

HJ

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/T ××—2006

水质 硫酸盐的测定 铬酸钡光度法(试行)

Water quality—Determination of sulfate—barium chromate
spectrophotometry

(征求意见稿)

2006-××-×× 发布

2006-××-×× 实施

国家环境保护总局 发布

目 次

前言 II

1 适用范围 1

2 原理 1

3 试剂 1

4 仪器 1

5 干扰的消除 1

6 步骤 2

7 结果的计算 3

8 精密度和准确度 3

前 言

为了规范《地表水环境质量标准》（GB3838-2002）的实施工作，制定本试行标准。

本标准规定了地表水、地下水中硫酸盐的铬酸钡光度测定方法。

本标准适用于地表水、地下水中硫酸盐的测定。

本标准为首次制订。

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准国家环境保护总局××年××月××日批准。

本标准自 **2006** 年××月××日起实施。

本标准由国家环境保护总局解释。

水质 硫酸盐的测定 铬酸钡分光光度法

1 适用范围

本标准适用于一般地表水、地下水中含量较低硫酸盐的测定。本方法经取 13 个河、湖水样品进行检验，测定浓度范围为 8~85mg/L；相对标准偏差 0.15%~7%；加标回收率 97.9%~106.8%。

2 原理

在酸性溶液中，铬酸钡与硫酸盐生成硫酸钡沉淀，并释放出铬酸根离子。溶液中和后多余的铬酸钡及生成的硫酸钡仍是沉淀状态，经过滤除去沉淀。在碱性条件下，铬酸钡离子呈现黄色，测定其吸光度可知硫酸盐的含量。

3 试剂

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。

3.1 铬酸钡悬浊液：称取 19.44g 铬酸钾(K_2CrO_4)与 24.44g 氯化钡 ($BaCl_2 \cdot 2H_2O$)，分别溶于 1L 蒸馏水中，加热至沸腾。将两溶液倾入同一个 3L 烧杯内，此时生成黄色铬酸钡沉淀。待沉淀下降后，倾出上层清液，然后每次用约 1L 蒸馏水洗涤沉淀，共需洗涤 5 次左右。最后加蒸馏水至 1L，使成悬浊液，每次使用前混匀。每 5mL 铬酸钡悬浊液可以沉淀约 48mg 硫酸根(SO_4^{2-})。

3.2 (1+1)氨水。

3.3 盐酸溶液：2.5mol/L。

3.4 硫酸盐标准溶液：称取 1.4786g 无水硫酸钠(Na_2SO_4 ，优级纯)或 1.8141g 无水硫酸钾(K_2SO_4 ，优级纯)，溶于少量水，置 1000mL 容量瓶中，稀释至标线。此溶液 1.00mL 含 1.00mg 硫酸根 (SO_4^{2-})。

4 仪器

4.1 比色管：50mL。

4.2 锥形瓶：250mL。

4.3 加热及过滤装置。

4.4 分光光度计。

5 干扰的消除

强氧化剂、氰化物、亚硝酸盐、焦磷酸盐、偏聚磷酸盐及某些重金属离子会干扰测定。经过加酸煮沸可将氰化物及亚硝酸盐除去，并使焦磷酸、偏聚磷酸盐转化为正磷酸盐以减轻干扰。加入盐酸羟胺则可消除强氧化剂的影响。

邻菲罗啉能与某些金属离子形成有色络合物而干扰测定。但在乙酸-乙酸铵的缓冲溶液中，不大于

铁浓度 10 倍的铜、锌、钴、铬及小于 2mg/L 的镍，不干扰测定，当浓度再高时，可加入过量显色剂予以消除。汞、镉、银等能与邻菲罗啉形成沉淀，若浓度低时，可加过量邻菲罗啉来消除；浓度高时，可将沉淀过滤除去。水样有底色，可用不加邻菲罗啉的试液作参比，对水样的底色进行校正。

6 步骤

6.1 分取 50mL 水样，置于 150mL 锥形瓶中。

6.2 另取 150mL 锥形瓶八个，分别加入 0、0.25、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 及 10.00mL 硫酸根标准溶液（3.4），加蒸馏水至 50mL。

6.3 向水样及标准溶液中各加 1mL 2.5mol/L 盐酸溶液（3.3），加热煮沸 5min 左右。取下后再各 2.5mL 铬酸钡悬浊液（3.1），再煮沸 5min 左右。

6.4 取下锥形瓶，稍冷后，向各瓶逐滴加入(1+1)氨水（3.2）至呈柠檬黄色，再多加 2 滴。5.5 待溶液冷却后，用慢速定性滤纸过滤，滤液收集于 50mL 比色管内（如滤液浑浊，应重复过滤至透明）。用蒸馏水洗涤锥形瓶及滤纸三次，滤液收集于比色管中，用蒸馏水稀释至标线。

6.5 在 420nm 波长，用 10mm 比色皿测量吸光度，绘制校准曲线。

7 结果的计算

硫酸盐的含量按下式计算：

$$\text{硫酸盐 (SO}_4^{2-}, \text{mg/L}) = \frac{m}{V} \times 1000$$

式中：m——根据校准曲线计算出的水样中硫酸盐量（μg）；

V——取样体积（mL）。

8 精密度和准确度

硫酸盐浓度 93.83mg/L 的标准混合样品，经五个实验室分析，室内相对标准偏差为 0.52%，室间相对标准偏差为 3.17%，相对误差为 1.24%；加标回收率为 101.5%±12.4%。