

HZ-HJ-SZ-0071

水质—铁(Ⅱ、Ⅲ) 氰络合物的测定—原子吸收分光光度法

1 范围

本方法规定了测定军火工业废水中铁(Ⅱ、Ⅲ)氰络合物的原子吸收分光光度法。

本方法适用于军火工业品生产厂工厂排出口废水中铁(Ⅱ、Ⅲ)氰络合物含量的测定。

当取样体积为 25mL 时, 铁(Ⅱ、Ⅲ)氰络合物的最低检出浓度为 0.5mg/L; 测定浓度范围为 2~10mg/L。

2 原理

利用亚铁氰根、铁氰酸根均能在乙炔—空气火焰中分解, 使其中的铁元素原子化并在 248.3nm 处有最大吸收的特性, 进行原子吸收分光光度测定。

3 试剂

本方法所用试剂除另有说明外, 均为分析纯试剂; 所用的水为去离子水或具有同等纯度的水。

3.1 硫酸(H_2SO_4)溶液: 1+2 (V/V)。

3.2 硫酸镁($MgSO_4 \cdot 7H_2O$)溶液: 50g/L。

3.3 高锰酸钾($KMnO_4$)溶液: 5g/L。

3.4 氯化钠($NaCl$)溶液: 80g/L。

3.5 氢氧化钠($NaOH$)溶液: 100g/L。

3.6 铁氰化钾 $[K_3Fe(CN)_6]$ 标准溶液。

3.6.1 铁氰化钾溶液标准贮备液: 称取 0.7768g 经 105℃ 烘干 2h 的铁氰化钾, 溶于适量水中, 加入 5mL 氢氧化钠溶液(3.5), 移入 500mL 棕色容量瓶中, 以水稀释至标线, 混匀。保存于暗处。1.00mL 此溶液含铁氰酸根 1.00mg。

3.6.2 铁氰化钾标准使用液: 量取 5.00mL 铁氰化钾标准贮备液于 100mL 棕色容量瓶中, 加水稀释至标线, 混匀。1.00mL 此溶液含铁氰酸根 50.0μg。使用时配制。

3.7 乙炔: 用钢瓶气或由乙炔发生器供给, 纯度不低于 99.6%。

3.8 空气: 一般由气体压缩机供给, 进入燃烧器以前应经过适当过滤, 以除去其中的水、油和其他杂质。

4 仪器

4.1 原子吸收分光光度计。

4.2 铁空心阴极灯。

4.3 仪器工作条件: 不同型号仪器的最佳测试条件不同, 可参照仪器说明书自行选择, 测定波长选择 248.3nm。

4.4 一般实验室仪器: 所有玻璃器皿用前在 1+1 硝酸溶液中浸泡 24h 以上, 然后用水清洗干净。

5 采样与样品

水样采集于玻璃瓶中, 立即用氢氧化钠溶液(3.5)调整其 pH >12, 于 2~5℃ 下冷藏。样品应于 24h 内进行测定。

6 操作步骤

6.1 试料

分别量取两份同体积的均匀试样 (其体积不大于 30mL, 准确至 0.1mL, 含铁(Ⅱ、Ⅲ)氰络合物的量小于 0.25mg) 作为试料。

6.2 空白试验

用同体积的水代替试样, 加入试剂的量及试验步骤与 6.3 条测定相同, 进行空白试验。

6.3 测定

6.3.1 前处理

取试料于 100mL 烧杯中，加水至 30mL，加入 5mL 氢氧化钠溶液(3.5)，于电炉上微热数分钟，待消解完全后，加入 2mL 硫酸镁溶液(3.2)，混匀，取下冷却至室温，移入 50mL 容量瓶中，加水稀释至标线，混匀。

6.3.2 测量

静置片刻后，以干滤纸过滤之。然后用 6.2 条空白试验溶液作参比，将滤液喷入火焰中进行原子吸收分光光度测定。

从校准曲线(6.5.2)上查出试料中含铁氰酸根的量。

6.4 干扰的排除

6.4.1 当试料含银(I)时，应加入氢氧化钠溶液之前，先加 1mL 氯化钠溶液(3.4)，使之形成氯化银沉淀，过滤时，一并除去。

6.4.2 如果试料中含汞(II)，则将样品先用硫酸溶液(3.1)调整至酸性后，滴加高锰酸钾溶液(3.3)至试料呈粉红色，用氢氧化钠溶液(3.5)调整至碱性，再过量 5mL，在电炉上加热消解，可避免汞(II)对测定的干扰。

6.5 校准

6.5.1 标准工作溶液的制备与测量

分别量取 0, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00mL 铁氰化钾标准使用液(3.6.2)于 100mL 烧杯中，在与试料相同测定条件下，按 6.3 条测定步骤，以空白试验(零浓度)溶液为参比，进行其他各浓度标准工作溶液的原子吸收分光光度测定。

6.5.2 校准曲线的绘制

以测定的吸光度和对应的铁氰酸根的量绘制校准曲线。

7 结果计算

铁(II、III)氰络合物含量 c 以铁氰酸根计，按下式计算：

$$c = \frac{m}{V}$$

式中： c —水样中铁(II、III)氰络合物的含量，mg/L；

m —由校准曲线上查得试料中铁氰酸根的量， μg ；

V —试料的体积，mL。

8 精密度和准确度

五个实验室对浓度 2~6mg/L 范围的军火工业废水及加标水样按第 6 条分析步骤进行测定。

8.1 精密度

相对标准偏差范围为 0.4%~3.0%。

8.2 准确度

加标回收率范围为 96%~108%。

9 参考文献

GB/T 13898-1992。