

· 工作经验 ·

# 消除水中硫酸盐测定干扰的方法

刘琳娟, 张琪

(南通市环境监测中心站, 江苏 南通 226006)

**摘要:** 铬酸钡间接原子吸收法测定水中硫酸盐时, 样品的稀释倍数、盐度、酸度对测定结果影响较大。通过试验得出消除干扰的方法, 使得测定结果准确、可信。

**关键词:** 硫酸盐; 酸度; 稀释; 测定

中图分类号: O657.31

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2007)03-0052-02

## The Methods of Remove Interferences in Determination of Sulphate

LU Lin-juan, ZHANG Qi

(Nantong Environmental Monitoring Station, Nantong, Jiangsu 226006 China)

**Abstract** The sample dilution multiple, salinity and acidity heavily influence the detecting result of sulfate determined by complex acid barium indirect flame atomic absorption spectrometry. The measures gotten from experimental tests to eliminate those interferences make the determining results correct and credible.

**Key words** Sulfate; Acidity; Dilution; Determination

高盐度、高酸度的废水, 会干扰硫酸盐的测定<sup>[1]</sup>, 因此如何消除盐度、酸度干扰, 对保证硫酸盐测定的准确性尤其重要。

### 1 仪器、试剂和方法

#### 1.1 仪器

AA 100 原子吸收分光光度计, 美国 PE 公司。

#### 1.2 试剂

混合酸: 浓盐酸 0.42 mL, 冰乙酸 14.7 mL, 混合, 用水稀释到 200 mL; 铬酸钡悬浊液: 称 0.5 g 铬酸钡溶于 200 mL 混合酸中, 得悬浊液, 贮于聚乙烯瓶; 氯化钙溶液: 质量浓度 1 g/L; 体积分数为 50% 氨水溶液: 现用现配; 无水乙醇。

#### 1.3 实验方法

参照《水质 硫酸根 铬酸钡间接原子吸收法》(GB 13196-91)。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 样品稀释倍数对测定值的影响

根据铬酸钡间接原子吸收法测定硫酸根的原理, 硫酸盐需转化为硫酸钡, 并释放出铬酸根用于

测定<sup>[2]</sup>。样品中硫酸根质量浓度高, 经稀释后仍超过 600 mg/L<sup>[3]</sup>, 测得的硫酸根的值会偏低。表 1 为江苏启东港的水样在不同稀释倍数时, 6 次平行样品的测定值。

表 1 水样不同稀释倍数的硫酸根测定均值 mg/L

稀释倍数	3 倍	100 倍
北岸	102	1 820
中岸	109	1 960
南岸	103	2 580

样品稀释后加入铬酸钡等试剂, 虽然稀释液中硫酸根质量浓度 < 600 mg/L, 但从稀释液颜色可以判断硫酸根含量超过测定工作曲线的上限浓度。为了节省抽滤工时, 用空白液对该稀释液进一步稀释, 可使得测定结果与充分稀释后且硫酸根质量浓度在工作曲线浓度范围内的测定结果一致。

#### 2.2 样品氯离子对测定值的影响

收稿日期: 2006-01-13 修订日期: 2007-03-04

作者简介: 刘琳娟 (1979-), 女, 江苏南通人, 助理工程师, 学士, 从事环境监测仪器分析工作。

对于未知盐度的水样, 可以用水中的电导率来快速估算氯化物含量的高低。若水样中氯离子质量浓度高, 要采用硝酸银滴定法来准确测定氯离子质量浓度, 将样品测定前充分稀释, 否则样品硫酸根的测定结果会偏高。

氯离子质量浓度高于 200 mg/L 时, 会对测定产生正干扰<sup>[2]</sup>。表 2 为样品中氯离子质量浓度为  $1.70 \times 10^4$  mg/L, 不同稀释倍数时硫酸根的测定值。从表 2 中可以看出, 只有氯离子质量浓度 < 200 mg/L<sup>[1]</sup> 时, 测定值才准确可信。

表 2 高质量浓度氯离子样品不同稀释倍数时

硫酸根的测定结果 mg/L

稀释倍数	50倍	100倍	200倍
测定值	1 190	705	711

### 2.3 酸度的影响

根据《水质 硫酸盐的测定 重量法》(GB 11899-89), 样品的酸度过高会使硫酸钡沉淀的溶解度增大。在过滤时, 溶液中被除去的铬酸钡就会增多, 从而被硫酸根所取代出的铬酸离子减少。若此时参照分析步骤测定, 样品结果会偏低。通常在样品加入铬酸钡的操作过程中, 一旦发现溶液出

现亮黄色, 说明该样品的酸度较大, 需要调节 pH 值<sup>[4]</sup>。若滴加氨水, 使样品 pH 值趋于中性, 就能保证样品测定值准确。

### 3 结语

测定环境水样品特别是工业废水样品中的硫酸盐, 会受样品浓度、盐度、酸度等多种因素的干扰。将样品充分稀释, 可以避免因样品硫酸盐含量过高造成的测定结果偏低和高盐度干扰造成的测定结果偏高。对于酸度过大的样品, 可以滴加氨水, 控制反应溶液的酸度, 让其呈弱酸性, 使样品硫酸根的测定结果准确可靠。

#### [参考文献]

(上接第 15 页)

低于  $0.02 \text{ mg/m}^3$ 。在检测的 27 种 VOCs 中, 有 85.2% 的本底质量浓度低于  $0.5 \text{ } \mu\text{g/m}^3$ , 表明各采样点的本底浓度差异小, 能够较准确地模拟室内污染物的释放过程与规律。由于特定设计的原因, 该环境模拟箱具备良好的密封性、混合度, 在相当范围内, 具备控制环境条件(温度、湿度、换气量等)的能力; 配套的清洁气体供应系统能提供洁净气体, 基本上能为相关的科研提供特定室内条件下的模拟条件; 模拟实际情况时, 可以测试室内建筑装饰材料组合使用、实际用量下污染物释放规律, 还可以研究室内污染物的源汇相互作用。

#### [参考文献]

- [1] BROWN S K. Chamber assessment of formaldehyde and VOC emissions from wood-based panels [J]. Indoor air, 1999, 9: 209-215.
- [2] GODISH T. Measurement of indoor contaminants and indoor environmental quality. Lewis publishers [M]. Michigan, USA, 2001, 293.

- [1] 陶钢, 牛星梅, 许立峰. 离子色谱法测定地表水中阴离子体系的研究 [J]. 环境监测管理与技术, 1999, 11(1): 24-26.
- [2] 孙智敏, 张德强, 孙汉文. 火焰原子吸收光度法测定水中硫酸盐 [J]. 理化检验-化学分册, 2005, 43(8): 39-40, 42.
- [3] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 4版. 北京: 中国环境科学出版社, 2002: 165-167.
- [4] 王云, 王海燕, 王新滨, 等. 饮用水中硫酸盐的铬酸钡测定法的改进 [J]. 职业与健康, 2005, 21(9): 55-56.

- [3] MYERS G E. The effects of temperature and humidity on formaldehyde emission from UF-bonded boards: a literature critique [J]. Forest Products Journal, 1985, 35: 20-31.
- [4] HOWARD E M, MASON M A, FORTMANN R, et al. Large indoor air test chamber characterization. proceedings of the engineering solutions to indoor air quality problems symposium [J/O]. V P-75, Air & Waste Management Association, July 1997, <http://www.epa.gov/appcdwww/iemb/publications.htm>.
- [5] HOWARD E M, MASON M A, ZHANG J S, et al. A comparison of design specifications for three environmental chambers. In engineering solutions to indoor air quality problems [J]. V P-51, Air & Waste Management Association, Pittsburgh, 1995: 61-70.
- [6] D5116-97. Standard Guide for Small-Scale Environmental Chamber Determinations of Organic Emissions From Indoor Materials/Products [S].
- [7] 封跃鹏, 张太生. 室内空气污染概述 [J]. 环境监测管理与技术, 2002, 14(3): 17-20.
- [8] 曾海东, 张寅平, 王庆苑, 等. 用密闭小室测定建材 VOC 散发特性 [J]. 清华大学学报(自然科学版), 2004, 44(6): 778-781.
- [9] 秦华鹏, 刘阳生. 室内环境中挥发性有机物释放过程的数学模型 [J]. 环境污染与防治, 2006, 28(2): 96-99.