

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

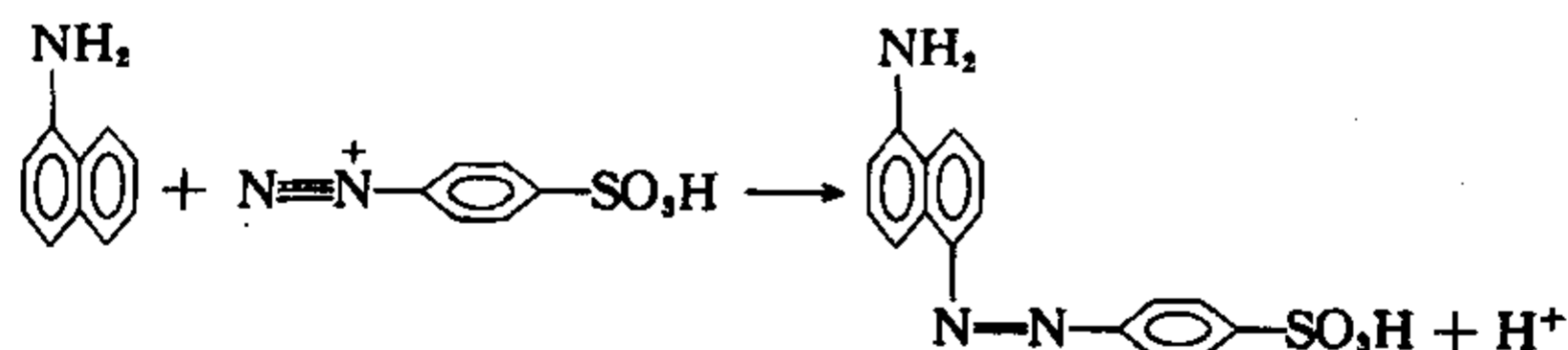
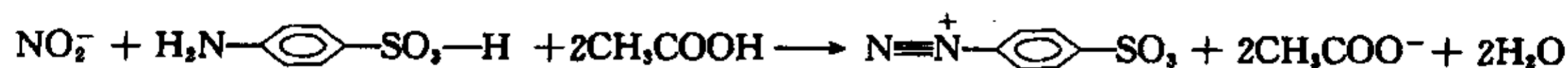
本方法测定亚硝酸盐氮的浓度范围为 0.005 0~0.30 mg/L。

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 $[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}]$ 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 $[\text{C}_6\text{H}_4(\text{NH}_2)(\text{SO}_3\text{H})]$ 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 α -萘胺溶液(剧毒,切勿入口或与外伤处接触)。

称取 0.2 g α -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 α -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、

15.00 mL 于其中,用水稀释至 50 mL,按 6.3.2 方法操作。以各点的吸光度为纵坐标,以其对应浓度 0.005、0.020、0.040、0.080、0.16、0.20、0.30 mg/L 为横坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

亚硝酸盐氮的浓度 c (mg/L)由下式计算:

$$c = c' \times \frac{50}{V_x} \dots\dots\dots(2)$$

式中: c' ——从工作曲线上查得亚硝酸盐氮浓度,mg/L;

V_x ——试料体积,mL。

8 精密度

生活污水中加标亚硝酸盐氮 0.15 mg/L,测定 20 次,实验室内相对标准偏差为 3.61%,回收率为 96.7%~107.6%。



附录 A

高锰酸钾标准溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.050\text{ mol/L}$ 的标定
(补充件)

溶解 1.6 g 高锰酸钾 KMnO_4 于 1.2 L 蒸馏水中,煮沸 0.5~1 h。放置过夜,过滤后,将滤液贮存于棕色试剂瓶中避光保存。

配制草酸钠标准溶液: $c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0.0500\text{ mol/L}$ 。

溶解经 105℃ 烘干 2 h 的优级纯无水草酸钠 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 3.350±0.003 g 于蒸馏水中,移入 1 000 mL 容量瓶稀释至标线,摇匀。

标定:

在 250 mL 具塞锥形瓶中,移入待标定的高锰酸钾标准溶液 50 mL,加入浓硫酸 5 mL,再加入过量的草酸钠标准溶液,然后用待标定的高锰酸钾标准溶液滴定过量的草酸钠直至淡粉红色终点,记录高锰酸钾标准溶液用量。

按下式计算高锰酸钾标准溶液浓度 $c_1(\text{mol/L})$:

$$c_1 = \frac{0.0500 \times V_4}{V_3}$$

式中: V_3 ——高锰酸钾标准溶液总耗用量, mL;

V_4 ——加入草酸钠标准溶液总量, mL;

0.0500——草酸钠标准溶液浓度 $c(1/2\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)$, mol/L。

附加说明:

本标准由中华人民共和国建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部水质标准技术归口单位中国市政工程中南设计院归口。

本标准由上海市城市排水管理处、上海市城市排水监测站负责起草。

本标准主要起草人卢瑞仁。

本标准委托上海市城市排水监测站负责解释。