

HZ-HJ-SZ-0102

水质—钡的测定—铬酸盐间接分光光度法

1 范围

用10mm比色皿，本方法最低检出浓度为0.06mg/L钡，测定上限浓度为3.0mg/L。本方法可测定水和废水中的钡。

本方法对于钡的测定有较好的选择性，但铅离子有正干扰，在溶液中加入EDTA-Ca可消除其干扰。

2 原理

钡离子在铬酸盐的中性或氨性溶液中生成铬酸钡沉淀，该沉淀不溶于醋酸，而溶于稀无机酸，以此特点将沉淀分离出来，用稀的无机酸溶解，将释放出的铬酸根离子，用二苯碳酰二肼测铬的方法，间接测定钡离子。

3 试剂

3.1 钡标准溶液：称取氯化钡（ $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）0.1779g置于50mL烧杯中，加少量水，搅拌溶解后加1mol/L 盐酸5mL，转移至100mL 容量瓶中，加水至标线并混匀。此标准溶液每毫升含1.00mg钡。

取上述溶液稀释成每毫升含10.0μg钡的标准使用液，临用时现配。

3.2 铬酸钾溶液，10g/L。

3.3 醋酸铵缓冲溶液：称取77g醋酸铵（ NH_4Ac ），溶于500mL 水中（pH约为7）。

3.4 乙醇（95%或无水）。

3.5 5g/L二苯碳酰二肼（又名二苯氨基脲）溶液：用丙酮配制，色变深后不能使用。

3.6 0.5mol/L盐酸。

3.7 EDTA-Ca 溶液：称取0.62gEDTA- Na_2 和0.72g CaCl_2 ，溶解于50mL 水中，并用（1+1）氨水调pH值为中性。

4 仪器

4.1 分光光度计，10mm比色皿。

4.2 抽滤装置，滤膜（直径25mm，孔径0.45μm）。

5 操作步骤

5.1 样品的预处理

5.1.1 一般较清洁水样可直接取样测定。

5.1.2 若含有大量悬浮物，可先离心澄清后过0.45μm微孔滤膜。

5.1.3 对于含还原性物质（如 S^{2-} ， Fe^{2+} ）和有机污染严重的水样，应采用硝酸消解。每100mL水样加5.0mL浓硝酸，置于电热板上在近沸状态下将样品蒸至近干。如溶液仍有色，再加入5.0mL硝酸，重复上述操作，至溶液清澈。用水稀释至10mL左右，用氢氧化铵中和至中性，定容后供测定。

5.2 样品的测定

取1—10mL水样（含不超过30μg）于25mL比色管中，用（1+1）氨水调至中性，加1%（m/V）铬酸钾溶液0.5mL，摇匀后加入醋酸铵缓冲溶液（pH7）2.0mL，乙醇10.0mL，用水稀至刻度，摇匀。至冷水中放置半小时左右，用孔径0.45μm滤膜抽滤。用40%（V/V）的乙醇溶液洗比色管及滤瓶（将沉淀全洗入滤器中）数次，弃去滤液，用0.5mol/L盐酸溶液4.0mL分两次（每次2mL）溶解沉淀，直接抽滤于10.0mL比色管中（慢抽，使沉淀充分溶解）。再用少量水洗3~5次滤器，其总体积不得超过9.0mL。取出10mL比色皿，加0.5%（m/V）二苯碳酰二肼溶液1.0mL，加水定容，摇匀。放置10min，用10mm比色皿，以试剂空白为参比，于545nm处测定吸光度。并作空白校正，从校准曲线上查得钡量。

5.3 校准曲线的绘制

分别吸取0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 3.00mL钡标准使用液于25mL比色管中, 以下按样品测定步骤操作。

6 结果计算

$$c_{\text{钡}} (\text{Ba, mg/L}) = \frac{m}{V}$$

式中: m —从校准曲线查得钡量 (μg);

V —用于测定的水样体积 (mL)。

7 精密度和准确度

6个实验室测定钡含量为4.60mg/L的统一样品, 得室内相对标准偏差为2.14%; 室间相对标准偏差为6.65%; 相对误差为-0.65%; 加标回收率为 $105.6 \pm 3.1\%$ 。

对钡含量为0.063~2981mg/L的河水、井水及七种废水的测定表明, 相对标准偏差为1.6%~8.8%, 加标回收率为90%~109.7%。

注意事项

- (1) 氯化钡为有害物质, 小心使用, 注意安全。
- (2) 酸化样品切不可用硫酸。
- (3) 过滤分离沉淀时, 沉淀不得损失。
- (4) 沉淀中过剩的 CrO_4^{2-} 必须洗净, 否则测试结果偏高。
- (5) 显色剂溶液贮于棕色瓶中, 于冰箱中可存放一周。

8 参考文献

魏复盛等编著, 水和废水监测分析方法指南(中册), pp. 430~432, 中国环境科学出版社, 北京, 1997。