

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 345—2007

水质 铁的测定

邻菲罗啉分光光度法（试行）

Water quality—Determination of Iron—phenanthroline
spectrophotometry

（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	1
5 干扰的消除	2
6 步骤	2
7 结果的计算	3
8 精密度和准确度	3

前 言

为规划《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、地下水及废水中铁的邻菲罗啉分光光度测定方法。

本标准适用于地表水、地下水及废水中铁的测定。

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。

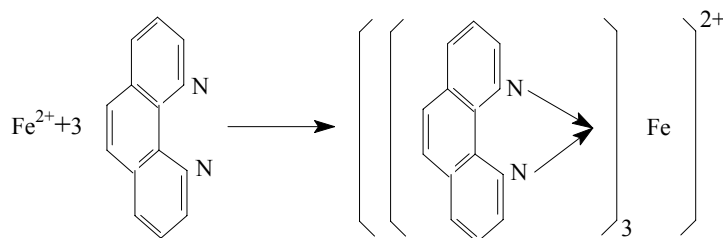
水质 铁的测定 邻菲啰啉分光光度法

1 适用范围

本标准适用于地表水、地下水及废水中铁的测定。方法最低检出浓度为 0.03mg/L，测定下限为 0.12mg/L，测定上限为 5.00mg/L。对铁离子大于 5.00mg/L 的水样，可适当稀释后再按本方法进行测定。

2 原理

亚铁离子在 pH3~9 之间的溶液中与邻菲啰啉生成稳定的橙红色络合物，其反应式为：



此络合物在避光时可稳定保存半年。测量波长为 510nm，其摩尔吸光系数为 $1.1 \times 10^4 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。若用还原剂（如盐酸羟胺）将高铁离子还原，则本法可测高铁离子及总铁含量。

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 盐酸(HCl)： $\rho_{20}=1.18\text{g/mL}$ ，优级纯。

3.2 (1+3) 盐酸。

3.3 10%(m/V)盐酸羟胺溶液。

3.4 缓冲溶液：40g 乙酸铵加 50mL 冰乙酸用水稀释至 100mL。

3.5 0.5%(m/V)邻菲啰啉 (1,10-phenanthroline) 水溶液，加数滴盐酸帮助溶解。

3.6 铁标准贮备液：

准确称取 0.7020g 硫酸亚铁铵 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，溶于 (1+1) 硫酸 50mL 中，转移至 1000mL 容量瓶 (A 级) 中，加水至标线，摇匀。此溶液每毫升含 100 μg 铁。

3.7 铁标准使用液：

准确移取铁标准贮备液 (3.6) 25.00mL 置 100mL 容量瓶 (A 级) 中，加水至标线，摇匀。此溶液每毫升含 25.0 μg 铁。

4 仪器

分光光度计，10mm 比色皿。

5 干扰的消除

强氧化剂、氰化物、亚硝酸盐、焦磷酸盐、偏聚磷酸盐及某些重金属离子会干扰测定。经过加酸煮沸可将氰化物及亚硝酸盐除去，并使焦磷酸、偏聚磷酸盐转化为正磷酸盐以减轻干扰。加入盐酸羟胺则可消除强氧化剂的影响。

邻菲罗啉能与某些金属离子形成有色络合物而干扰测定。但在乙酸-乙酸铵的缓冲溶液中，不大于铁浓度 10 倍的铜、锌、钴、铬及小于 2mg/L 的镍，不干扰测定，当浓度再高时，可加入过量显色剂予以消除。汞、镉、银等能与邻菲罗啉形成沉淀，若浓度低时，可加过量邻菲罗啉来消除；浓度高时，可将沉淀过滤除去。水样有底色，可用不加邻菲罗啉的试液作参比，对水样的底色进行校正。

6 步骤

6.1 校准曲线的绘制

依次移取铁标准使用液（3.7）0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.0mL 置 150mL 锥形瓶中，加入蒸馏水至 50.0mL，再加（1+3）盐酸（3.2）1mL，10%盐酸羟胺 1mL，玻璃珠 1~2 粒。加热煮沸至溶液剩 15mL 左右，冷却至室温，定量转移至 50mL 具塞比色管中。加一小片刚果红试纸，滴加饱和乙酸钠溶液至试纸刚刚变红，加入 5mL 缓冲溶液（3.4）、0.5%邻菲罗啉溶液（3.5）2mL，加水至标线，摇匀。显色 15min 后，用 10mm 比色皿（若水样含铁量较高，可适当稀释；浓度低时可换用 30mm 或 50mm 的比色皿），以水为参比，在 510nm 处测量吸光度，由经过空白校正的吸光度对铁的微克数作图。各批试剂的铁含量如不同，每新配一次试液，都需重新绘制校准曲线。

6.2 总铁的测定

采样后立即将样品用盐酸（3.1）酸化至 pH<1（含 CN⁻或 S²⁻离子的水样酸化时，必须小心进行，因为会产生有毒气体），分析时取 50.0mL 混匀水样于 150mL 锥形瓶中，加（1+3）盐酸（3.2）1mL，盐酸羟胺溶液（3.3）1mL，加热煮沸至体积减少到 15mL 左右，以保证全部铁的溶解和还原。若仍有沉淀应过滤除去。以下按绘制校准曲线同样操作，测量吸光度并作空白校正。

6.3 亚铁的测定

采样时将 2mL 盐酸（3.1）放在一个 100mL 具塞的水样瓶内，直接将水样注满样品瓶，塞好瓶塞以防氧化，一直保存到进行显色和测量（最好现场测定或现场显色）。分析时只需取适量水样，直接加入缓冲溶液（3.4）与邻菲罗啉溶液（3.5），显色 5~10min，在 510nm 处以水为参比测量吸光度，并作空白校正。

6.4 可过滤铁的测定

在采样现场，用 0.45μm 滤膜过滤水样，并立即用盐酸酸化过滤水至 pH<1，准确吸取样品 50mL 置于 150mL 锥形瓶中，以下操作与步骤 6.1 相同。

7 结果的计算

铁的含量按下式计算：

$$\text{铁 (Fe, mg/L)} = \frac{m}{V}$$

式中：m——根据校准曲线计算出的水样中铁的含量（μg）；

V——取样体积（mL）。

8 精密度和准确度

8.1 精密度

同一实验室六次测定铁离子的浓度为 0.5、2.5、4.5mg/L 的水样, 相对标准偏差分别为 1.1%、0.44% 和 0.33%。

8.2 准确度

对于 0.5、2.5mg/L 浓度的铁溶液按 1 : 1 的比例加标进行回收试验, 回收率分别为 102.6%和 97.4%。