

本电子版为发布稿。请以中国环境科学出版社出版的正式标准文本为准。

HJ

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/T 343—2007

水质 氯化物的测定 硝酸汞滴定法(试行)

Water quality—Determination of chloride—mercury
nitrate titration

(发布稿)

2007-03-10 发布

2007-05-01 实施

国家环境保护总局 发布

目 次

前言	II
1 适用范围	1
2 原理	1
3 试剂	1
4 仪器	2
5 干扰的消除	2
6 测定	2
7 结果的计算	3
8 精密度和准确度	3

前 言

为规范《地表水环境质量标准》(GB3838-2002)的实施工作,制定本试行标准。

本标准规定了地表水、地下水及经过预处理后,能消除干扰的废水的水样中氯化物的硝酸汞滴定法。

本标准适用于地表水、地下水及经过预处理后,能消除干扰的废水的水样中氯化物的测定。

本标准为首次制订。

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准由国家环境保护总局水和废水监测分析方法编委会组织中国环境监测总站等单位起草。

本标准国家环境保护总局 2007 年 3 月 10 日批准。

本标准自 2007 年 5 月 1 日起实施。

本标准由国家环境保护总局解释。

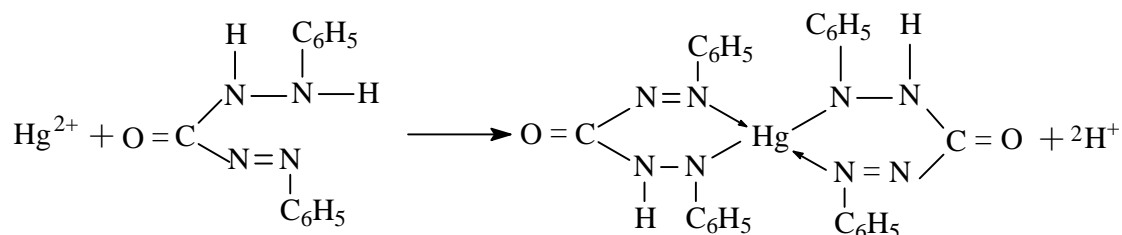
水质 氯化物的测定 硝酸汞滴定法

1 适用范围

本标准适用于地表水、地下水中氯化物的测定及经过预处理后，能消除干扰的其他类型废水水样中氯化物的测定。本方法适用的浓度范围为 2.5-500mg/L。曾选取有代表性的江、河、湖、库水样检验本法对地表水的适用性。13 个样品测定结果统计表明，氯离子浓度范围 2-290mg/L 时，相对标准偏差为 0.03-3.37%，加标回收率为 86-102.33%。

2 原理

酸化了的样品(pH=3.0—3.5)以硝酸汞进行滴定时，与氯化物生成难离解的氯化汞。滴定至终点时，过量的汞离子与二苯卡巴腓(Diphenylcarbazone)生成蓝紫色的二苯卡巴腓的汞络合物指示终点。反应如下：



3 试剂

本标准所用试剂除另有注明外，均为符合国家标准的分析纯化学试剂；实验用水为新制备的去离子水。

3.1 氯化钠标准溶液 (NaCl=0.0250mol/L)：将氯化钠置于坩埚中，在 500-600℃加热 40-50min。冷却后称取 1.461g 溶于蒸馏水中，移入 1000mL 容量瓶中稀释到标线。

3.2 氯化钠标准溶液 (NaCl=0.0141mol/L)：将氯化钠置于坩埚中，在 500-600℃加热 40-50min。冷却后称取 8.248g 溶于蒸馏水，置 1000mL 容量瓶中，用水稀释至标线。吸取 10.0mL，用水定容至 100mL，此溶液每毫升含 0.500mg 氯化物 (Cl⁻)。

3.3 硝酸汞标准溶液[1/2Hg(NO₃)₂=0.0250mol/L]：溶解 4.283g 硝酸汞[Hg(NO₃)₂·H₂O]于 50mL 用 0.5mL 浓硝酸酸化了的蒸馏水中，移入 1000mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至标线，有混浊时过滤，以 0.0250mol/L 氯化钠标准溶液 (3.1) 标定之。贮存于棕色瓶中。

3.4 硝酸汞标准溶液[1/2Hg(NO₃)₂=0.0141mol/L]：溶解 2.416g 硝酸汞[Hg(NO₃)₂·H₂O]于 25mL 用 0.25mL 浓硝酸酸化了的蒸馏水中，移入 1000mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至标线，有混浊时过滤。用 0.0141mol/L 氯化钠标准溶液 (3.2) 标定之。贮存棕色瓶中。按氯化物浓度范围选用硝酸汞标准溶液浓度，以便控制滴定量并扩大测定浓度范围，如下表所示：

氯化物浓度 (mg/L)	硝酸汞浓度 (mol/L)
≥20	0.141
20—5.0	0.0250
5.0—2.5	0.0141
<0.1 (浓缩至 2.5)	0.0141

3.5 混合指示液：溶解 0.5g 结晶二苯卡巴脲和 0.05g 溴酚蓝 (Bromophenol blue) 粉末于 75mL95% 乙醇中，并用 95% 乙醇稀释至 100mL。贮存于棕色瓶中，可保存 6 个月。

3.6 硝酸溶液：3% 硝酸水溶液。

3.7 氢氧化钠溶液，1%：溶解 1g 氢氧化钠 (NaOH) 于水中，用水稀释至 100mL。

3.8 氢氧化铝悬浮液：溶解 125g 硫酸铝钾 $[KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ 或硫酸铝铵 $[NH_4Al(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ 于 1L 蒸馏水中，加热至 60℃，然后边搅拌边缓缓加入 55mL 氨水。放置约 1h 后，移至一个大瓶中，用倾斜法反复洗涤沉淀物，直至洗涤液不含氯离子为止。加水至悬浮液体积为 1L。

3.9 过氧化氢：30% 过氧化氢水溶液。

3.10 对苯二酚溶液，1%：溶解 1g 对苯二酚 (Hydroquinone) 于水中，用水稀释至 100mL。

4 仪器

4.1 锥形瓶：250mL。

4.2 微量滴定管：1mL，5mL。

5 干扰的消除

饮用水中的各种物质在通常的浓度下不发生干扰；溴化物和碘化物像氯化物一样被滴定；铬酸盐、高铁和亚硫酸盐离子含量超过 10mg/L 时，对滴定有干扰；锌、铅、溴、亚铁及三价铬离子的存在，对滴定终点的色度有影响，但它们即使含量高达 100mg/L 时，也不致影响准确度；铜的允许限为 50mg/L；硫化物有干扰；季铵盐达 1-2mg/L 时有干扰；深的色度也形成干扰。

所述重金属离子含量在 100mg/L 时，对滴定终点颜色的影响，应由操作人员配制相应的标准溶液，通过实验掌握终点颜色变化情况，以消除其影响。还可于指示剂中加入一种背景色的子种绿染料 (Alphazurine)，以改善终点变色的敏锐性。高铁及六价铬离子的干扰用对苯二酚还原消除；硫化物干扰用过氧化氢消除。

6 测定

6.1 若水样带有颜色，则取 150mL 水样，置于 250mL 锥形瓶内，或取适当的水样稀释至 150mL。加入 2mL 氢氧化铝悬浮液 (3.8)，振荡过滤，弃去最初滤出的 20mL。

6.2 若水样中含有硫化物，则加氢氧化钠溶液将水调节至中性或弱碱性，加入 1mL30% 过氧化氢 (3.9)，摇匀。1min 后，加热至 70℃—80℃，以除去过量的过氧化氢。

6.3 若水样含有高铁离子或铬酸盐离子，可加 2mL 新配制的对苯二酚溶液 (3.10)。

6.4 若无以上各种干扰，步骤 6.1，6.2，6.3 可省去。

6.5 取 50mL 水样或经过预处理的水样置于锥形瓶中，另取一锥形瓶加入 50mL 蒸馏水作空白试验。

6.6 加 5-10 滴混合指示液 (3.5)，摇匀。

6.7 若试样呈蓝色或红色，则滴加 3% 硝酸溶液 (3.6) 直到溶液转变为黄色后，再多加 1mL。

6.8 若试样加指示液后立即出现黄色，则滴加 1% 氢氧化钠溶液 (3.7) 至溶液变为蓝色后，逐滴加入硝酸溶液，按上述 6.7 法调节酸度，仔细调节 PH 为 3.0—3.5。

6.9 用 0.025mol/L 硝酸汞标准溶液 (3.3) 滴定至蓝紫色即为终点。若氯化物浓度小于 2.5mg/L, 则改用 0.0141mol/L 硝酸汞标准溶液 (3.4) 滴定, 并使用容量为 1mL 的微量滴定管进行。若氯化物浓度小于 0.1mg/L, 则取适量水样浓缩至大于 2.5mg/L 后滴定。用同法滴定一个蒸馏水空白。

7 结果的计算

氯化物的含量按下式计算:

$$\text{氯化物 (Cl}^{-}\text{, mg/L)} = \frac{(V_2 - V_1) \times c \times 35.45 \times 1000}{V}$$

式中: V_1 ——蒸馏水消耗硝酸汞标准溶液体积 (mL);

V_2 ——水样消耗硝酸汞标准溶液体积 (mL);

c ——硝酸汞标准溶液浓度 (mol/L);

V ——水样体积 (mL);

35.45——氯离子 (Cl⁻) 摩尔质量 (g/mol)。

8 精密度和准确度

氯化物浓度为 88.29mg/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 0.04%; 室内相对标准偏差为 1.02%, 相对误差为 0.43%; 加标回收率为 100.13%~101.07%。