试样应过滤。为了适应一些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 所示的体积用滴定管分别滴加一系列亚硝酸盐标准溶液到 9 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比色皿测量溶液的吸光度。

以亚硝酸盐含量(以氮计)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	亚硝酸盐含量(以氮计) $m_N$ $\mu\text{g}$	比色皿的光程长度 mm
0.00	0.00	10 和 50
0.50	0.50	50
1.00	1.00	10 和 50
1.50	1.50	50
2.00	2.00	50
2.50	2.50	10 和 50
5.00	5.00	10
7.50	7.50	10
10.00	10.00	10

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比色皿测量溶液的吸光度。然后在校准曲线上查得相应的亚硝酸盐含量( $\mu\text{g}$ )。

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,但用 1.0 mL 磷酸溶液(4.3)代替显色剂。

7.4 空白试验

用约 40 mL 水来代替试样,其他操作手续和所加试剂与测定时相同。

8 结果计算

试样校正后的吸光度( $A_r$ )由式(1)给出:

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

若已进行了色度校正,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。

亚硝酸盐含量以氮的质量浓度  $\rho_N$  计,数值以毫克每升(mg/L)表示,按式(3)计算:

$\rho_N = m_N / V \dots\dots\dots (3)$

式中:

$m_N$ ——与校正吸光度( $A_r$ )对应的亚硝酸盐(以氮计)含量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V$ ——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  $\rho_N$  表示,或以亚硝酸根的质量浓度  $\rho_{\text{NO}_2^-}$  (mg/L)表示,或以亚硝酸根的物质的量浓度  $c(\text{NO}_2^-)$  ( $\mu\text{mol/L}$ )表示。表 2 列出了相应的换算系数。

表 2

	$\rho_N$ 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

9 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。平行测定两结果的差值不大于 0.02 mg/L。