

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 371—94

煤矿水中硫离子的测定方法 对氨基二甲基苯胺比色法

1994-08-31 发布

1995-05-01 实施

中华人民共和国煤炭工业部 发布

煤矿水中硫离子的测定方法
对氨基二甲基苯胺比色法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了对氨基二甲基苯胺比色法测定水中的硫离子。

本标准适用于煤矿工业用水、生活用水、地表水和地下水中硫离子的测定。当取用试验水样 25 mL 时,其测定范围为 0.08~1.00 mg/L。稀释水样可扩大测定范围。

2 方法提要

硫离子与对氨基二甲基苯胺在三价铁离子存在下,反应生成次甲基兰,其颜色强度与硫离子含量成正比,测定其溶液吸光度,从而计算硫离子的含量。

3 试剂

3.1 水:蒸馏水或同等纯度的水。

3.2 乙酸锌-乙酸钠吸收溶液:称取 50 g 乙酸锌(HG 3-1098)和 12.5 g 乙酸钠(GB 77),溶于 1 L 水中。

3.3 对氨基二甲基苯胺溶液:称取 0.5 g 对氨基二甲基苯胺,溶于 300 mL 水中,缓慢加入 100 mL 相对密度 1.84 的硫酸(GB 625),冷却后稀释至 500 mL(注意:此试剂毒性大,操作应在通风厨内进行)。

3.4 硫酸高铁铵溶液:称取 25 g 硫酸高铁铵 $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,溶于约 150 mL 水中,加入 5 mL 相对密度 1.84 的硫酸(GB 625),用水稀释至 200 mL。

3.5 乙酸锌溶液:称取 22 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ (HG 3-1098)溶于 100 mL 水中,摇匀。

3.6 碘溶液:称取 6.5 g 碘(GB 675)和 20 g 碘化钾(GB 1272)溶于约 500 mL 水中,稀释至 1 L。

3.7 盐酸溶液:用盐酸(GB 622)配制成(1+1)溶液。

3.8 重铬酸钾标准溶液: $c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.0200\text{ mol/L}$ 。准确称取 $0.9807 \pm 0.0002\text{ g}$ 已在约 150°C 干燥 2 h 的优级纯重铬酸钾(GB 642),用少量水溶解后,转入 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.9 硫代硫酸钠标准溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0.02\text{ mol/L}$ 。称取 5 g 硫代硫酸钠(GB 637)和 0.2 g 碳酸钠(GB 640),溶于新煮沸并冷却的水中,稀释至 1 L。贮存于棕色瓶中。

标定方法:准确吸取 20 mL 重铬酸钾标准溶液(3.8)于碘量瓶中,加入 2 g 碘化钾(GB 1272)和 5 mL 盐酸溶液(3.7),在暗处放置 5 min 后,用水稀释至 100 mL,用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色,再加入 1 mL 淀粉指示剂(3.10)继续滴定至蓝色消失即为终点。硫代硫酸钠标准溶液的浓度按下式计算:

$$c_1 = \frac{c_2 \cdot V_2}{V_1}$$