

# 生活饮用水使用重量法、铬酸钡分光光度法、离子色谱法测定硫酸盐含量的效果比较

李振清 陈念念<sup>(通讯作者)</sup>

(长沙医学院 湖南长沙 410219)

**【摘要】**目的 分析重量法、热法、离子色谱法测定生活饮用水中硫酸盐的效果的效果差异。方法 使用GB/T 5750.5中的重量法、铬酸钡分光光度法(热法)及离子色谱法进行方法学分析同时对10份生活饮用水样测定。结果 使用重量法、铬酸钡分光光度法、离子色谱法检测10份生活饮用水样中硫酸盐的测得值范围为15.73~55.93 mg/L, 相对平均偏差(RSD)分别为1.27%~7.54%、1.22%~4.94%及0.60%~3.64%; 三种方法的精密度分别为0.45%~3.18%、1.42%~5.1%及0.39%~0.55%, 重量法所用实验时间最长, 铬酸钡分光光度法次之, 离子色谱法最少。结论 离子色谱法是三种方法中最为准确、快速的方法。重量法和铬酸钡分光光度法在检测中高浓度硫酸盐时也能取得良好的测量结果。实验室在选择合适的检验方法时需要根据自身条件和检验要求来决定。

**【关键词】**硫酸盐; 水样; 重量法; 铬酸钡分光光度法; 离子色谱法

Comparison of the effectiveness of using weight method, barium chromate spectrophotometric method, and ion chromatography method to determine sulfate content in drinking water

Li Zhenqing Chen Niannian<sup>(corresponding authors)</sup>

(Changsha Medical College, Changsha, Hunan 410219)

**[Abstract]** Objective To analyze the differences in the effectiveness of weight method, thermal method, and ion chromatography in determining sulfate in drinking water. Method: The weight method, barium chromate spectrophotometric method (thermal method), and ion chromatography method in GB/T 5750.5 were used for methodological analysis and determination of 10 drinking water samples. The results showed that the range of measured values for sulfate in 10 drinking water samples using weight method, barium chromate spectrophotometry, and ion chromatography was 15.73~55.93 mg/L, with relative average deviations (RSD) of 1.27~7.54%, 1.22~4.94%, and 0.60~3.64%, respectively; The precision of the three methods is 0.45%~3.18%, 1.42%~5.1%, and 0.39%~0.55%, respectively. The weight method takes the longest experimental time, followed by barium chromate spectrophotometry, and ion chromatography has the least. Conclusion: Ion chromatography is the most accurate and rapid method among the three methods. The weight method and barium chromate spectrophotometric method can also achieve good measurement results in detecting high concentrations of sulfates. Laboratories need to decide on appropriate testing methods based on their own conditions and testing requirements.

**[Key words]** sulfate; Water sample; Weight method; Barium chromate spectrophotometric method; Ion chromatography

硫酸盐化合物在水中性质相对稳定且溶解度低,因而难以被自然环境净化,同时易发生污染作用的积累从而对水资源造成难以磨灭的损失<sup>[1]</sup>。近年来随着工业的发展,人类活动、煤、石油的燃烧,给大气提供了二氧化硫与氮氧化物,二者被氧化并吸收水分后构成富含硫酸和硝酸的降水,形成酸雨,从而使地下水中的硫酸根含量增加<sup>[2]</sup>。我国《生活饮用水卫生标准》<sup>[3]</sup>(GB 5749-2006)规定饮用水中硫酸盐的含量不得超过250 mg/L,小型集中式供水和分散式供水中硫

酸盐的含量不得超过300 mg/L。当水中存在硫酸盐时会增加水体的硬度,易使锅炉和热水器结垢,同时水体容易产生不良的异味,破坏饮用水的感官性状<sup>[4]</sup>。目前有很多测定硫酸盐<sup>[5]</sup>的方法,如重量法、EDTA滴定法、铬酸钡分光光度法、离子色谱法、比浊法、电感耦合等离子发射光谱法等。虽然近年来对检测水中硫酸盐含量的方法改进的较多,但是很少有研究专门对各种常用方法的差异性及其可比性进行分析。基于上述背景,分析重量法、铬酸钡分光光度法、离子

色谱法测定生活饮用水中硫酸盐的效果的效果差异,可为实验室选择快速准确的方法提供理论支撑。

## 1 材料和方法

### 1.1 仪器与试剂

采集长沙市某居民小区十户居民使用的市售饮用水或者家庭长期饮用的饮用水作为检测样品。主要仪器包括:ICS-600 型离子色谱仪(赛默飞世尔科技公司)、TU-1901 型双光束紫外可见分光光度计(上海沪粤明科学仪器有限公司)、HHS-8S 数显恒温水浴箱(上海雷韵试验仪器制造有限公司)、DHG-9070A 恒温干燥箱(上海一恒科学仪器有限公司)等。主要试剂包括:氯化钡、硝酸银、铬酸钡(均为分析纯),购自天津金汇太亚化学试剂有限公司;硫酸盐标准储备液,购自国家标准物质中心。

### 1.2 试剂配置

氯化钡溶液:称取 5g 氯化钡,置于 100ml 容量瓶中,加入纯水溶解稀释并定容至刻度,混匀备用。硝酸银溶液:称取 4.25 g 硝酸银,置于 250ml 容量瓶中,加入含 0.25 mL 硝酸的纯水溶解稀释并定容至刻度,混匀备用。盐酸使用液:取 208 mL 盐酸,置于 1000ml 容量瓶中,加入纯水溶解稀释并定容至刻度,混匀备用。铬酸钡悬浊液:分别称取 19.44 g 铬酸钾和 24.44 g 氯化钡溶于 1000 mL 纯水中,加热沸腾后混合,生成黄色铬酸钡沉淀后静置 3h,弃掉上清液,用纯水倾泻法洗涤沉淀 5 次,再加 1000 mL 纯水配成悬浊液。氨水、盐酸溶液(1+1):同体积氨水、浓盐酸与同体积蒸馏水混合。

### 1.3 检测方法

(1)重量法:取 50ml 水样置于烧杯中,加 2 滴甲基红指示液,用盐酸溶液(1+1)酸化水样使其呈酸性,酸化后的水样冲洗滤纸并收集于烧杯中,缓慢加入热氯化钡溶液搅拌直至沉淀完全,过量加入 2ml,将烧杯至于 80℃~90℃水浴中保温陈化 2h,沉淀经慢速定量滤纸过滤后,用 50℃纯水洗涤至无氯离子。将包有沉淀的滤纸移入已恒重的坩埚中,经烘干、炭化后,于 800℃高温炉内灼烧至恒重,通过硫酸钡质量计算水样中硫酸根含量。水样中硫酸盐含量以( $\text{SO}_4^{2-}$ )计的质量浓度计算公式为: $X=m \times 0.4116 \times 1000/V$ , X 为硫酸根的含量(mg/L), m 为试样中硫酸钡的质量(mg), V 为试样体积(mL), 0.4116 为换算系数。

(2)铬酸钡分光光度法:分别吸取 0 mL、0.5 mL、1.0mL、2.5 mL、5.0 mL 硫酸盐标准使用液及 50 mL 过滤后

的待测水样于 150 mL 锥形瓶中,补加纯水至 50 mL。分别加入 1 mL 盐酸使用液,加热至沸腾后加入 2.5 mL 铬酸钡悬浊液,保持 5min,再逐滴加入氨水(1+1)使其呈柠檬黄色,过量加入 2 滴。冷却后通过干的慢速定量滤纸过滤,收集滤液于 420 nm 波长,用 1 cm 比色皿以纯水为参比测量吸光度。绘制标准曲线,并根据水样吸光度从曲线上查出硫酸盐质量。水样中硫酸盐质量浓度计算公式为: $X=m \times 1000/V$ , X 为硫酸根的含量(mg/L), m 为样品中硫酸盐的质量(mg), V 为试样体积(mL)。

(3)离子色谱法:色谱柱:AS23 阴离子分析柱(4×250MM);流动相:4.5 mmol/L 碳酸钠+0.8 mmol/L 碳酸氢钠;流速:1.0 mL/min;压力:2010 psi;进样量:50  $\mu$ L。分别吸取 0 mL、0.1 mL、1.0mL、5.0 mL、10.0 mL 硫酸盐标准使用液于 100 mL 容量瓶中配置浓度为 0mg/L、1 mg/L、10 mg/L、50 mg/L、100.0 mg/L 的硫酸盐标准系列溶液。将标准系列和水样的洗脱液经 0.22  $\mu$ m 的微孔滤膜过滤,设置进样量为 50  $\mu$ L,注入离子色谱进样系统,通过保留时间定性,峰面积定量,通过软件计算出硫酸盐的含量。

## 2 结果

### 2.1 三种检测方法相关数据比较

铬酸钡分光光度法线性方程为  $y=0.114X-0.0047$  ( $r=0.9998$ ),离子色谱法线性方程为  $y=0.2202X+0.0219$  ( $r=0.9995$ ),表明在 0~100mg/L 两种方法检测硫酸盐具有良好的线性关系。重量法以使用仪器最低响应值(分析天平的最低感量,0.1 mg)的三倍做检出限测定。铬酸钡分光光度法以吸光度(扣除空白)为 0.010 相对应的浓度值为检出限。离子色谱法以 5.0 mg/L  $\text{SO}_4^{2-}$  标准溶液做仪器检出限实验,检出限= $2 \times$ 最大噪音 $\times$ 标准溶液浓度/标准溶液峰高。对 10 份水样分别使用重量法、铬酸钡分光光度法和离子色谱法进行检测。从测量结果上来看三种方法对这 10 份生活饮用水水样中的硫酸盐成分均有检出,检出值的范围为 15.73~55.93 mg/L。三种方法的精密度都比较小,说明三种方法测得结果较为可信。

### 2.2 三种检测方法精密度实验比较

配制含浓度为 10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L 硫酸盐标准溶液的水样,并使用三种方法对其平行测定 5 次,分别计算出每种方法所测得值及其平均值,计算三种方法的相对标准偏差。从测得结果得知,三种方法的精密度分别为 0.45%~3.18%、1.42%~5.1%、0.39%~0.55%。见表 1。

表1 三种方法精密度实验结果

方法	浓度 (mg/L)	平行测定次数					平均值	RSD (%)
		第1次	第2次	第3次	第4次	第5次		
重量法	10	10.06	9.91	9.74	10.35	9.52	9.92	3.18
	20	20.89	19.94	20.99	20.02	20.76	20.52	2.44
	50	50.14	49.61	49.99	50.10	50.13	49.99	0.45
光度法	10	9.71	10.04	10.35	9.02	9.98	9.82	5.11
	20	20.1	19.96	20.25	19.02	20.04	19.87	2.46
	50	50.56	51.03	49.44	50.39	49.43	50.17	1.42
色谱法	10	10.01	10.04	10.09	10.02	9.98	10.03	0.44
	20	20.1	19.96	20.25	20.02	20.04	20.07	0.55
	50	50.25	50.11	50.08	49.92	49.74	50.02	0.39

### 3 讨论

目前检测硫酸盐的方法众多,本研究对 GB/T 5750.5 中的重量法、铬酸钡分光光度法及离子色谱法进行分析比较,结果表明离子色谱法是三种方法中最为准确、快速的方法。重量法和铬酸钡分光光度法在检测中高浓度硫酸盐时也能取得良好的测量结果。重量法和铬酸钡分光光度法容易受到水样中其他组分的干扰,从而导致结果不准确。重量法在调节水样的酸度及加入和搅拌氯化钡时由于操作差异可能会造成测得结果产生偏差,当水样中含有悬浮物、二氧化硅等组分时都可能会导致检测结果偏高,碱金属硫酸盐、铁和铬等组分会使检测结果偏低。铬酸钡分光光度法<sup>[6]</sup>在操作过程中,容易受到水样中碳酸盐的干扰,需要对水样进行煮沸排除干扰,而煮沸过程中容易产生爆沸或飞溅,若改用沸水

浴直接加热比色管后,可以减少试液飞溅现象,减少由于加热流失所产生蒸汽中损失的硫酸盐,降低检测误差。离子色谱法<sup>[7-8]</sup>在进样后仪器能实现自动定性和定量分析,且同时能测定多种阴离子,离子色谱检测结果的分析效率会受到淋洗液浓度的影响,需对选择合适的淋洗液体系和浓度进行深入研究。通过测定 10 份生活饮用水,说明此 10 个采样点生活饮用水中硫酸盐污染程度较小。测得结果中离子色谱法的 RSD 较其他两种方法低,结果更为可信。从精密度实验看,离子色谱法的精密度在多种浓度范围较其他两种方法低且稳定,但在中高浓度范围三种方法均能取得良好的结果。实验室选择合适的检验方法需要根据自身条件和检验要求来决定。

### 参考文献:

- [1]谢紫欣. 离子色谱法测定地表水中常见的 4 种无机阴离子[J].山西化工, 2024, 44(10): 46-47, 61.
- [2]赵倩, 柳玲, 穆琳, 等. 生活饮用水中 4 种阴离子含量测定方法的研究[J].能源与环境, 2021, 6(6): 101-102.
- [3]中华人民共和国卫生部. GB 5749—2006 生活饮用水卫生标准[S].北京: 中国标准出版社, 2007.
- [4]杨晓雯, 杨丽英, 杨世波, 等. 生活饮用水中硫酸盐含量的测量不确定度评定分析[J].云南化工, 2025, 52(6): 102-105.
- [5]周琴, 周良. 铬酸钡分光光度法测定水中硫酸盐含量[J].四川环境, 2019, 38(6): 125-127.
- [6]刘静静, 边振涛, 侯雪, 等. 一种改进的测定水中硫酸盐的分光光度法研究[J].工业安全与环保, 2021, 47(7): 95-97.
- [7]陈平. 高压离子色谱法同时测定生活饮用水中亚硝酸盐、硝酸盐、硫酸盐、氯化物、氟化物[J].江苏预防医学, 2023, 34(5): 592-593.
- [8]崔逐波. 离子色谱法测定生活饮用水中氟化物、溴酸盐、氯化物、硝酸盐、硫酸盐[J].工业微生物, 2024, 54(4): 105-107.

作者简介: 李振清(2004年-),男,汉族,本科在读;

通讯作者: 陈念念,长沙医学院教师。