

# 中华人民共和国国家标准

## 水质 硫酸盐的测定 火焰原子吸收分光光度法

GB 13196—91

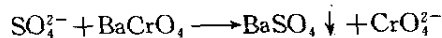
Water quality—Determination of sulphate—  
Flame atomic absorption spectrophotometric method

### 1 主题内容与适用范围

- 1.1 本标准规定了间接测定水中可溶性硫酸盐的火焰原子吸收分光光度法。
- 1.2 本标准适用于地表水、地下水及饮用水可溶性硫酸盐的测定。
- 1.3 本标准的最低检出浓度为 0.4 mg/L,测定上限当取样量为 10 mL 时,是 30 mg/L。当取样量为 1 mL 时,则是 300 mg/L。水样适当稀释,测定范围还可以扩大。
- 1.4  $\text{Pb}^{2+}$  和  $\text{PO}_4^{3-}$  对测定产生干扰,但 10  $\mu\text{g}$  以下的  $\text{Pb}^{2+}$  或  $\text{PO}_4^{3-}$  可允许存在。

### 2 原理

在水-乙醇的氨性介质中,硫酸盐与铬酸钡悬浊液反应,反应式如下:



用原子吸收法测定反应释放出的铬酸根,即可间接算出硫酸盐的含量。所用火焰为空气-乙炔富燃性黄色火焰,测定波长为 359.3 nm。

### 3 试剂

除非另有说明,分析时均使用符合国家标准或专业标准分析纯试剂,去离子水或同等纯度的水。

- 3.1 盐酸(HCl): $\rho=1.19$  g/mL。
- 3.2 冰乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ): $\rho=1.05$  g/mL。
- 3.3 氢氧化铵( $\text{NH}_4\text{OH}$ ): $\rho=0.880$  g/mL。
- 3.4 无水乙醇( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ )。
- 3.5 氢氧化铵溶液:1+1。用氢氧化铵(3.3)配制。临用时现配。
- 3.6 混合酸溶液:盐酸(3.1)0.42 mL,冰乙酸(3.2)14.7 mL 混合,用水稀释至 200 mL。
- 3.7 钙溶液:1 mg/mL。称 0.28 g 氯化钙( $\text{CaCl}_2$ )溶于 100 mL 水中,摇匀。
- 3.8 铬酸钡悬浊液:称 0.5 g 铬酸钡( $\text{BaCrO}_4$ )溶于 200 mL 混合酸溶液(3.6)中,贮于聚乙烯瓶中。使用前振摇。
- 3.9 硫酸盐标准溶液, $\text{SO}_4^{2-}$ :100 mg/L。准确称取无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,在 105  $^\circ\text{C}$  烘 2 h)0.0740 g,用适量水溶解,转入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

### 4 仪器

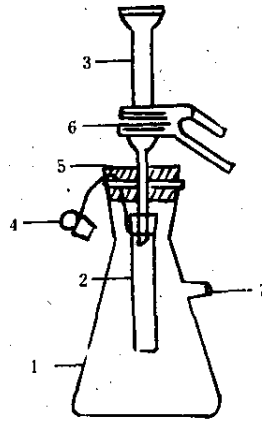
一般实验室仪器和

- 4.1 原子吸收分光光度计。

国家环境保护局 1991-08-31 批准

1992-06-01 实施

- 4.2 铬空心阴极灯。  
 4.3 乙炔的供气装置。  
 4.4 空气压缩机,加除油、水及杂质装置。  
 4.5 过滤器,见下图。



过滤装置图

1—抽滤瓶;2—10 mL 比色管;3—带砂芯的玻璃过滤器;  
 4—比色管塞;5—胶盖;6—0.45 μm 滤膜;7—接抽气泵

## 5 采样及样品

水样采集后,立即用 0.45 μm 滤膜抽滤除去悬浮物,贮存于聚乙烯瓶中。

## 6 步骤

### 6.1 试料

取 10 mL 水样置于 25 mL 比色管中,如硫酸根含量大于 30 mg/L,可适量少取样品,然后加水至 10 mL。

### 6.2 测定

6.2.1 前处理:在试料(6.1)中,依次加入铬酸钡悬浊液(3.7)2 mL,氢氧化铵溶液(3.5)1 mL,钙溶液(3.6)1 mL,无水乙醇(3.4)8 mL,加水至标线,摇匀。放置 30 min 后,用 0.45 μm 滤膜抽滤(装置见图 1)于 10 mL 干燥比色管中,备测。

6.2.2 测定:遵照仪器使用说明书调节仪器至最佳工作条件,测定滤液的吸光度。

### 6.3 校准曲线的绘制

在一组 25 mL 比色管中,加入硫酸盐标准溶液 0,0.50,1.00,1.50,2.00,2.50,3.00 mL,然后按步骤(6.2.1)进行前处理,并按(6.2.2)中的条件测定其吸光度。

用减去空白的吸光度与相对应的硫酸盐浓度(mg/L)绘制校准曲线。

## 7 分析结果的表述

### 7.1 硫酸盐含量,由下式给出:

$$c = \frac{25c'}{V}$$

式中:  $c$ ——试样中硫酸盐的浓度,mg/L;

$c'$ ——由校准曲线上查得的浓度,mg/L;

$V$ ——所取试样的体积,mL;

25——比色管的体积,mL。

7.2 硫酸盐含量,用回归方程计算。

## 8 精密度和准确度

八个实验室测定了三个不同浓度水平的统一样品,硫酸盐含量分别为:4.83,10.5,25.7 mg/L。

### 8.1 重复性

重复性相对标准偏差分别为:3.69%、3.65%和 2.65%。

### 8.2 再现性

再现性相对标准偏差分别为:7.98%、3.84%和 4.07%。

### 8.3 准确度

相对误差分别为:+1.45%、-2.86%和-1.56%。

---

### 附加说明:

本标准由国家环境保护局科技标准司标准处提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准主要起草人刘京、魏复盛。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。