

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市污水 硫酸盐的测定
重量法

CJ/T 61—1999

Municipal sewage—Determination of sulphate
—Gravimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用重量法测定城市污水中硫酸盐。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中硫酸盐的测定。

1.1 测定范围

本方法测定硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)的浓度范围为 5~1 000 mg/L。

1.2 干扰

凡是酸不溶物均干扰测定,在用氯化钡进行沉淀之前将样品用盐酸酸化、过滤,去除干扰。

2 方法原理

样品中硫酸根(SO_4^{2-})与钡离子(Ba^{2+})反应生成硫酸钡(BaSO_4)沉淀,以硫酸钡的重量计算出硫酸根的重量。

3 试剂和材料

均用分析纯试剂和蒸馏水或去离子水。

3.1 50%(V/V)盐酸溶液

盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)与水等体积混合。

3.2 1%(V/V)盐酸溶液

取 1 mL 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)于 100 mL 水中。

3.3 5%(m/V)氯化钡溶液

称取 5 g 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 100 mL 水。

3.4 1%(m/V)硝酸银溶液

称取 1 g 硝酸银(AgNO_3)溶于 100 mL 水。

4 仪器

4.1 箱式电阻炉。

4.2 电热板。

4.3 分析天平。

5 样品

为防止样品中微生物分解 SO_4^{2-} ,采样后两天内进行分析。

6 分析步骤

6.1 取 200 mL 实验室样品作为试料(若 SO_4^{2-} 超过 1 000 mg/L 时相应减少取样量)放入 400 mL 烧杯,加 10 mL 盐酸溶液(3.1),盖上表面皿,置电热板加热至沸,稍冷,用定性滤纸过滤,用热水洗涤烧杯及滤纸 4~5 次,弃去沉淀,滤液待测定。

6.2 将滤液置电热板加热至 80~90℃,趁热用玻璃棒边搅动,边滴加 10 mL 氯化钡溶液(3.3),然后使溶液控制在 80~90℃ 保温 2 h 左右,冷却后用慢速定量滤纸过滤,用盐酸溶液(3.2)洗涤烧杯及滤纸 2~3 次,再用热水将沉淀全部洗入漏斗,继续用热水洗涤至无氯离子为止(用 1% 硝酸银溶液(3.4)检验)。

6.3 将滤纸包好沉淀,放入经 800~850℃ 灼烧并已称重的瓷坩埚中,低温烘干后,电炉上灰化,然后放入箱式电阻炉内,坩埚盖与坩埚口留有缝隙,于 800~850℃ 灼烧 30 min,取出,稍冷后,盖好盖子,放入干燥器中冷却至室温(约 30 min),称至恒重。

7 分析结果的表示

硫酸盐含量 c (mg/L)用下式计算:

$$c = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.4116}{V} \times 1000$$

式中: m_2 ——坩埚加硫酸钡质量,mg;

m_1 ——坩埚质量,mg;

0.4116—— $\frac{\text{SO}_4^{2-}}{\text{BaSO}_4}$;

V ——试料体积,mL。

附加说明:

本标准由中华人民共和国建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部水质标准技术归口单位中国市政工程中南设计院归口。

本标准由上海市城市排水管理处、上海市城市排水监测站负责起草。

本标准主要起草人卢瑞仁。

本标准委托上海市城市排水监测站负责解释。