

## HZ-HJ-SZ-0141

### 水质—钡的测定—铬酸钡光度法

#### 1 范围

本法适用于测定硫酸盐含量较低的清洁水样。

水样中碳酸根也可与钡离子形成沉淀。在加入铬酸钡之前，将样品酸化并加热可以除去水样中的碳酸盐。

#### 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，过滤以除去沉淀。在碱性条件下，铬酸根离子呈现黄色，可进行光度测定。

#### 3 试剂

3.1 铬酸钡悬浮液：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。将两液共同倾入 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，使成悬浮液，每次使用前混匀。每 5mL 铬酸钡悬浮液可以沉淀约 48g 硫酸根( $SO_4^{2-}$ )。

3.2 1+1 氨水。

3.3 25mol/L 盐酸溶液。

3.4 硫酸盐标准溶液：称取 1.4786g 无水硫酸钠( $Na_2SO_4$ )或 1.8141g 无水硫酸钾( $K_2SO_4$ )，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 250mL。

4.3 加热及过滤装置。

4.4 分光光度计。

#### 5 操作步骤

5.1 分取 50mL 水样，置于 150mL 锥形瓶中。

5.2 另取 150mL 锥形瓶 8 个，分别加入 0、0.25、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00 及 10.0mL 硫酸根标准溶液，加蒸馏水至 50mL。

5.3 向水样及标准溶液中各加 1mL 2.5mol/L 盐酸溶液，加热煮沸 5min 左右。取下后再各加 2.5mL 铬酸钡悬浮液。再煮沸 5min 左右。

5.4 取下锥形瓶，稍冷后，向各瓶逐滴加入 1+1 氨水至呈柠檬黄色，再多加 2 滴。

5.5 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，收集于比色管中，用蒸馏水稀释至标线。

5.6 如用分光光度计，则用 420nm 波长，10mm 比色皿，测量吸光度。

#### 6 结果计算

$$c_{\text{硫酸盐}} (SO_4^{2-}, \text{mg/L}) = M \times 1000 / V$$

式中， $M$ ——由校准曲线查得的  $SO_4^{2-}$  量(mg)；

$V$ ——取水样体积(mL)。

#### 7 精密度和准确度

硫酸盐浓度 93.83mg/L 的标准混合样品，经五个实验室分析，室内相对标准偏差为 0.52%；室间相对标准偏差为 3.17%，相对误差为 1.24%；加标回收率为  $101.5 \pm 12.4\%$ 。

经取 13 个河、湖样品进行检验，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%。

## 8 参考文献

《水和废水监测分析方法》编委会编，水和废水监测分析方法（第三版），pp. 321~322，中国环境科学出版社，北京，1997。