



# 中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

## 废液（水）中硝酸盐含量的测定 容量法

Determination of nitrate content in waste liquid (water) —  
Volumetric method

征求意见稿

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国废弃化学品处置标准化技术委员会（SAC/TC 294）归口。

本标准起草单位：。

本标准主要起草人：。

# 废液（水）中硝酸盐含量的测定 容量法

**警告：**本文件中所使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时应小心谨慎！如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本文件规定了采用容量法测定废液（水）中硝酸盐含量一般规定、测定方法。

本文件主要适用于线路板生产、电镀、化学镀、钢铁酸洗、光伏、硝态氮肥等行业产生的硝酸盐废液（水）中硝酸盐含量的测定。废液（水）中硝酸根离子（ $\text{NO}_3$ ）测定下限为 0.12 g/L。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 33057 废弃化学品取样制样方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第 1 部分：标准溶液的制定

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第 3 部分：试剂及制品的制备

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 一般规定

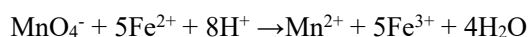
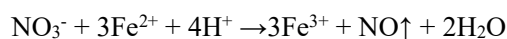
4.1 本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中的三级水。

4.2 试验中所用的杂质标准溶液、试剂和制品，在没有注明其他规定时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 的规定制备。

## 5 测定方法

## 5.1 原理

试样中硝酸根离子在硫酸体系中有钼盐催化剂作用下被亚铁盐还原,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定过量的亚铁盐至溶液由无色变为粉红色,保持 30 s 不变。根据两次试验消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积之差计算出样品中硝酸根含量。反应方程式如下:



## 5.2 样品采集与保存

按照 GB/T 33057 的规定进行废液(水)取样。收集所需体积不少于 500 mL,置于洁净干燥聚乙烯瓶中,1 °C~5 °C 冷藏避光保存并尽快完成测定,保存时间不超过 7 d。

## 5.3 试剂或材料

5.3.1 硫酸。

5.3.2 磷酸。

5.3.3 钼酸钠溶液: 0.3 g/L。

称取 3 g 钼酸钠溶于 100 mL 水中。

5.3.4 硫酸亚铁溶液: 125 g/L。

称取 125.0 g 硫酸亚铁( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ),溶于 800 mL 水中,再加入 200 mL 硫酸,搅拌均匀。

5.3.5 高锰酸钾标准滴定溶液:  $c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.1\text{mol/L}$ 。

## 5.4 试验步骤

### 5.4.1 试验溶液制备

以废液(水)或取样后取上清液为试验溶液。废液(水)中可能存在亚铁离子( $\text{Fe}^{2+}$ )、双氧水( $\text{H}_2\text{O}_2$ )等物质对测定结果造成干扰,在测定前取适量废液(水)置于 250 mL 锥形瓶中,滴加高锰酸钾标准滴定溶液至溶液呈浅红色,并计入稀释倍数  $k$ 。

其他试验溶液制备及干扰因素消除见附录 A。

### 5.4.2 试验

用移液管移取硫酸亚铁溶液 10.0 mL 置于 250 mL 锥形瓶中。加钼酸钠溶液 10 mL,摇匀。边摇动锥形瓶边缓慢加入 20 mL 硫酸,摇匀后趁热边摇动锥形瓶边加入 20.0 mL 试验溶液(此时试验溶液温度不低于 40 °C),记录加入体积( $V$ ,硝酸根含量 2.4 mg~80.0 mg),将混合液加热至微沸并保持 2 min~

3 min，直至溶液颜色由棕褐色变成亮黄色，稍冷后补加约 25 mL 水和 5 mL 磷酸，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈微红色保持 30 s 不褪，即为终点。

记录所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积（ $V_1$ ），同时做空白试验，并记录所消耗的高锰酸钾标准溶液滴定体积（ $V_0$ ）。

### 5.4.3 试验数据处理

废液（水）中硝酸盐含量以硝酸根离子（ $\text{NO}_3$ ）的浓度  $w$  计，以 g/L 表示，按公式（1）计算：

$$w = \frac{(V_0 - V_1)cM \times 10^{-3}}{V/1000} \times k \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V_0$ ——滴定空白试验溶液消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_1$ ——滴定试验溶液消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——高锰酸钾（以  $1/5\text{KMnO}_4$  计）标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M$ ——硝酸根离子（以  $1/3\text{NO}_3$  计）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=20.668$ ）；

$V$ ——试验溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$k$ ——样品稀释倍数。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

### 5.5 质量控制

废液（水）中硝酸盐含量测定结果，实验室内变异系数不大于表 1 的规定。

表 1

序 号	硝酸盐含量以硝酸根离子（ $\text{NO}_3$ ）的浓度	实验室内变异系数
1	100 mg/L	5.3 %
2	1000 mg/L	3.8 %
3	10 g/L	2.7 %
4	100 g/L	2.0 %

## 附 录 A

(资料性)

## 干扰的消除

## A.1 干扰因素

废液(水)中的色度、有机物、表面活性剂、亚硝酸盐、六价铬、溴化物等会干扰测定或影响终点判断,进行适当的预处理可消除上述干扰。

## A.2 试剂或材料

A.2.1 氢氧化铝悬浮液:溶解125 g硫酸铝钾或硫酸铝铵于1000 mL水中,加热至60℃,边搅拌边缓慢加入55 mL氨水。放置约1 h后,移入大瓶中,弃去上清液,用水反复洗涤沉淀物至不含硝酸盐氮,最后加入约100 mL水,摇匀。

A.2.2 硫酸锌溶液:10 %。

A.2.3 氢氧化钠溶液:5 mol/L。

A.2.4 大孔径中性树脂:CAD-40或XAD-2型及类似性能的树脂。

## A.3 试验溶液制备步骤

A.3.1 量取200 mL废液(水)试样置于锥形瓶或烧杯中,加入2 mL硫酸锌溶液,在搅拌下滴加氢氧化钠溶液,调节pH为7。或将200 mL废液(水)试样调节pH为7后,加4 mL氢氧化铝悬浮液。待沉淀或絮凝胶团下沉后,或经离心分离,吸取上清液作为试验溶液。并计入稀释倍数 $k$ 。

A.3.2 经A.3.1处理后的试验溶液仍存在较严重干扰或造成试验结果超出允许的误差范围,则可经大孔中性树脂吸附柱处理后制备待测试验溶液。具体处理步骤如下:

——吸附柱的制备:新的大孔径中性树脂先用200 mL水分两次洗涤,用甲醇浸泡过夜,弃去后再用40 mL甲醇分两次洗涤,然后用水洗涤至柱中流出液中无乳白色为止。树脂装入柱中时,树脂间不允许存在气泡;

——吸附处理:取经A.3.1处理后的试验溶液约100 mL,分两次洗涤吸附树脂柱,以每秒2滴的流速控制过柱速度,两次洗涤后再移取适量经A.3.1处理后的试验溶液通过吸附柱,收集20 mL试验溶液备用。平行试样处理前应以150 mL水洗涤三次吸附柱后,再按照吸附处理步骤的试验溶液100 mL,分两次洗涤吸附树脂,以每秒2滴……操作;

——计算:以处理前后的体积变化计入稀释倍数 $k$ 。

A.3.3 空白试验溶液制备:按照试验步骤同时同样制备空白试验溶液。