

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

HJ

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/T 342—2007

水质 硫酸盐的测定 铬酸钡分光光度法(试行)

Water quality—Determination of sulfate—barium chromate
spectrophotometry

(发布稿)

2007-03-10 发布

2007-05-01 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	2
8 精密度和准确度	2

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分光光度测定方法。

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。

本标准由国家环境保护总局水和废水监测分析方法编委会组织中国环境监测总站等单位起草。

本标准国家环境保护总局 2007 年 3 月 10 日批准。

本标准自 2007 年 5 月 1 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。本方法适用的浓度范围为 8~200mg/L；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，铬酸根离子呈现黄色，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：150mL。

4.3 加热及过滤装置。

4.4 分光光度计。

5 干扰的消除

水样中碳酸根也与钡离子形成沉淀。在加入铬酸钡之前，将样品酸化并加热以除去碳酸盐。

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。取下后再各加 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。

6.5 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。

6.6 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（mg）；

V —— 取样体积（mL）。

8 精密度和准确度

硫酸盐浓度为 93.83mg/L 的标准混合样品，经五个实验室分析，实验室内相对标准偏差为 0.52%，实验室间相对标准偏差为 3.17%，相对误差为 1.24%；加标回收率为 89.1%~113.9%。