

UDC 614.777
Z 16



中华人民共和国国家标准

GB/T 13897—92

水质 硫氰酸盐的测定 异烟酸-吡唑啉酮分光光度法

Water quality—Determination of thiocyanate—
Isonicotinic acid-pyrazolone spectrophotometry

1992-12-02 发布

1993-09-01 实施

国家环境保护局
国家技术监督局

发布

中华人民共和国国家标准

水质 硫氰酸盐的测定 异烟酸-吡唑啉酮分光光度法

GB/T 13897—92

Water quality—Determination of thiocyanate—
Isonicotinic acid-pyrazolone 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硫氰酸盐的异烟酸-吡唑啉酮分光光度法。

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硫氰酸盐含量的测定。

1.2.2 当取样体积为 100 mL, 比色皿厚度为 10 mm 时, 硫氰酸根的最低检出浓度为 0.04 mg/L; 测定范围为 0.15~1.5 mg/L。

1.2.3 汞氰络合物的含量超过 1 mg/L 时, 对测定有一定干扰。

2 原理

在中性介质中, 于 50℃ 条件下, 样品中硫氰酸根与氯胺 T 反应生成氯化氰, 再与异烟酸作用, 经水解后生成戊烯二醛, 最后与吡唑啉酮缩合生成蓝色染料, 在 638 nm 波长处进行分光光度测定。

3 试剂

本标准所用试剂均为分析纯试剂; 所用的水为去离子水或具有同等纯度的水。

3.1 亚硫酸钠(Na_2SO_3)。

3.2 硫酸(H_2SO_4)溶液: 1+3(V/V)。

3.3 乙酸(CH_3COOH)溶液: 1+4(V/V)。

3.4 氢氧化钠(NaOH)溶液: 100 g/L。

3.5 磷酸钠($\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)溶液: 100 g/L。

3.6 磷酸盐缓冲溶液: 称取磷酸二氢钾(KH_2PO_4)34.0 g, 磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)35.5 g, 以水溶解, 并稀释至 1 L。

3.7 氯胺 T($\text{C}_7\text{H}_7\text{SO}_2\text{NCINa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶液: 10 g/L, 临用时配制。

3.8 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)溶液: 25 g/L。

3.9 异烟酸-吡唑啉酮显色溶液。

3.9.1 异烟酸溶液: 15 g/L。1.5 g 异烟酸($\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$)溶于 24 mL 浓度为 20 g/L 的氢氧化钠溶液中, 加水稀释至 100 mL, 混匀。于棕色瓶中避光保存。

3.9.2 吡唑啉酮溶液: 12.5 g/L。0.25 g 3-甲基-1-苯基-5-吡唑啉酮($\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}$)溶解于 20 mL 二甲基甲酰胺($\text{HCON}(\text{CH}_3)_2$)中, 于棕色瓶中避光保存。

临用前, 将吡唑啉酮溶液(3.9.2)和异烟酸溶液(3.9.1)以 1+5 混合。