

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 479—1995

煤矿酸性水中硝酸根离子的测定方法

1995-11-06 发布

1996-03-01 实施

中华人民共和国煤炭工业部 发布

煤矿酸性水中硝酸根离子的测定方法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了酚二磺酸分光光度法测定煤矿酸性水中硝酸根离子。

本标准适用于煤矿酸性水及污水中硝酸根离子的测定。当取用 50 mL 水样时,测定硝酸根离子的浓度范围为 1.0~20.0 mg/L,稀释水样可扩大测定范围。

2 方法提要

酚二磺酸与硝酸根离子反应,生成硝基二磺酸酚,在碱性条件下生成黄色化合物,籍以进行分光光度测定。

3 试剂

3.1 水:无硝酸盐蒸馏水或同等纯度的水。

3.2 高锰酸钾溶液:称取 5 g 高锰酸钾(GB/T 643),用水溶解后稀释至 100 mL,混匀。

3.3 硫酸银。

3.4 氢氧化钾溶液:称取 10 g 氢氧化钾(GB/T 2306),用水溶解后稀释至 1 L。

3.5 硫酸溶液:量取 10 mL 硫酸(GB/T 625)缓慢加入水中(边加边搅),溶液冷至室温后用水稀释至 1 L。

3.6 酚二磺酸试剂:称取 25.0 ± 0.5 g 白色结晶苯酚于 250 mL 锥形瓶中,加入 150 mL 硫酸(GB/T 625),混匀,在瓶口插一小漏斗,置于沸水浴上加热约 5 h,至呈浅棕色稠液。冷却后贮于棕色玻璃瓶中。

3.7 氨水溶液:用氨水(GB/T 631)配制成(1+1)溶液。

3.8 硝酸盐标准贮备溶液(1 mL 含 $100 \mu\text{gNO}_3^-$):称取 0.1631 ± 0.0002 g 已在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥约 4 h 的优级纯硝酸钾(GB/T 647),用水溶解后转入 1 000 mL 容量瓶中,最后用水稀释至刻度,摇匀。

3.9 硝酸盐标准工作溶液(1 mL 含 $100 \mu\text{gNO}_3^-$):用移液管准确吸取硝酸盐标准贮备溶液(3.8) 50 mL,移入玻璃蒸发皿中,置于沸水浴上蒸干,加入 2.0 mL 酚二磺酸试剂(3.6),并使其与残渣充分接触和反应。放置 10 min 后,加入 15 mL 水混合,转入 50 mL 容量瓶中,用少量水冲洗蒸发皿,再用水稀释至刻度,摇匀。

4 仪器

4.1 分析天平:感量 0.1 mg。

4.2 分光光度计:波长准确度为 ± 3 nm。

4.3 移液管:25 mL,准确度为 ± 0.04 mL;
50 mL,准确度为 ± 0.08 mL。

4.4 刻度吸管:5 mL,最小分度值 0.05 mL;
10 mL,最小分度值 0.1 mL。

4.5 带塞比色管:50 mL。