

中华人民共和国国家标准

水质 铁(Ⅱ、Ⅲ)氰络合物的测定 原子吸收分光光度法

GB/T 13898—92

Water quality—Determination of ferro and ferric cyanic
complex—Atom absorption spectrophotometry

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了测定火工品工业废水中铁(Ⅱ、Ⅲ)氰络合物的原子吸收分光光度法。

1.2 适用范围

1.2.1 本标准适用于火工品生产厂工厂排出口废水中铁(Ⅱ、Ⅲ)氰络合物含量的测定。

1.2.2 当取样体积为 25 mL 时,铁(Ⅱ、Ⅲ)氰络合物的最低检出浓度为 0.5 mg/L;测定浓度范围为 2~10 mg/L。

2 原理

利用亚铁氰根、铁氰酸根均能在乙炔-空气火焰中分解,使其中的铁元素原子化并在 248.3 nm 处有最大吸收的特性,进行原子吸收分光光度测定。

3 试剂

本标准所用试剂除另有说明外,均为分析纯试剂;所用的水为去离子水或具有同等纯度的水。

3.1 硫酸(H_2SO_4)溶液:1+2(V/V)。

3.2 硫酸镁($MgSO_4 \cdot 7H_2O$)溶液:50 g/L。

3.3 高锰酸钾($KMnO_4$)溶液:5 g/L。

3.4 氯化钠($NaCl$)溶液:80 g/L。

3.5 氢氧化钠($NaOH$)溶液:100 g/L。

3.6 铁氰化钾($K_3Fe(CN)_6$)标准溶液。

3.6.1 铁氰化钾标准贮备液:称取 0.776 8 g 经 105 °C 烘干 2 h 的铁氰化钾,溶于适量水中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(3.5),移入 500 mL 棕色容量瓶中,以水稀释至标线,混匀。保存于暗处。1.00 mL 此溶液含铁氰酸根 1.00 mg。

3.6.2 铁氰化钾标准使用液:量取 5.00 mL 铁氰化钾标准贮备液于 100 mL 棕色容量瓶中,加水稀释至标线,混匀。1.00 mL 此溶液含铁氰酸根 50.0 μ g。使用时配制。

3.7 乙炔:用钢瓶气或由乙炔发生器供给,纯度不低于 99.6%。

3.8 空气:一般由气体压缩机供给,进入燃烧器以前应经过适当过滤,以除去其中的水、油和其他杂质。

4 仪器

4.1 原子吸收分光光度计。

国家环境保护局 1992-12-02 批准

1993-09-01 实施

4.2 铁空心阴极灯。

4.3 仪器工作条件：不同型号仪器的最佳测试条件不同，可参照仪器说明书自行选择，测定波长选择 248.3 nm。

4.4 一般实验室仪器：所用玻璃器皿用前在 1+1 硝酸溶液中浸泡 24 h 以上，然后用水清洗干净。

5 采样与样品

水样采集于玻璃瓶中，立即用氢氧化钠溶液(3.5)调整其 pH>12，于 2~5℃ 下冷藏。样品应于 24 h 内进行测定。

6 分析步骤

6.1 试料

分别量取两份同体积的均匀试样〔其体积不大于 30 mL，准确至 0.1 mL，含铁(Ⅰ、Ⅲ)氰络合物的量小于 0.25 mg〕作为试料。

6.2 空白试验

用同体积的水代替试样，加入试剂的量及试验步骤与 6.3 条测定相同，进行空白试验。

6.3 测定

6.3.1 前处理

取试料于 100 mL 烧杯中，加水至 30 mL，加入 5 mL 氢氧化钠溶液(3.5)，于电炉上微热数分钟，待消解完全后，加入 2 mL 硫酸镁溶液(3.2)，混匀，取下冷却至室温，移入 50 mL 容量瓶中，加水稀释至标线，混匀。

6.3.2 测量

静置片刻后，以干滤纸过滤之。然后用 6.2 条空白试验溶液作参比，将滤液喷入火焰中进行原子吸收分光光度测定。

从校准曲线(6.5.2)上查出试料中含铁氰酸根的量。

6.4 干扰的排除

6.4.1 当试料含银(Ⅰ)时，应在加入氢氧化钠溶液之前，先加 1 mL 氯化钠溶液(3.4)，使之形成氯化银沉淀，过滤时，一并除去。

6.4.2 如果试料中含汞(Ⅱ)，则将样品先用硫酸溶液(3.1)调整至酸性后，滴加高锰酸钾溶液(3.3)至试料呈粉红色，用氢氧化钠溶液(3.5)调整至碱性，再过量 5 mL，在电炉上加热消解，可避免汞(Ⅱ)对测定的干扰。

6.5 校准

6.5.1 标准工作溶液的制备与测量

分别量取 0, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 铁氰化钾标准使用液(3.6.2)于 100 mL 烧杯中，在与试料相同测定条件下，按 6.3 条测定步骤，以空白试验(零浓度)溶液为参比，进行其他各浓度标准工作溶液的原子吸收分光光度测定。

6.5.2 校准曲线的绘制

以测定的吸光度和对应的铁氰酸根的量绘制校准曲线。

7 结果的表示

铁(Ⅰ、Ⅲ)氰络合物含量 c 以铁氰酸根计，按下式计算：

$$c = \frac{m}{V}$$

式中： c ——水样中铁(Ⅰ、Ⅲ)氰络合物的含量，mg/L；

m ——由校准曲线上查得试料中铁氰酸根的量, μg ;

V ——试料的体积, mL。

8 精密度和准确度

五个实验室对浓度 2~6 mg/L 范围的火工品工业废水及加标水样按第 6 章分析步骤进行测定。

8.1 精密度

相对标准偏差范围为 0.4%~3.0%。

8.2 准确度

加标回收率范围为 96%~108%。

附加说明:

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。

本标准由国家环境保护局负责解释。

本标准由西安庆华电器制造厂、合川华川机械厂负责起草。

本标准主要起草人朱正明、牛秀英、魏应雄。