

中华人民共和国国家标准

GB/T 13580. 9 — 1992

大 气 降 水 中 氯 化 物 的 测 定 硫氰酸汞高铁光度法

Determination of chloride in wet precipitation—
Ferrithiocyanate spectrophotometry

1992-06-20 发布

1993-03-01 实施

国家环境保护局 发布

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/T 13580.9-1992

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 μg/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: $10 \,\mu g/mL$ 。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(NH₄FeSO₄ 12H₂O),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(Hg(NO₃)₂ · H₂O)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。

- 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CI-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, μ g;

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。