



中华人民共和国国家标准

GB/T 6912—2008
代替 GB/T 6912.2—1986, GB/T 6912.3—1986

锅炉用水和冷却水分析方法 亚硝酸盐的测定

Analysis of water used in boiler and cooling system—Determination of nitrite

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

2008-04-01 发布

2008-09-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锅炉用水和冷却水分析方法
亚硝酸盐的测定
GB/T 6912—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-31652 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

本标准对应于 ISO 6777:1984《水质 亚硝酸盐的测定 分子吸收分光光度法》(英文版),与 ISO 6777:1984 的一致性程度为非等效。

本标准同时代替 GB/T 6912.2—1986《锅炉用水和冷却水分析方法 硝酸盐和亚硝酸盐的测定 亚硝酸盐紫外光度法》和 GB/T 6912.3—1986《锅炉用水和冷却水分析方法 硝酸盐和亚硝酸盐的测定 α -萘胺盐酸盐光度法》。

本标准与 GB/T 6912.2—1986 和 GB/T 6912.3—1986 相比,主要变化如下:

——将 GB/T 6912.2—1986 和 GB/T 6912.3—1986 的标准内容进行了修改和合并;

——将 α -萘胺盐酸盐光度法改为分子吸收分光光度法。

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(SAC/TC 63/SC 5)归口。

本标准负责起草单位:天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:刘艳飞、邵宏谦、李琳。

本标准所代替标准的版本发布情况为:

——GB/T 6912.2—1986;

——GB/T 6912.3—1986。

锅炉用水和冷却水分析方法

亚硝酸盐的测定

1 范围

本标准规定了原水、锅炉用水和冷却水中亚硝酸盐含量的测定方法。

本标准中分子吸收分光光度法适用于原水、锅炉用水和冷却水中亚硝酸盐含量为 0 mg/L ~ 0.25 mg/L 的测定；紫外分光光度法适用于原水、锅炉用水和冷却水中亚硝酸盐含量为 0 mg/L ~ 25 mg/L 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 (GB/T 602—2002, neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法 (GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 分子吸收分光光度法

3.1 原理

在 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。

3.2 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。

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。

3.2.1 水，GB/T 6682，三级。

3.2.2 磷酸。

3.2.3 磷酸溶液：1+9。

3.2.4 亚硝酸盐（以 N 计）标准贮备液：100 mg/L。

称取 (0.4922 ± 0.0002) g 亚硝酸钠（在 105℃ 至少干燥 2 h）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。

3.2.5 亚硝酸盐（以 N 计）标准溶液：1.00 mg/L。

移取 10.00 mL 亚硝酸盐标准贮备液（3.2.4）至 1 000 mL 容量瓶中，并用水稀释至刻度。需要时当天配制。

3.2.6 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 ($\text{C}_{10}\text{H}_7\text{-NH-CH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$)，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。

3.3 仪器

一般实验室用仪器和下列仪器。

3.3.1 分光光度计：适用于波长在 540 nm 的测定，备有 10 mm~50 mm 之间光程长度的吸收池。

3.4 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。当亚硝酸盐溶液浓度较高时，可以适当减少取样量。

3.5 分析步骤

3.5.1 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 处用适当光程长度的比色皿测量溶液的吸光度。

以亚硝酸盐含量(以 N 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 N 计) m_N / μg	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

3.5.2 测定

移取适量体积的试样于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至约 40 mL。加入 1.0 mL 显色剂，混匀后稀释至刻度，摇匀后静置。20 min 后以水作参比，于 540 nm 处用适当光程长度的吸收池测量溶液的吸光度。然后在校准曲线上查得相应的亚硝酸盐含量(μg)。

3.5.3 色度的校正

若试样的颜色可能干扰吸光度的测量，则按(3.5.2)所述步骤制备一份重复的试料，但用 1.0 mL 磷酸溶液(3.2.3)代替显色剂。

3.5.4 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。

3.6 结果计算

试样校正后的吸光度(A_r)由下列方程式给出：

$$A_r = A_s - A_b$$

若已进行了色度校正，则用下列方程式：

$$A_r = A_s - A_b - A_c$$

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 N 计)含量以质量浓度 ρ_N 计,数值以 mg/L 表示,按式(1)计算:

$$\rho_N = \frac{m_N}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_N ——与校正吸光度(A_c)对应的亚硝酸盐(以 N 计)含量的数值,单位为微克(μg);

V ——试样的体积的数值,单位为毫升(mL)。

该结果可以以氮的质量浓度 ρ_N 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

4 紫外分光光度法

4.1 原理

在 219.0 nm 波长处,硝酸盐与亚硝酸盐的摩尔吸光系数相等。水样中某些有机物在该波长可能也有吸收,故干扰测定。因此,取两份水样,其中一份加入氨基磺酸破坏水样中的亚硝酸盐作为空白,在 219.0 nm 处测量另一份水样的吸光度,从而计算水样中亚硝酸盐的含量。

4.2 仪器和设备

4.2.1 紫外-可见分光光度计。

4.2.2 石英吸收池:1 cm。

4.2.3 比色管:25 mL。

4.3 试剂和材料

本方法所用试剂和水,除非另有规定,仅使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 三级水的规定。试验中所需杂质标准溶液,在没有特殊注明时,均按 GB/T 602 之规定制备。

4.3.1 氨基磺酸溶液:10 g/L,现用现配。

4.3.2 亚硝酸盐标准溶液:1 mL 含 0.1 mg NO_2^- 。

4.4 分析步骤

4.4.1 校准曲线的绘制

4.4.1.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL 亚硝酸盐标准溶液,分别加入 6 只 25 mL 比色管中。用水稀释至刻度,摇匀。此系列溶液分别含有 0.00 mg、0.05 mg、0.10 mg、0.15 mg、0.20 mg、0.25 mg、0.30 mg NO_2^- 。

4.4.1.2 以水作空白对照,在 219 nm 处,用 1 cm 石英吸收池测定其相应的吸光度,并以吸光度为纵坐标,亚硝酸盐含量(mg)为横坐标绘制校准曲线。

4.4.2 水样的测定

4.4.2.1 移取两份各 10.00 mL 经慢速滤纸过滤的水样,立即分别置于 25 mL 比色管中,一份水样加入 1 mL 氨基磺酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀,作为试液 A。

4.4.2.2 另一份水样用水稀释至刻度,摇匀,作为试液 B。

GB/T 6912—2008

4.4.2.3 以试液 A 作空白,在 219 nm 处,用 1 cm 石英吸收池测定试液 B 的吸光度,从校准曲线上查出相应的亚硝酸盐的含量(mg)。

4.5 结果计算

水中亚硝酸盐(以 NO_2^- 计)含量以质量浓度 ρ_2 计,数值以 mg/L 表示,按式(2)计算:

$$\rho_2 = \frac{m}{10} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m ——于校准曲线上查得的亚硝酸盐含量的数值,单位为毫克(mg);

10——移取水样体积的数值,单位为毫升(mL)。

4.6 允许差

亚硝酸盐测定的允许差见表 3。

表 3

单位为毫克每升

亚硝酸盐含量 ρ	允许差
$\rho \leq 3.0$	<0.27
$3.0 < \rho \leq 8.0$	<0.61
$8.0 < \rho \leq 12.0$	<0.89
$12.0 < \rho \leq 17.0$	<1.23
$17.0 < \rho \leq 25.0$	<1.78



GB/T 6912-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-31652

定价: 10.00 元