



# 中华人民共和国国家标准

GB 13580.9—92

## 大气降水中氯化物的测定 硫氰酸汞高铁光度法

Determination of chloride in wet precipitation—  
Ferrithiocyanate spectrophotometry

1992-06-20 发布

1993-03-01 实施

国家环境监测局发布  
国家技术监督局

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
**大气降水中氯化物的测定**  
**硫氰酸汞高铁光度法**

GB 13580.9—92

\*

中国标准出版社出版发行  
北京西城区复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码：100045

<http://www.spc.net.cn>

电话：63787337、63787447

1993 年 4 月第一版 2005 年 11 月电子版制作

\*

书号：155066 · 1-25313

版权专有 侵权必究  
举报电话：(010)68533533

# 中华人民共和国国家标准

## 大气降水中氯化物的测定 硫氰酸汞高铁光度法

GB 13580. 9—92

Determination of chloride in wet precipitation—  
Ferrithiocyanate spectrophotometry

### 1 主题内容与适用范围

- 1.1 本标准规定了大气降水中氯化物的硫氰酸汞高铁光度法。
- 1.2 本标准适用于大气降水样品中氯化物测定。
- 1.3 本标准最低检出浓度为0.03 mg/L, 测定范围为0.4~6.0 mg/L。

### 2 引用标准

GB 13580. 2 大气降水样品的采集与保存

### 3 原理

氯离子与硫氰酸汞反应, 交换出的硫氰酸根离子与三价铁离子反应, 生成红色硫氰酸铁络合物, 于波长460 nm处进行分光光度测定。

### 4 试剂

- 4.1 氯化物标准贮备液: 1 000 μg/mL。称取2.1028 g 氯化钾(105℃烘2 h), 溶于水, 定容至1 000 mL。
- 4.2 氯化物标准使用液: 10 μg/mL。吸取氯化物标准贮备液(4.1)5.00 mL于500 mL容量瓶中, 用水稀释到刻度。
- 4.3 高氯酸溶液:(1+2)。量取100 mL高氯酸加入到200 mL水中, 摆匀。
- 4.4 硫酸铁铵溶液: 60 g/L。称6 g 硫酸铁铵( $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ), 用高氯酸溶液(4.3)溶解, 稀释到100 mL。如浑浊应过滤。
- 4.5 硫氰酸钾溶液: 40 g/L。称4 g 硫氰酸钾(KCNS)溶于水, 稀释到100 mL。
- 4.6 硝酸溶液: 0.5 mol/L。吸取7.0 mL 硝酸用水稀释到200 mL。
- 4.7 硫氰酸汞-乙醇溶液: 4 g/L。称0.4 g 硫氰酸汞, 用无水乙醇配成100 mL溶液。用定性滤纸过滤, 收集滤液于棕色瓶中备用。

硫氰酸汞的制备: 称5 g 硝酸汞 [ $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ] 溶于200 mL 硝酸溶液(4.6)中, 加3 mL 硫酸铁铵溶液(4.4), 在搅拌下, 滴加硫氰酸钾溶液(4.5)至试验呈微橙红色为止。生成硫氰酸汞白色沉淀, 用G3砂芯漏斗(4.3)过滤, 并用水充分洗涤(用倾洗法), 将沉淀放入干燥器中自然干燥, 贮于棕色瓶中。

### 5 仪器

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 10 mL 具塞比色管。