

ICS 13.060.01
CCS N 772

团 体 标 准

T/ NAIA 0463—2026

水质 硝酸盐的测定 水杨酸分光光度法

Water quality Determination of nitrate
Salicylic acid spectrophotometry

2026-01-27 发布

2026-02-15 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法原理	1
4 试剂和材料	1
5 仪器和设备	2
6 水样的采集与保存	2
7 干扰的消除	2
8 试验步骤	2
9 结果的计算	3
10 精密度和准确度	3
11 质量保证和质量控制	3
12 废物处理	4

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。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：宁夏回族自治区基础地质调查院（宁夏回族自治区地质矿产中心实验室）、宁夏回族自治区生态环境监测中心、宁夏中科精科检测技术有限公司、宁夏化学分析测试协会。

本文件主要起草人：王莎莎、杨鸿泽、赵银鑫、马彦斌、董爱俊、步娟、马春香、刘颖、王莹、马程、王鸿、张浩生、杨凡燕、王佳丽、王苑、马立荣、马瑞赟、万芳、王志亮、刘娜娜、张小飞。

水质 硝酸盐的测定 水杨酸分光光度法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验，本部分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

本文件规定了测定水中硝酸盐的水杨酸分光光度法。

本文件适用于地表水、地下水和工业废水中硝酸盐的测定。

本文件测定的硝酸盐采用光程长为10 mm的比色皿。水样体积为50 mL，检出限为0.077 mg/L，测定下限为0.310 mg/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 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

HJ 493-2009 水质 样品的保存和管理技术规定

3 方法原理

在浓硫酸介质中，硝酸根离子与水杨酸发生硝化反应，其次在氢氧化钠碱性介质中发生反应形成黄色络合物，在一定质量范围内，硝酸盐的质量浓度与吸光度成正比，在特征吸收波长处测得的吸光度与硝酸盐浓度之间的关系符合朗波尔-比尔定律。

4 试剂和材料

本标准所用试剂除另有注明外，均为符合国家标准的分析纯化学试剂；实验用水为新制备的去离子水。

4.1 硫酸： $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4)=1.84 \text{ g/mL}$ 。

4.2 碳酸钠溶液（0.6 g/L）：称取无水碳酸钠0.3011 g于烧杯中，加入去离子水溶解后定容于500 mL容量瓶中，摇匀。

4.3 水杨酸溶液（100 g/L）：称取10 g水杨酸（ $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3$ ），用乙醇溶液（95%）溶解至100 mL。

4.4 氢氧化钠溶液（300 g/L）：称取30 g氢氧化钠（NaOH），溶于去离子水中，定容至100 mL。

4.5 氢氧化铝悬浮液：溶解125 g硫酸铝钾 $[KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ 或硫酸铝铵 $[NH_4Al(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ 于1 L一次蒸馏水中，加热至60 °C，在不断搅拌下，徐徐加入55 mL浓氢氧化铵，放置约1 h后，移入1 L量筒内，用一次蒸馏水反复洗涤沉淀，最后用实验用水洗涤沉淀，直至洗涤液中不含硝酸盐为止。澄清后，把上清液尽量全部倾出，只留稠的悬浮物，最后加入100 mL水。使用前应振荡均匀。

4.6 硝酸盐标准贮备溶液： $[\rho(NO_3^-)=1\ 000\ mg/L]$ ：称取1.631 g经105 °C~110 °C干燥1 h的硝酸钾（KNO₃），溶于去离子水中，并定容至1 000 mL容量瓶中。（宜可购买市售的有证标准物质）。

4.7 硝酸盐中间标准溶液： $[\rho(NO_3^-)=100\ mg/L]$ ：吸取10.00 mL硝酸根标准储备溶液(4.6)定容于100 mL容量瓶中。

4.8 硝酸盐标准工作溶液： $[\rho(NO_3^-)=10\ mg/L]$ ：吸取10.00 mL硝酸根标准储备溶液(4.7)定容于100 mL容量瓶中。

4.9 混纤-水系滤膜：0.45 μm。

5 仪器和设备

5.1 分光光度计：波长范围（190 nm~800 nm），配有10 mm石英比色皿（配套误差≤0.5 %）。

5.2 具塞比色管：50 mL，精度±0.2 mL。

5.3 恒温水浴锅：温度0 °C~100 °C可调；控温精度±2 °C。

5.4 一般实验室常用的仪器设备。

6 水样的采集与保存

实验室样品应用玻璃瓶或聚乙烯瓶采集。并在采集后尽快分析，不要超过24 h。用稀盐酸调至样品pH<2，可保存7 d。

7 干扰的消除

对于无沉淀的水样直接移取。如水样浑浊及带有颜色，取样品经0.45 μm滤膜过滤后移取。也可向每100 mL试样中加入2 mL氢氧化铝悬浮液，搅拌、静置、过滤，弃去25 mL初滤液后，再取水样测定。

8 试验步骤

8.1 样品测定

准确吸取 2.00 mL 样品置于 100 mL 烧杯中，加入 0.6 g/L 碳酸钠溶液(4.2) 0.5 mL 置于 100 °C水浴

锅中，待水样蒸干，取下烧杯，稍冷后趁热加 0.5 mL 水杨酸溶液(4.3)，再加入 1 mL 硫酸(4.1)。放置 15 min 后，加入 7 mL 氢氧化钠溶液(4.4)，用去离子水定容至 50 mL 比色管中摇匀。于分光光度计 410 nm 波长处，以试剂空白作参比，10 mm 比色皿测其吸光度。

8.2 空白试验

用实验用水代替水样，以下同步骤8.1。

8.3 校准曲线的绘制

吸取硝酸盐标准工作溶液（4.8）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL和10.00 mL 于一系列 100 mL 烧杯中，以下步骤按8.1。此标准系列中硝酸盐(以NO₃⁻计)的质量分别为0 μg，5.0 μg，10.0 μg，30.0 μg，50.0 μg，70.0 μg，100.0 μg。以硝酸盐质量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

9 结果的计算

硝酸盐（以NO₃⁻计）的含量按下式计算：

$$\rho(\text{NO}_3^-) = \frac{m}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$\rho(\text{NO}_3^-)$ —— 水样中硝酸盐（以NO₃⁻计）的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

m —— 从校准曲线查得硝酸盐的质量，单位为微克(μg)；

V —— 所取水样体积，单位为毫升(mL)。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

三个实验室对硝酸盐含量17.9 mg/L±0.80 mg/L的统一标准样品进行测定，重复性相对标准偏差为1.6%，再现性相对标准偏差为2.2%；对含0.522 mg/L~52.6 mg/L的地下水、地表水、工业废水的实际样品进行测定（n=6），相对标准偏差为1.6%~2.8%。

10.2 准确度

三个实验室测定17.9 mg/L±0.80 mg/L的统一标准样品，测得平均值为124 mg/L，相对误差为1.1%；对硝酸盐含量8.25 mg/L~123 mg/L的地下水、地表水和工业废水的实际样品进行加标回收实验，加标量10.0 mg/L~100 mg/L，加标回收率在98.3%~99.8%之间。

11 质量保证和质量控制

11.1 准确度

采用有证标准物质在标准值不确定度范围且相对误差 $\leq 10\%$ ，判定为合格。

11.2 精密度

每20个样品或批次（少于20个样品）至少分析2个平行样，平行样测定值的相对偏差（RSD）：
浓度 $> 10 \text{ mg/L}$ ， $RSD \leq 5\%$ ；浓度在 $1 \text{ mg/L} \sim 10 \text{ mg/L}$ 之间， $RSD \leq 15\%$ ；浓度 $\leq 1 \text{ mg/L}$ ， $RSD \leq 20\%$ 。

12 废物处理

实验中产生的废物应集中收集，并做好相应标识，委托有资质的单位进行处理。
