

# 中华人民共和国城镇建设行业标准

## 城市污水 亚硝酸盐氮的测定 分光光度法

CJ/T 76—1999

Municipal sewage—Determination of nitrogen(nitrite)  
—Spectrophotometric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用分光光度法测定城市污水中的亚硝酸盐氮。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中亚硝酸盐氮的测定。

#### 1.1 测定范围

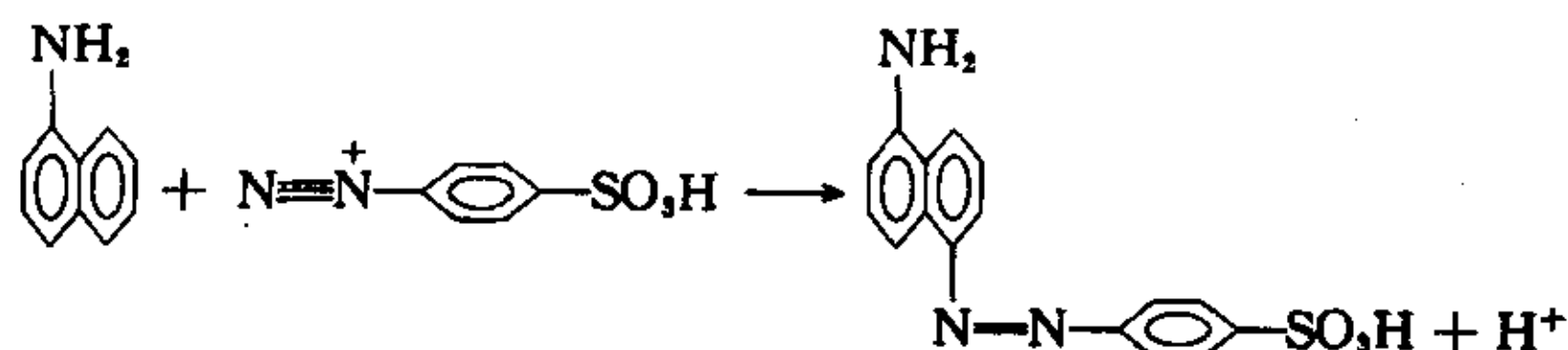
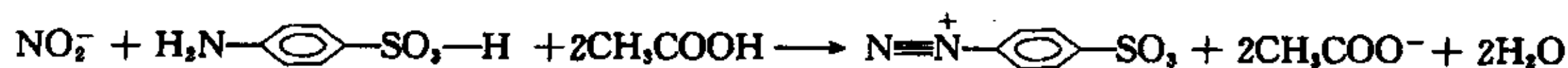
本方法测定亚硝酸盐氮的浓度范围为 0.005 0~0.30 mg/L。

#### 1.2 干扰

样品中悬浮杂质及大部分金属离子的干扰,均可用硫酸铝在碱性条件下产生氢氧化铝胶体吸附沉降而消除。色度干扰可用比对试验校正。

### 2 方法原理

在 pH≈3 的醋酸溶液中,亚硝酸根与对氨基苯磺酸反应生成重氮盐,再与 α-萘胺偶联成红色染料,反应式如下:



### 3 试剂和材料

均用分析纯试剂和蒸馏水或去离子水。

#### 3.1 无亚硝酸盐蒸馏水

若普通蒸馏水中含亚硝酸盐,可加少许氢氧化钠,进行重蒸馏。

#### 3.2 硫酸铝溶液

称取 18 g 硫酸铝[Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·18H<sub>2</sub>O]溶于 100 mL 水。

#### 3.3 氢氧化钠溶液

称取 50 g 氢氧化钠(NaOH)溶于 100 mL 水。

#### 3.4 对氨基苯磺酸溶液

称取 0.5 g 对氨基苯磺酸[C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>(NH<sub>2</sub>)(SO<sub>3</sub>H)]溶于 100 mL 12%(V/V)冰醋酸溶液。

中华人民共和国建设部 1999-06-04 批准

1999-06-04 实施

### 3.5 $\alpha$ -萘胺溶液(剧毒,切勿入口或与外伤处接触)。

称取 0.2 g  $\alpha$ -萘胺( $C_{10}H_7NH_2$ )溶解于数滴冰醋酸后加入 150 mL 12%(V/V)冰醋酸溶液。

#### 3.5.1 亚硝酸钠贮备液的配制

称取 0.616 g 亚硝酸钠( $NaNO_2$ ),用水溶解后,定量转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。贮存于棕色瓶中,加入 1 mL 三氯甲烷,保存在 2~5℃,至少稳定一个月。理论值浓度为 0.25 mg/mL N。

#### 3.5.2 亚硝酸钠贮备液的标定

吸取 50.00 mL 高锰酸钾标准溶液(附录 A)于 250 mL 锥形瓶中,加 5 mL 浓硫酸,再吸取 50.00 mL 亚硝酸钠贮备液于其中,轻轻摇匀,放在电热板上加热至 70~80℃,按每次加入 10.00 mL 草酸钠标准溶液 [ $c(1/2Na_2C_2O_4)=0.050$  mol/L](附录 A),直至高锰酸钾褪色,再用高锰酸钾标准溶液滴定过量的草酸钠至溶液呈微红色。记录高锰酸钾标准溶液总用量  $V_1$ 。

亚硝酸钠贮备液浓度  $c$ (mg/L)由下式计算:

$$c = \frac{(V_1c_1 - V_2 \cdot 0.050) \times 7.00 \times 1000}{50.00} \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $V_1$ ——高锰酸钾溶液耗用总量, mL;

$V_2$ ——加入草酸钠标准溶液总量, mL;

$c_1$ ——高锰酸钾标准溶液浓度, mol/L(附录 A);

7.00——亚硝酸盐氮(1/2N)的摩尔质量;

50.00——亚硝酸盐氮贮备液吸取量, mL;

0.050——草酸钠标准溶液浓度,  $c(1/2Na_2C_2O_4)$  mol/L。

#### 3.5.3 亚硝酸钠标准溶液

将亚硝酸钠贮备液按标定的浓度逐级稀释,使溶液浓度为 1 mg/L。用时现配。

## 4 仪器

分光光度计。

## 5 样品

样品采集后 24 h 内分析,若需要短期保存 1~2 d,应在每升中加入 40 mg 氯化汞,于 4℃ 保存。

## 6 分析步骤

### 6.1 空白试验

用 50 mL 水按 6.3.2 操作。

### 6.2 比对试验

有些样品色度干扰不能用硫酸铝去除,需取 50 mL 上清液(6.3.1),仅仅不加对氨基苯磺酸溶液,其余操作与 6.3.2 全同,以此作为该样品比色时的参比。

### 6.3 测定

6.3.1 用 100 mL 比色管(或量筒)取 100 mL 样品,加 2~3 滴硫酸铝溶液(3.2),加 1~2 滴氢氧化钠溶液(3.3)(控制 pH9~11),摇匀,静止 30 min 后,取上清液测定。

6.3.2 用 50 mL 比色管取适量上清液(6.3.1)作为试料(若小于 50 mL,用水稀释至 50 mL),加 1 mL 对氨基苯磺酸溶液(3.4),摇匀,放置 3~5 min,加 1 mL  $\alpha$ -萘胺(3.5),摇匀,放置 30 min,以 6.1 或者 6.2 为参比,于 520 nm 处,用 10 mm 比色皿比色。

### 6.4 工作曲线的绘制

取 7 支 50 mL 比色管,分别吸取亚硝酸钠标准溶液(3.6.3)0.25、1.00、2.00、4.00、8.00、10.00、