

中华人民共和国国家标准

水质 钡的测定
电位滴定法

GB/T 14671—93

Water quality—Determination of barium—
Potentiometric titration method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定废水中钡的电位滴定法。

本标准适用于化工、机械制造、颜料等行业工业废水中可溶性钡的测定。

本方法的测量范围为 47.1~1 180 μg ,最低检出限为 28 μg 。

锶离子含量超过钡含量 2 倍时,钙离子含量超过钡含量 150 倍时,对测定有干扰,且使终点电位突跃不明显。锂、钾、铵离子含量超过钡含量 50 倍时,产生干扰。

2 原理

聚乙二醇及其衍生物与钡离子形成阳离子,该离子能与四苯硼钠定量反应。以四苯硼酸根离子电极指示终点,用四苯硼钠溶液作滴定剂进行电位测定,到达终点时电位产生突跃。

3 试剂

本标准所用试剂除另有说明外,分析时均使用符合国家标准或行业标准的水或同等纯度的水。

3.1 硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$):使用前将硫化钠用水清洗干净,用滤纸吸干,放玻璃瓶内备用。

3.2 聚乙二醇 1 000 溶液:10 mg/mL。将 10 g 聚乙二醇 1 000($\text{HO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH}$)溶于 1 000 mL 水中,存放在聚乙烯瓶中(也可用聚乙二醇 1 500)。

3.3 钡标准溶液:0.500 mg/mL。将 0.758 1 g 光谱纯氯化钡(BaCl_2)溶于水中,移入 1 000 mL 容量瓶,用水稀至标线,混匀。

3.4 四苯硼钠滴定溶液:0.010 0 mol/L。

3.4.1 配制

将 3.422 4 g 四苯硼钠($(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{BNa}$)溶解于水中,移入 1 000 mL 容量瓶,用水稀至标线,混匀。

3.4.2 标定

取 1 mL 钡标准溶液(3.3)于 50 mL 烧杯中,加入 20 mL 聚乙二醇 1 000 溶液(3.2),放入搅拌子,将烧杯放入磁力搅拌器上,插入四苯硼酸根电极和 217 型双液接参比电极,搅拌下,用四苯硼钠滴定液(3.4)滴定,根据电位突跃判断终点。

四苯硼钠滴定度 T ,〔每毫升四苯硼钠相当于钡的质量(mg)〕由式(1)求出:

$$T = \frac{1 \times 0.500}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中: T ——四苯硼钠滴定度,每毫升四苯硼钠相当于钡的质量;

国家环境保护局 1993-09-18 批准

1994-05-01 实施

V —— 四苯硼钠滴定量, mL。

- 3.5 氢氧化钠(NaOH)溶液: 1% (m/m)。
- 3.6 硝酸(HNO_3)溶液: 1% (V/V)。
- 3.7 硝酸钠(NaNO_3)溶液: $c(\text{NaNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。
- 3.8 碳酸氢钠(NaHCO_3)溶液: $c(\text{NaHCO}_3) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。
- 3.9 四苯硼酸根离子电极内充液、四苯硼钠滴定溶液(3.4)和碳酸氢钠溶液(3.8)等体积混合。

4 仪器

常用实验室仪器和

- 4.1 四苯硼酸根离子电极。
- 4.2 217型双液接参比电极[外盐桥充硝酸钠溶液(3.7)]。
- 4.3 离子计或电位滴定仪。
- 4.4 磁力搅拌器。
- 4.5 滴定管: 2 mL, 分刻度至0.01 mL。

5 采样和样品

本法测定可溶性钡, 水样采集后, 立即用 $\phi 0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤, 然后用氢氧化钠溶液(3.5)或硝酸溶液(3.6)调节 pH 至6, 并将该水样存放于聚乙烯瓶中, 室温下保存。

6 步骤

6.1 试样体积的选择

视试样中含钡量而定, 最低可检出至 $28 \mu\text{g}$ 。

6.2 空白试验

取试样同样量的水, 以与试样测定完全相同的步骤、试剂和用量进行平行操作。

6.3 干扰的排除

一般试样不需预处理, 如试样中存在铅离子时, 取100 mL 试样入烧杯中, 加入少许固体硫化钠(3.1), 数分钟澄清后过滤, 弃去最初过滤的20 mL。

6.4 电极的准备

按说明书分别将电极内充液(3.9)、(3.7)加入到四苯硼酸根电极(4.1)和217型双液接参比电极(4.2)的套管中, 并将电极组装好, 浸入盛有去离子水的烧杯中清洗至空白电位。电极的插头与离子计的插孔连接好。

6.5 测定

用移液管吸取一定量的试样于50 mL 烧杯中, 加入20 mL 聚乙二醇1 000溶液(3.2), 放入搅拌子, 将烧杯放在磁力搅拌器上, 插入四苯硼酸根电极(4.1)和217型双液接参比电极(4.2), 搅拌下, 用四苯硼钠滴定溶液(3.4)滴定。根据电位突跃判断终点。

7 结果的表述

钡含量 C (mg/L) 用式(2)计算:

$$C = \frac{T \times V_t}{V} \times 1\,000 \dots\dots\dots (2)$$

式中: T —— 滴定度, 每毫升四苯硼钠相当于钡的质量;

V_t —— 四苯硼钠滴定液用量, mL;

V —— 水样体积, mL。

8 精密度与准确度

六个实验室分析统一分发的365 mg/L 钡标准溶液,五个实验室分析统一分发的36.5 mg/L 钡标准溶液结果如下:

8.1 重复性

变异系数分别为1.78%和1.13%。

8.2 再现性

变异系数分别为1.84%和1.51%。

8.3 准确度

相对误差分别为0.27%和0.27%。

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。

本标准由上海市环境保护科学研究所负责起草。

本标准主要起草人华秀。

本标准由中国环境监测总站负责解释。