

中华人民共和国国家标准

大气降水中氯化物的测定 硫氰酸汞高铁光度法

GB 13580.9—92

Determination of chloride in wet precipitation—
Ferrithiocyanate spectrophotometry

1 主题内容与适用范围

- 1.1 本标准规定了大气降水中氯化物的硫氰酸汞高铁光度法。
- 1.2 本标准适用于大气降水样品中氯化物测定。
- 1.3 本标准最低检出浓度为0.03 mg/L,测定范围为0.4~6.0 mg/L。

2 引用标准

GB 13580.2 大气降水样品的采集与保存

3 原理

氯离子与硫氰酸汞反应,交换出的硫氰酸根离子与三价铁离子反应,生成红色硫氰酸铁络合物,于波长460 nm处进行分光光度测定。

4 试剂

- 4.1 氯化物标准贮备液:1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。称取2.102 8 g 氯化钾(105℃烘2 h),溶于水,定容至1 000 mL。
- 4.2 氯化物标准使用液:10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。吸取氯化物标准贮备液(4.1)5.00 mL于500 mL容量瓶中,用水稀释到刻度。
- 4.3 高氯酸溶液:(1+2)。量取100 mL高氯酸加入到200 mL水中,摇匀。
- 4.4 硫酸铁铵溶液:60 g/L。称6 g硫酸铁铵($\text{NH}_4\text{FeSO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$),用高氯酸溶液(4.3)溶解,稀释到100 mL。如浑浊应过滤。
- 4.5 硫氰酸钾溶液:40 g/L。称4 g硫氰酸钾(KCNS)溶于水,稀释到100 mL。
- 4.6 硝酸溶液:0.5 mol/L。吸取7.0 mL硝酸用水稀释到200 mL。
- 4.7 硫氰酸汞-乙醇溶液:4 g/L。称0.4 g硫氰酸汞,用无水乙醇配成100 mL溶液。用定性滤纸过滤,收集滤液于棕色瓶中备用。

硫氰酸汞的制备:称5 g硝酸汞($\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶于200 mL硝酸溶液(4.6)中,加3 mL硫酸铁铵溶液(4.4),在搅拌下,滴加硫氰酸钾溶液(4.5)至试验呈微橙红色为止。生成硫氰酸汞白色沉淀,用G3砂芯漏斗(4.3)过滤,并用水充分洗涤(用倾洗法),将沉淀放入干燥器中自然干燥,贮于棕色瓶中。

5 仪器

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 10 mL具塞比色管。

国家环境保护局1992-06-20批准

1993-03-01实施

5.3 G3砂芯漏斗。

6 样品采集与保存

按 GB 13580.2 执行。

7 步骤

7.1 校准曲线的绘制:取10 mL 干燥比色管8支,分别加入氯化物标准使用液(4.2)0,0.30,0.50,1.00,1.50,2.00,2.50,3.00 mL,各加水至10 mL,再向各管加入2.00 mL 硫酸铁铵溶液(4.4),加入硫氰酸汞溶液(4.6)1.00 mL,混匀。室温下放置20 min。于波长460 nm处,用20 mm 吸收池,以水作参比测量吸光度。绘制氯化物的校准曲线。

7.2 样品测定:根据降水中氯化物的含量,吸取5.00 mL 样品于10 mL 干燥比色管中,加水至10 mL,以下按绘制校准曲线的步骤(7.1)进行操作,由测得的吸光度,从校准曲线上查得氯化物含量。

8 分析结果的表述

降水中氯化物(按 Cl^- 计)的浓度以 mg/L 表示,用下式计算:

$$C = \frac{M}{V}$$

式中: C —— 样品中氯化物的浓度,mg/L;

M —— 从校准曲线上查得氯化物的含量, μg ;

V —— 取样体积,mL。

9 精密度和准确度

6个实验室对含 Cl^- 1.00 mg/L, F^- 0.20 mg/L, SO_4^{2-} 6.00 mg/L, NO_3^- 1.20 mg/L, K^+ 2.98 mg/L, Na^+ 0.44 mg/L 的合成水样进行测定,测定结果 Cl^- 的相对标准偏差为4.1%,相对误差为-3.0%。

附加说明:

本标准由国家环境保护局提出。

本标准由中国环境监测总站负责归口和解释。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准主要起草人吴国平、魏复盛。