

中国环境监测总站  
国家环境保护环境监测质量控制重点实验室 编

# 环境监测方法标准实用手册

## 第二册 气监测方法

HUANJING JIANCE FANGFA BIAOZHUN  
SHIYONG SHOUCE  
**DIERCE QI JIANCE FANGFA**

中国环境出版社

X83-01  
2032

阅 购

# 环境监测方法标准实用手册

## 第二册 气监测方法

中国环境监测总站 编

国家环境保护环境监测质量控制重点实验室



中国环境出版社·北京

图书在版编目(CIP)数据

环境监测方法标准实用手册. 第2册, 气监测方法/中国环境监测总站, 国家环境保护环境监测质量控制重点实验室编. —北京: 中国环境出版社, 2012.12

ISBN 978-7-5111-1187-6

I. ①环… II. ①中…②国… III. ①环境监测—标准—中国—手册②大气监测—标准—中国—手册 IV. ①X83-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 255981 号



出版人 王新程

责任编辑 张维平

责任校对 扣志红

封面设计 金 喆

出版发行 中国环境出版社

(100062 北京市东城区广渠门内大街 16 号)

网 址: <http://www.cesp.com.cn>

电子邮箱: [bjgl@cesp.com.cn](mailto:bjgl@cesp.com.cn)

联系电话: 010-67112765 (编辑管理部)

010-67112738 (图书编理部)

发行热线: 010-67125803, 010-67113405 (传真)

印 刷 北京市联华印刷厂

经 销 各地新华书店

版 次 2013 年 4 月第 1 版

印 次 2013 年 4 月第 1 次印刷

开 本 880×1230 1/16

印 张 45

字 数 1300 千字

定 价 146.00 元

【版权所有。未经许可请勿翻印、转载, 侵权必究】

如有缺页、破损、倒装等印装质量问题, 请寄回本社更换

## 《环境监测方法标准实用手册》(第二册) 编委会

主任：陈斌 傅德黔

主编：付强 张维平

副主编：池靖 夏新

编委：(以姓氏笔画为序)

王光 王爱一 冯丹 田秀华 白昕 任兰 关玉春

刘锋 吕天峰 吕怡兵 米方卓 吴晓凤 宋慧敏 张霖琳

李倩 杨婧 周艳萍 居力 姚雅伟 洪正昉 骆虹

徐琳 柴文轩 梁宵 鲁言波 楚宝临 滕曼

## 前 言

环境监测是准确地获取数据、科学地解析数据与合理地综合使用数据的综合过程，是环境立法、执法、规划和决策的重要依据。环境监测标准方法是实施环境监测活动的重要依据，也是保证环境监测数据具有代表性、准确性、精密性、可比性和完整性的重要技术支撑。

随着环境监测事业的发展，适合我国国情的环境监测技术体系逐步建立，以监测方法和技术规范为主要内容的标准方法体系框架日渐清晰。我国环境监测事业经历了 30 余年的发展历程，环境监测标准方法体系已经从 20 世纪 80 年代的国际方法转换和基础化学分析方法制订，发展到涵盖水和废水、环境空气和废气、机动车排放污染物、室内空气、噪声、振动、土壤、固体废物、生物和辐射等多要素的近千个监测标准方法和数十个监测技术规范，并随着科学技术水平的提高而不断修订完善。据不完全统计，从 2000 年至今，已经有近 200 多项监测标准方法和技术规范得以发布和实施。由于环境监测内容的广泛性和我国环境监测活动管理中形成的特定模式，使我国环境监测标准方法制订和发布存在多部门共同管理的现状。为使广大环境监测人员能够及时和全面掌握以及正确使用环境监测标准方法，系统、完善地开展环境监测工作，积极推动各级环境监测机构不断提高环境监测技术和管理水平，中国环境监测总站组织编写了《环境监测方法标准实用手册》丛书。

本丛书在充分考虑读者需求的基础上，从环境监测方法的实用性和现行有效性的角度出发，结合我国环境监测的主要领域，汇编了我国现行有效的、常用的环境监测方法标准和监测技术规范，力求为读者提供一部具有较强实用性和较高便利性的工作手册。本丛书共分五册：第一册《水监测方法》，包括水和废水，以及大气降水；第二册《气监测方法》，包括环境空气和废气、机动车排放污染物、室内空气、车内空气和油气回收；第三册《土壤、固体废物和生物监测方法》，包括土壤和水系沉积物、固体废物、煤质、生物和生物体残留；第四册《辐射、噪声监测方法》，包括电磁辐射、电离辐射、噪声和振动；第五册《监测技术规范》，包括技术规范、导则、规定、指导等。

本丛书适用于各级环境监测机构，各类别的环境分析实验室，也适用于各行业监测和

化学分析使用。

本丛书中所收集的方法标准均以国家或行业最新公布的版本为准。由于发布出版年代跨度较大，其格式、符号代号、计量单位乃至名词术语不尽相同，在此不便统一，收录时只对原方法标准中技术内容上的错误，以及其他方面明显不妥之处做了更正，对编排形式进行了统一。由于科学技术日新月异，标准编写体例格式不断变化，书中难免存在纰漏，敬请指正。

编者

2012年10月

# 目 录

## 环境空气和废气

GB 4920—85 硫酸浓缩尾气 硫酸雾的测定 铬酸钡比色法 .....	3
GB 4921—85 工业废气 耗氧值和氧化氮的测定 重铬酸钾氧化、萘乙二胺比色法 .....	6
GB 8971—88 空气质量 飘尘中苯并[a]芘的测定 乙酰化滤纸层析荧光分光光度法 .....	10
GB 9801—88 空气质量 一氧化碳的测定 非分散红外法 .....	13
GB 5468—91 锅炉烟尘测试方法 .....	15
GB/T 13906—92 空气质量 氮氧化物的测定 .....	21
GB/T 14669—93 空气质量 氨的测定 离子选择电极法 .....	27
GB/T 14675—93 空气质量 恶臭的测定 三点比较式臭袋法 .....	30
GB/T 14676—93 空气质量 三甲胺的测定 气相色谱法 .....	36
GB/T 14678—93 空气质量 硫化氢、甲硫醇、甲硫醚和二甲二硫的测定 气相色谱法 .....	41
GB/T 14680—93 空气质量 二硫化碳的测定 二乙胺分光光度法 .....	48
GB/T 15264—94 环境空气 铅的测定 火焰原子吸收分光光度法 .....	51
GB/T 15265—94 环境空气 降尘的测定 重量法 .....	55
GB/T 15432—1995 环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法 .....	59
GB/T 15435—1995 环境空气 二氧化氮的测定 Saltzman 法 .....	66
GB/T 15439—1995 环境空气 苯并[a]芘测定 高效液相色谱法 .....	72
GB/T 15501—1995 空气质量 硝基苯类（一硝基和二硝基化合物）的测定 锌还原—盐酸萘乙二胺分光光度法 .....	76
GB/T 15502—1995 空气质量 苯胺类的测定 盐酸萘乙二胺分光光度法 .....	81
GB/T 15516—1995 空气质量 甲醛的测定 乙酰丙酮分光光度法 .....	85
GB/T 16157—1996 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法 .....	90
GB 16171—1996 炼焦炉大气污染物排放标准	
附录 A（标准的附录） 苯可溶物（BSO）的测定 重量法 .....	127
HJ/T 27—1999 固定污染源排气中氯化氢的测定 硫氰酸汞分光光度法 .....	129
HJ/T 28—1999 固定污染源排气中氟化氢的测定 异烟酸-吡唑啉酮分光光度法 .....	134
HJ/T 29—1999 固定污染源排气中铬酸雾的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法 .....	142
HJ/T 30—1999 固定污染源排气中氯气的测定 甲基橙分光光度法 .....	147
HJ/T 31—1999 固定污染源排气中光气的测定 苯胺紫外分光光度法 .....	152
HJ/T 32—1999 固定污染源排气中酚类化合物的测定 4-氨基安替比林分光光度法 .....	157
HJ/T 33—1999 固定污染源排气中甲醇的测定 气相色谱法 .....	165
HJ/T 34—1999 固定污染源排气中氯乙烯的测定 气相色谱法 .....	172

HJ/T 35—1999 固定污染源排气中乙醛的测定 气相色谱法 .....	179
HJ/T 36—1999 固定污染源排气中丙烯醛的测定 气相色谱法 .....	188
HJ/T 37—1999 固定污染源排气中丙烯腈的测定 气相色谱法 .....	195
HJ/T 38—1999 固定污染源排气中非甲烷总烃的测定 气相色谱法 .....	203
HJ/T 39—1999 固定污染源排气中氯苯类的测定 气相色谱法 .....	211
HJ/T 40—1999 固定污染源排气中苯并[a]芘的测定 高效液相色谱法 .....	219
HJ/T 41—1999 固定污染源排气中石棉尘的测定 镜检法 .....	225
HJ/T 42—1999 固定污染源排气中氮氧化物的测定 紫外分光光度法 .....	230
HJ/T 43—1999 固定污染源排气中氮氧化物的测定 盐酸萘乙二胺分光光度法 .....	235
HJ/T 44—1999 固定污染源排气中一氧化碳的测定 非色散红外吸收法 .....	240
HJ/T 45—1999 固定污染源排气中沥青烟的测定 重量法 .....	244
HJ/T 56—2000 固定污染源排气中二氧化硫的测定 碘量法 .....	249
HJ/T 57—2000 固定污染源排气中二氧化硫的测定 定电位电解法 .....	253
HJ/T 63.1—2001 大气固定污染源 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法 .....	256
HJ/T 63.2—2001 大气固定污染源 镍的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 .....	260
HJ/T 63.3—2001 大气固定污染源 镍的测定 丁二酮肟-正丁醇萃取分光光度法 .....	264
HJ/T 64.1—2001 大气固定污染源 钨的测定 火焰原子吸收分光光度法 .....	269
HJ/T 64.2—2001 大气固定污染源 钨的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 .....	273
HJ/T 64.3—2001 大气固定污染源 钨的测定 对-偶氮苯重氮氨基偶氮苯磺酸分光光度法 .....	277
HJ/T 65—2001 大气固定污染源 锡的测定 石墨炉原子吸收分光光度法 .....	282
HJ/T 66—2001 大气固定污染源 氯苯类化合物的测定 气相色谱法 .....	286
HJ/T 67—2001 大气固定污染源 氟化物的测定 离子选择电极法 .....	294
HJ/T 68—2001 大气固定污染源 苯胺类的测定 气相色谱法 .....	299
GB 18483—2001 食业油烟排放标准(试行)	
附录 A(标准的附录) 食业油烟采样方法及分析方法 .....	307
附录 C(标准的附录) 油烟去除效率的测定方法 .....	309
HJ/T 398—2007 固定污染源排放 烟气黑度的测定 林格曼烟气黑度图法 .....	310
HJ 77.2—2008 环境空气和废气 二噁英类的测定 同位素稀释高分辨气相色谱-高分辨质谱法 .....	319
GB 21900—2008 电镀污染物排放标准	
附录 A(规范性附录) 水质 铝的测定 间接火焰原子吸收法 .....	346
附录 B(规范性附录) 水质 铝的测定 电感耦合等离子发射光谱法(ICP-AES) .....	349
附录 C(规范性附录) 废气中硫酸雾的测定 铬酸钡分光光度法 .....	353
附录 D(规范性附录) 废气中硫酸雾的测定 离子色谱法 .....	356
GB 21902—2008 合成革与人造革工业污染物排放标准	
附录 B(规范性附录) 排气中颗粒物的监测方法 .....	359
附录 C(规范性附录) VOCs 监测技术导则 .....	360
HJ 479—2009 环境空气 氮氧化物(一氧化氮和二氧化氮)的测定 盐酸萘乙二胺分光光度法 .....	367
HJ 480—2009 环境空气 氟化物的测定 滤膜采样氟离子选择电极法 .....	375
HJ 481—2009 环境空气 氟化物的测定 石灰滤纸采样氟离子选择电极法 .....	380
HJ 482—2009 环境空气 二氧化硫的测定 甲醛吸收-副玫瑰苯胺分光光度法 .....	385

HJ 483—2009	环境空气 二氧化硫的测定 四氯汞盐吸收-副玫瑰苯胺分光光度法.....	392
HJ 504—2009	环境空气 臭氧的测定 靛蓝二磺酸钠分光光度法.....	398
HJ 533—2009	环境空气和废气 氨的测定 纳氏试剂分光光度法.....	404
HJ 534—2009	环境空气 氨的测定 次氯酸钠-水杨酸分光光度法 .....	409
HJ 538—2009	固定污染源废气 铅的测定 火焰原子吸收分光光度法(暂行) .....	416
HJ 539—2009	环境空气 铅的测定 石墨炉原子吸收分光光度法(暂行) .....	420
HJ 540—2009	环境空气和废气 砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法(暂行) .....	424
HJ 541—2009	黄磷生产废气 气态砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法(暂行) .....	429
HJ 542—2009	环境空气 汞的测定 硫基棉富集-冷原子荧光分光光度法(暂行) .....	434
HJ 543—2009	固定污染源废气 汞的测定 冷原子吸收分光光度法(暂行) .....	441
HJ 544—2009	固定污染源废气 硫酸雾的测定 离子色谱法(暂行) .....	445
HJ 545—2009	固定污染源废气 气态总磷的测定 噌钼柠酮容量法(暂行) .....	450
HJ 546—2009	环境空气 五氧化二磷的测定 抗坏血酸还原-钼蓝分光光度法(暂行) .....	455
HJ 547—2009	固定污染源废气 氯气的测定 碘量法(暂行) .....	459
HJ 548—2009	固定污染源废气 氯化氢的测定 硝酸银容量法(暂行) .....	463
HJ 549—2009	环境空气和废气 氯化氢的测定 离子色谱法(暂行) .....	467
HJ 583—2010	环境空气 苯系物的测定 固体吸附/热脱附-气相色谱法 .....	471
HJ 584—2010	环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法 .....	481
HJ 590—2010	环境空气 臭氧的测定 紫外光度法.....	490
HJ 604—2011	环境空气 总烃的测定 气相色谱法.....	501
HJ 618—2011	环境空气 PM <sub>10</sub> 和 PM <sub>2.5</sub> 的测定 重量法.....	508
HJ 629—2011	固定污染源废气 二氧化硫的测定 非分散红外吸收法.....	514
HJ 638—2012	环境空气 酚类化合物的测定 高效液相色谱法.....	518

## 机动车排放污染物

GB 18322—2002	农用运输车自由加速烟度排放限值及测量方法.....	529
GB 3847—2005	车用压燃式发动机和压燃式发动机汽车排气烟度排放限值及测量方法.....	539
GB 18285—2005	点燃式发动机汽车排气污染物排放限值及测量方法(双怠速法及简易工况法) .....	585
GB 19758—2005	摩托车和轻便摩托车排气烟度排放限值及测量方法.....	628
GB 14621—2011	摩托车和轻便摩托车排气污染物排放限值及测量方法(双怠速法) .....	635

## 室内空气

### GB/T 18883—2002 室内空气质量标准

附录 A (规范性附录)	室内空气监测技术导则 .....	643
附录 B (规范性附录)	室内空气中苯的检验方法(毛细管气相色谱法) .....	646
附录 C (规范性附录)	室内空气中总挥发性有机物(TVOC)的检验方法 (热解吸/毛细管气相色谱法) .....	648
附录 D (规范性附录)	室内空气中菌落总数检验方法 .....	651

## 车内空气

HJ/T 400—2007 车内挥发性有机物和醛酮类物质采样测定方法 ..... 655

## 油气回收

GB 20950—2007 储油库大气污染物排放标准

附录 A (规范性附录) 收集系统泄漏浓度检测方法 ..... 677

附录 B (规范性附录) 处理装置油气排放检测方法 ..... 678

GB 20952—2007 加油站大气污染物排放标准 ..... 680

附录 气监测方法一览表 ..... 705

# 环境空气和废气



# 中华人民共和国国家标准

## 硫酸浓缩尾气 硫酸雾的测定 铬酸钡比色法

UDC 628.512

: 661.25

: 543.432

GB 4920—85

Determination of sulphuric acid mist in tail gas  
in sulphuric acid concentration process—Barium  
chromate colorimetric method

国家环境保护局 1985-01-18 发布

1985-08-01 实施

本标准适用于火炸药厂硫酸浓缩尾气中硫酸雾的分析，测试范围  $100\sim30\,000\text{ mg/m}^3$ 。

### 1 原理

硫酸根离子与铬酸钡作用，产生黄色铬酸根离子，根据黄色深浅比色测定。

### 2 仪器

除一般通用化学分析仪器外应具备：

- 2.1 无硫酸根离子的玻璃纤维滤筒。
- 2.2 烟尘测试仪：YC-1型。
- 2.3 分光光度计。

### 3 试剂

本标准所使用的试剂，除指明者外，均为分析纯。

- 3.1 铬酸钡酸性悬浊液：称 25 g 铬酸钡（优级纯）与 100 ml 1 N 乙酸及 100 ml 0.02 N 盐酸混合，振摇均匀即为悬浊液。
- 3.2 氯化钙-氨水溶液：称取 1.85 克氯化钙，溶于 500 ml 6 N 氨水中（防止二氧化碳溶入）。
- 3.3 硫酸标准溶液：准确称取 1.777 g 硫酸钾（优级纯，800℃下恒重）溶于水中，稀释至 1 L。此溶液 1 ml 相当于 1.0 mg 硫酸。分析时用水稀释 10 倍成 1 ml 相当于 0.1 mg 硫酸的标准溶液。

### 4 操作

#### 4.1 工作曲线的绘制

取硫酸标准溶液，如表 1 配制成不同浓度的溶液，按 4.2.3 分析操作方法，在紫外分光光度计上，波长 370 nm 处，用 0.5 cm 比色皿测吸光度 ( $A$ )，以吸光度 ( $A$ ) 为纵坐标，以硫酸含量 (mg) 数为横坐标，做工作曲线。

## 工作曲线的配制

编 号	0	1	2	3	4	5
标准溶液/ml	0.0	2.0	4.0	6.0	8.0	10.0
水/ml	10.0	8.0	6.0	4.0	2.0	0.0
硫酸含量/mg	0.0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0

## 4.2 分析

4.2.1 取出采样滤筒，放于 500 ml 三角瓶中，加 100 ml 蒸馏水，瓶口上置一小漏斗，于电热板上加热近沸约 30 min。放至室温，将浸出液过滤，移入 1 000 ml 容量瓶中，并用水多次洗涤三角瓶及滤筒残渣，最后用水稀释至刻度混匀，此溶液为样品溶液。

4.2.2 从样品溶液中取样分析时，应根据酸的含量不同进行稀释（酸含量 1~2 g/m<sup>3</sup> 不必稀释，5~10 g/m<sup>3</sup> 稀释 4 倍，20~30 g/m<sup>3</sup> 稀释 10 倍）。吸取样品溶液 1.00 ml 放入 100 ml 三角瓶中，加蒸馏水 9.00 ml（样品溶液和蒸馏水总体积等于 10.0 ml 以符合工作曲线制作时的情况）。

4.2.3 加铬酸钡悬浮液 5 ml，充分摇荡 3~5 min，再加氯化钙-氨水溶液 1 ml，混合后再加 95% 乙醇 10 ml，摇动 1 min，冷却至室温后，过滤（初滤液弃去），取滤液放于 0.5 cm 比色皿中，在紫外分光光度计，波长 370 nm 下进行比色。

4.2.4 取空白采样滤筒按 4.2.1~4.2.3 同样操作，作为空白溶液。

## 5 计算

## 5.1 按式（1）计算样品的硫酸雾含量。

$$\text{硫酸雾}(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{a \times c}{V_{nd} \times b} \times 1000 \quad (1)$$

式中：a——样品溶液总体积，ml；

b——分析时所取样品溶液体积，ml；

c——在工作曲线上查得的相应的硫酸量，mg；

$V_{nd}$ ——换算成标准状态下的采样体积，L。

## 5.2 按下式计算标准状态下的干采气体积。

$$V_{nd} = 0.577 \times Q'_r \times \sqrt{\frac{B_a + P_r}{T_r}} \times n \quad (2)$$

式中： $V_{nd}$ ——标准状态下的干采气体积，l；

$Q'_r$ ——采气时流量计读数，L/min；

n——采气时间，min；

$B_a$ ——大气压力，mmHg；

$P_r$ ——流量计前压力计读数，mmHg；

$T_r$ ——流量计前烟气的热力学温度，K。

## 6 注意事项

6.1 样品溶液的制备：采样前要测定烟气状态参数，并计算等速采样在转子流量计上读数。当采样时，采样管插入烟道内预热 5 min 后，开始按规定时间（一般为 3 min）采样，并记录转子流量计读数、转子流量计前压力及转子流量计前烟气温度，可在计算时使用。

6.2 采样的具体操作参见《火炸药工业硫酸浓缩污染物分析方法》编制说明。

**附加说明：**

本标准由原国务院环境保护领导小组提出。

本标准由兵器工业部第五设计研究院负责起草。

本标准主要起草人张齐馨、王丽娜。

本标准委托兵器工业部环境保护部门负责解释。

## 中华人民共和国国家标准

# 工业废气 耗氧值和氧化氮的测定

## 重铬酸钾氧化、萘乙二胺比色法

UDC 628.54.628

.31 : 543.432

GB 4921—85

**Waste gas from manufacturing process—Determination of chemical oxygen demand and nitrogen oxide—Potassium dichromate oxidation and naphthylethylenediamine colorimetric method**

国家环境保护局 1985-01-18 发布

1985-08-01 实施

本标准适用于经过处理或初步处理后的汞废气中的耗氧值和氧化氮的测定。适用范围耗氧值 2~200 mg/L, 氧化氮 1~100 mg/m<sup>3</sup>。

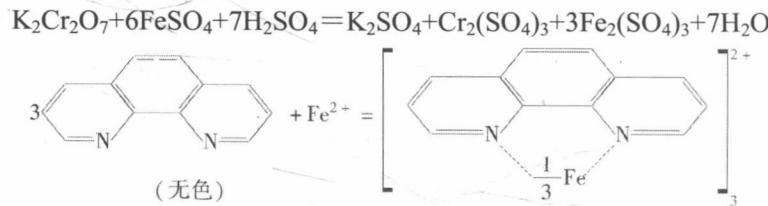
本标准中耗氧值系指在特定条件下, 废气中能使重铬酸钾还原的某些有机气体和还原性气体的含量, 以氧的消耗值计。

本标准中氧化氮系指一氧化氮、二氧化氮等氮氧化合物的总和, 以二氧化氮计。

### 1 原理

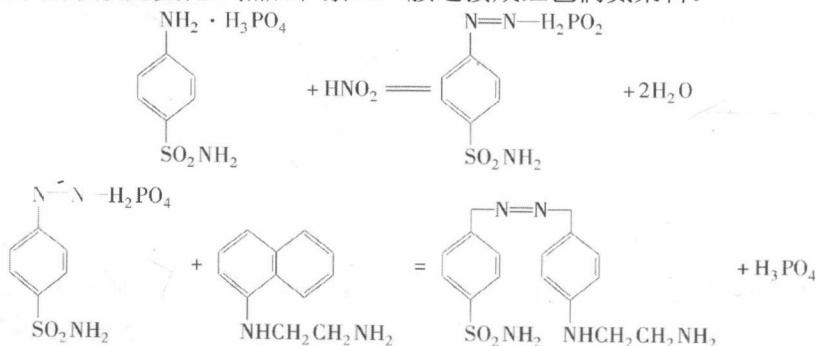
1.1 银汞废气中含有醇、酯、醛等多种有机物质和一氧化氮等还原性物质。为评价废气治理效果, 将废气通入重铬酸钾-硫酸溶液, 并加热回流, 由消耗的重铬酸钾来衡量这些物质的治理效果。

1.2 重铬酸钾用硫酸亚铁铵进行滴定, 以邻菲啰啉为指示剂。



1.3 废气中的一氧化氮经过重铬酸钾氧化, 成为二氧化氮, 可被含有少量亚砷酸钠的氢氧化钠吸收, 然后和氨基苯磺酰胺及萘乙二胺显色, 进行比色分析。

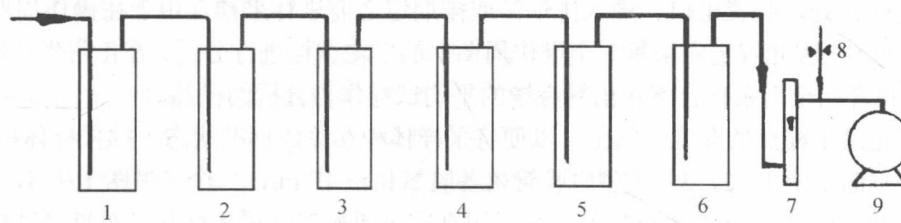
亚硝酸使对氨基苯磺酰胺重氮化, 然后和萘乙二胺连接成红色偶氮染料。



## 2 仪器

除一般通用化学分析仪器外，应具备：

### 2.1 具有五个吸收管的采样装置：见图 1。



1,2,3—大型吸收管，盛氧化液用；4,5—大型吸收管，盛吸收液用；

6—缓冲瓶；7—流量计；8—调节气流的弹簧夹；9—真空泵

图 1 耗氧值氧化氮采样装置示意图

### 2.2 具有回流冷凝管的锥形瓶（500 ml）。

### 2.3 分光光度计。

## 3 试剂

本标准所使用的试剂，除指明外，均为分析纯；所有百分比浓度除指明外，均为重量体积百分比（W/V）。

3.1 氧化液：称 49 g 重铬酸钾，加水 600 ml 溶解，边搅拌边加硫酸 300 ml，冷却后用水稀释至 1 000 ml。

3.2 吸收液：称 4 g 氢氧化钠和 1 g 亚砷酸钠溶于水中，稀释至 1 000 ml。

3.3 重铬酸钾标准溶液（0.25 N）：精确称取重铬酸钾（基准试剂，在 105℃ 烘干 2 h）12.257 9 g 溶于水中。在 20℃ 下，在容量瓶中稀释至 1 000 ml。

3.4 硫酸亚铁铵标准溶液（0.25 N）：称取硫酸亚铁铵 98.0 g，加入 1:1 硫酸 40 ml，加水溶解，冷却后用水稀释至 1 000 ml，如有混浊可澄清过滤。同时用 0.25 N 重铬酸钾标准溶液标定（标定结果当天有效）。

3.5 试亚铁灵指示剂：称取邻菲啰啉 ( $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ ) 1.485 g 与硫酸亚铁 0.695 g 溶于水中，稀释至 100 ml，贮于棕色瓶中。

3.6 硫酸银。

3.7 浓硫酸：1:1。

3.8 对氨基苯磺酰胺溶液（2%）：称 2 g 对氨基苯磺酰胺（又名磺胺， $H_2NC_6H_4SO_2NH_2$ ）溶于 95 ml 水中，加 85% 磷酸 5 ml，混匀，贮于棕色瓶中，在冰箱内保存。

3.9 亚硝酸钠标准贮备液 ( $NO_2^-$  0.1 mg/ml)：准确称取预先在 105℃ 烘干 2 h 的亚硝酸钠 0.150 0 g，溶于水中，以容量瓶稀释至 1 000 ml。贮存于棕色瓶中，此溶液每毫升含亚硝酸根离子 0.1 mg。

3.10 亚硝酸钠标准溶液（亚硝酸根含量 1  $\mu$ g/ml）：使用时以吸收液将上述（3.9）亚硝酸钠标准贮备液稀释 100 倍，使每毫升含亚硝酸根离子 1  $\mu$ g。

## 4 操作步骤

### 4.1 标准工作曲线的绘制

测定氧化氮需事先绘制标准工作曲线，方法如下。

4.1.1 于六只具塞的 25 ml 比色管中，分别准确加入亚硝酸钠标准溶液 0、2、4、6、8、10 ml，再各加 10、8、6、4、2、0 ml 吸收液混合，加 2% 对氨基苯磺酰胺 10 ml、0.1% 萘乙二胺溶液 1.4 ml，混匀，