

HZ-HJ-SZ-0064

水质—硫酸盐的测定—火焰原子吸收分光光度法

1 范围

本方法规定了间接测定水中可溶性硫酸盐的火焰原子吸收分光光度法。

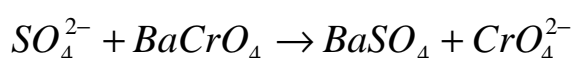
本方法适用于地表水、地下水及饮用水可溶性硫酸盐的测定。

本方法的最低检出浓度为 0.4mg/L，当取样量为 10mL 时，测定上限是 30mg/L；当取样量为 1mL 时，测定上限则是 300mg/L。水样经适当稀释，测定范围还可以扩大。

Pb²⁺和 PO₄³⁻对测定产生干扰，但 10μg 以下的 Pb²⁺和 PO₄³⁻可允许存在。

2 原理

在水—乙醇的氨性介质中，硫酸盐与铬酸钡悬浊液反应，反应式如下：



用原子吸收法测定反应释放出的铬酸根，即可间接算出硫酸盐的含量。所用火焰为空气—乙炔富燃性黄色火焰，测定波长为 359.3nm。

3 试剂

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准或专业标准分析纯试剂，去离子水或同等纯度的水。

3.1 盐酸(HCl)：ρ=1.19g/mL。

3.2 冰乙酸(CH₃COOH)：ρ=1.05g/mL。

3.3 氢氧化铵(HN₄OH)：ρ=0.880g/mL。

3.4 无水乙醇(CH₃CH₂OH)。

3.5 氢氧化铵溶液：1+1。用氢氧化铵(3.3)配制。临用时现配。

3.6 混合酸溶液：盐酸(3.1)0.42mL，冰乙酸(3.2)14.7mL 混合，用水稀释至 200mL。

3.7 钙溶液：1mg/mL。称 0.28g 氯化钙 (CaCl₂) 溶于 100mL 水中，摇匀。

3.8 铬酸钡悬浊液：称 0.5g 铬酸钡(BaCrO₄)溶于 200mL 混合酸溶液(3.6)中，贮于聚乙烯瓶中，用前振摇。

3.9 硫酸盐标准溶液，SO₄²⁻：100mg/L。准确称取无水硫酸钠(Na₂SO₄，在 105℃烘 2h) 0.0740g，用适量水溶解，转入 500mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

4 仪器

一般实验室仪器和

4.1 原子吸收分光光度计。

4.2 铬空心阴极灯。

4.3 乙炔的供气装置。

4.4 空气压缩机，加除油、水及杂质装置。

4.5 过滤器，见下图。

5 采样及样品

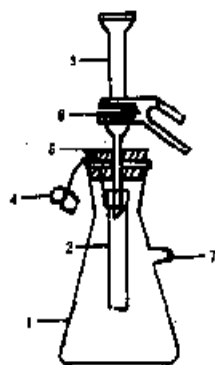
水样采集后，立即用 0.45μm 滤膜抽滤除去悬浮物，贮存于聚乙烯瓶中。

6 操作步骤

6.1 试料

取 10mL 水样置于 25mL 比色管中，如硫酸根含量大于 30mg/L，可适量少取样品，然后加水至 10mL。

6.2 测定



过滤装置图

1—抽滤瓶；2—10mL 比色管；3—带砂芯的玻璃过滤器；
4—比色管塞；5—胶管；6—0.45μm 滤膜；7—接抽气泵

6.2.1 前处理：在试料(6.1)中，依次加入铬酸钡悬浊液(3.7)2mL，氢氧化铵溶液(3.5) 1mL，钙溶液(3.6) 1mL，无水乙醇(3.4)8mL，加水至标线，摇匀。放置 30min 后，用 0.45μm 滤膜抽滤(装置见图 1)于 10mL 干燥比色管中，备测。

6.2.2 测定：遵照仪器使用说明书调节仪器至最佳工作条件，测定滤液的吸光度。

6.3 校准曲线的绘制

在一组 25mL 比色管中，加入硫酸盐标准溶液 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00mL，然后按步骤(6.2.1)进行前处理，并按(6.2.2)中的条件测定其吸光度。

用减去空白的吸光度与相对应的硫酸盐浓度(mg/L)绘制校准曲线。

7 结果计算

硫酸盐含量，由下式给出

$$c = \frac{25}{V} \frac{c'}{V}$$

式中：c 一试样中硫酸盐的浓度，mg/L；

c' 一由校准曲线上查得的浓度，mg/L；

V 一所取试样的体积，mL；

25 一比色管的体积，mL。

8 精密度和准确度

八个实验室测定了三个不同浓度水平的统一样品，硫酸盐含量分别为：4.83, 10.5, 25.7 mg/L。

8.1 重复性

重复性相对标准偏差分别为 3.69%、3.65%和 2.65%。

8.2 再现性

再现性相对标准偏差分别为：7.98%、3.84%和 4.07%。

8.3 准确度：

相对误差分别为：+1.45%、-2.86%和-1.56%。

9 参考文献

GB 13196-1991。