

团 体 标 准

水质 硝酸盐的测定 水杨酸分光光度法 (征求意见稿)

**Water quality Determination of nitrate
Salicylic acid spectrophotometry**

2025-xx-xx发布

2025-xx-xx实施

宁夏化学分析测试协会 发布

目 次

前 言	1
1 范围	2
2 规范性引用文件	2
3 方法原理	2
4 试剂和材料	2
5 仪器和设备	3
6 分析步骤	3
7 结果计算与表示	4
8 精密度和准确度	4
9 质量保证和质量控制	5
10 试验报告	5

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。

本标准主要起草人：王莎莎、赵银鑫、董爱俊、步娟、马彦斌、刘颖、万芳、王志亮、刘娜娜、马程、王鸿、张浩生、杨凡燕、王佳丽、王苑、马立荣、马瑞赞、张小飞。

本文件为首次发布。

水质 硝酸盐的测定

水杨酸分光光度法

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、生活污水和工业废水中硝酸盐的测定。

本文件测定的硝酸盐的方法检出限为0.262 mg/L，测定下限为 1.04mg/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。

HJ 493-2009 水质 样品的保存和管理技术规定

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

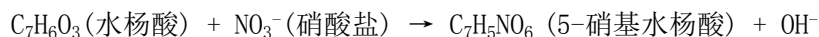
GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

3 方法原理

水杨酸分光光度法测定硝酸盐的原理基于硝酸根离子与水杨酸在浓硫酸环境下发生硝化反应，生成黄色的硝基水杨酸衍生物，该产物在碱性条件下转化为黄色络合物，在特定波长下有最大吸收。

具体反应步骤如下：

硝化反应：在强酸条件下，水杨酸与硝酸根离子发生亲电取代反应，生成 5-硝基水杨酸。



碱性显色：加入氢氧化钠溶液使反应体系碱化，5-硝基水杨酸在碱性条件下（pH>12）形成黄色的醌式结构，该化合物在410nm波长处有最大吸光度。

4 试剂和材料

除非另有说明，分析时所用试剂均使用符合国家标准和分析纯化学试剂。

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

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

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

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

4.5 去离子水：符合GB/T 6682规定的一级水。

4.6 硝酸根标准贮备溶液： $[\rho(\text{NO}_3^-)=1000\mu\text{g/mL}]$ ：称取1.631g经105℃~110℃干燥1h的硝酸钾（ KNO_3 ），溶于水中，并定容至1000mL容量瓶中。

4.7 硝酸根标准工作溶液： $[\rho(\text{NO}_3^-)=10\mu\text{g/mL}]$ ：吸取10.00mL硝酸盐标准储备溶液(4.6)定容于1000mL容量瓶中。

4.8 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（190~800 nm），配有1 cm石英比色皿（配套误差 $\leq 0.5\%$ ）。

5.2 具塞比色管：50 mL，精度 $\pm 0.2\text{ mL}$ 。

5.3 恒温水浴锅：控温精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ ，可加热至沸腾。

5.4 烧杯：100mL，A级。

5.5 移液管：2.00mL，A级。

6 分析步骤

6.1 样品采集和保存

按照HJ 493-2009的相关要求进行水样样品的保存，样品的保存应使用塑料或玻璃的装置和容器，不得使用金属制品贮存器。

6.2 样品的前处理

对于无沉淀的天然水样直接移取。如水样浑浊及带有颜色，取样品经0.45 μm 滤膜过滤后移取。

6.3 试样制备

6.3.1 准确吸取 2.00mL 样品置于 100 mL 烧杯中，加入 0.6g/L 碳酸钠(4.2)溶液 0.5mL 置于 100℃ 水浴锅中，待水样蒸干，取下烧杯，稍冷趁热加 0.5mL 水杨酸(4.3)，再加入 1mL 硫酸(4.1)。

6.3.2 放置15min后，加入7mL氢氧化钠溶液(4.4)，用去离子水定容至50 mL比色管中，摇匀后待测。

6.4 空白试样的制备

不加样品，按照与试样制备（6.3）相同的步骤制备空白试样。

6.5 工作曲线的建立

准确移取硝酸根标准工作溶液（4.7）0 mL、0.50mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、10.00 mL 硝酸根标准使用液置于100 mL 烧杯中，按照 试样制备（6.3）步骤，制备工作曲线溶液，参考浓度为：0 μg、5.0μg、10.0μg、30 μg、50μg、70μg、100μg。于波长410nm处，用1cm比色皿，以试剂空白为参比，上机依次测定标准空白溶液、校准曲线溶液系列的吸光度，以硝酸盐的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

6.6 试样测定

按（6.3）试样制备样品后，以空白溶液为参比，在410 nm波长处测定样品显色液的吸光度，根据标准曲线回归方程计算样品中硝酸盐浓度。

6.7 空白试验

按照与试样测定（6.6）相同的分析条件进行空白试样（6.4）的测定。

7 结果计算与表示

7.1 样品的结果计算

按公式（1）计算水样中硝酸盐的质量浓度：

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

式中：

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

m — 从标准曲线查得硝酸盐的质量，单位为微克（μg）；

V — 水样体积，单位为毫升（mL）。

7.2 结果表示

测定结果表示为0.XXX、X.XX、XX.X、XXX。

8 精密度和准确度

按照GB/T 6379.2，选择不同含量范围的标准物质 3 个，由 3 家实验室按照本方法进行方法精密度和准确度试验。各实验室对每个水平样品测定 6 次，将原始数据进行统计分析，方法精密度见表 1。

表1 分析方法精密度和准确度统计表

标准物质编号	标准物质1	标准物质2	标准物质3
硫酸根标准值 (mg·L ⁻¹)	30.9±1.4	71.2±3.2	125±2
重复性限r (mg·L ⁻¹)	0.18	0.067	2.62
再现性限R (mg·L ⁻¹)	1.05	0.19	3.08
加标回收率 (%)	95%~108%	97%~106%	96%~110%

9 质量保证和质量控制

9.1 工作曲线

每批样品测定前均应绘制工作曲线，相关系数应大于 0.999。每测定 20 个样品后，需测定标准系列中间浓度的标准溶液，测定结果的相对偏差应小于10%，否则应重新绘制校准曲线。

9.2 空白试验

每20个样品或1个批次（少于20个样品/批）至少分析2个空白试样，空白试样的测定值应低于方法检出限。

9.3 正确度

每批次同类型分析样品要求按高低不同含量插入标准物质样品；RE≤10%，判定为合格。

9.4 平行样

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（RPD）：浓度>10mg/L，RPD≤5%；浓度在1~10mg/L之间，RPD≤15%；浓度≤1mg/L，RPD≤20%。

10 试验报告

试验报告应包含以下内容：

送样单位、样品名称、样品批号、来样日期、试验结果、试验单位、试验者姓名、审核者姓名、签发者姓名、报告日期。