

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

10 发布

2007-05-01 实施

2007-03-

国家环境保护总局 公 告

2007 年 第 21 号

为贯彻《中华人民共和国环境保护法》，保护环境，保障人体健康，促进科技进步，提高环境管理水平，现批准《水质 汞的测定 冷原子荧光法（试行）》等 7 项标准为国家环境保护行业标准，

予以发布。

标准名称、编号如下：

~~水质 汞的测定 冷原子荧光法（试行）（HJ/T 341—2007）~~

水质 砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法（试行）（HJ/T 342—2007）

水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法（试行）（HJ/T 343—2007）

水质 总磷的测定 钼钒钼蓝分光光度法（试行）（HJ/T 344—2007）

水质 总氮的测定 水杨基水杨酸分光光度法（试行）（HJ/T 345—2007）

水质 总铬的测定 二苯基碳酰肼分光光度法（试行）（HJ/T 346—2007）

水质 粪大肠菌群的测定 多管发酵法和滤膜法（试行）（HJ/T 347—2007）

2007 年 5 月 1 日起实施，由中国环境科学出版社出版，标准内容可

在 www.cn/tech/hjbz/bzwb 查询。

~~水质 汞的测定 冷原子荧光法（试~~

二、水质 硫酸盐的测定 铬酸钡

三、水质 氯化物的测定 硝酸汞

四、水质 锰的测定 甲醛肟分

五、水质 铁的测定 邻菲罗啉

六、水质 硝酸盐氮的测定 氮

七、水质 粪大肠菌群的测定

以上标准为指导性标准，自 2007

在国家环保总局网站 ([www.sepa.gov](http://www.sepa.gov.cn))

特此公告。

2007 年 3 月 10 日

目 次

前言	iv
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 采样	2
7 结果的计算	2
8 精密度和准确度	2

前 言

为贯彻《地表水环境质量标准》(GB 3838—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。

本标准为首次制定。

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 邻菲罗啉分光光度法 (试行)

1 适用范围

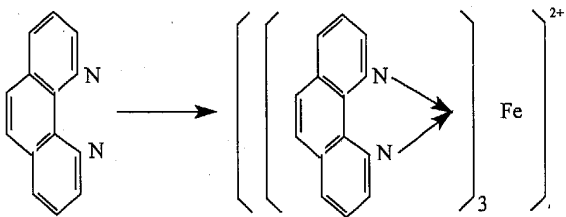
本标准适用于地表水、地下水及废水中铁的测定。方法最低检出质量浓度为 0.03 mg/L, 测定上限为 5.00 mg/L。对铁离子大于 5.00 mg/L 的水样, 可适当稀释后再按本方法

限为 0.12 mg/L, 测定进行测定。

2 原理

在 pH 3~9 之间的溶液中与邻菲罗啉生成稳定的橙红色络合物, 其反应式为:

亚铁离子在 pH 为



Fe²⁺ + 3

可稳定保存半年。测量波长为 510 nm, 其摩尔吸光系数为 1.1×10^4 L/(mol·cm)。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。

此络合物在避光时若用还原剂 (如盐酸羟

3 试剂

除另有注明外, 均为符合国家标准分析纯化学试剂; 实验用水为新制备的去离子水。

本标准所用试剂

至 100 ml。

加数滴盐酸帮助溶解。

[(NH₄)₂Fe(SO₄)₂·6H₂O], 溶于 (1+1) 硫酸 50 ml 摇匀。此溶液每毫升含 100 μg 铁。

0.00 ml 置 100 ml 容量瓶 (A 级) 中, 加水至标线,

子水。

3.1 盐酸: ρ (HCl)₂₀ = 1.18 g/ml, 优级纯。

3.2 (1+3) 盐酸。

3.3 10% 盐酸羟胺溶液。

3.4 缓冲溶液: 40 g 乙酸铵加 50 ml 冰乙酸用水稀释

3.5 0.5% 邻菲罗啉 (1, 10-phenanthroline) 水溶液,

3.6 铁标准贮备液: 准确称取 0.702 0 g 硫酸亚铁铵中, 转移至 1 000 ml 容量瓶 (A 级) 中, 加水至标线, 并

3.7 铁标准使用液: 准确移取铁标准贮备液 (3.6) 25 摇匀。此溶液每毫升含 25.0 μg 铁。

4 仪器

分光光度计, 10 mm 比色皿。

5 干扰的消除

磷酸盐及某些重金属离子会干扰测定。经过加酸

磷酸盐转化为亚磷酸盐以减轻干扰。加入盐酸羟

强氧化剂、氰化物、亚硝酸盐、焦磷酸盐、偏聚

煮沸可将氰化物及亚硝酸盐除去, 并使焦磷酸盐

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、铈、钴、铈及小于2 mg/L的镍，不干扰测定。当浓度更高时，可加入

过量显色剂予以消除。汞、锡、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、10.0 ml置150 ml锥形瓶中，加入去离子水至50.0 ml，再加(1+3)盐酸(3.2) 1 ml，10%盐酸羟胺1 ml，玻璃珠1~2粒。加热煮沸至溶液剩15 ml左右，冷却至室温，定量转移至50 ml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5 ml缓冲溶液(3.4)、0.5%邻菲罗啉溶液(3.5) 2 ml，加水至标线，摇匀。显色15 min后，用10 mm比色皿(若水样含铁量较高，可适当稀释；浓度低时可换用30 mm或50 mm的比色皿)，以水为参比，在510 nm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50.0 ml混匀水样于150 ml锥形瓶中，加(1+3)盐酸(3.2) 1 ml，

加热煮沸至体积减少到15 ml左右，以保证全部铁的溶解和还原。若仍有

按绘制校准曲线同样操作，测量吸光度并作空白校正。

沉淀应过滤除去。以下

6.3 亚铁的测定

采样时将2 ml盐酸

以防氧化，一直保存到

加邻菲罗啉溶液(3.5) 2 ml

并作空白校正。

6.4 可过滤铁的

测定

在采样现场，用0.45 μm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50 ml置于150 ml锥形瓶中，以下操作与步骤6.1相同。

7 结果的计算

铁的质量浓度按下式计算：

$$\rho(\text{Fe}) = \frac{m}{V}$$

式中：ρ(Fe)——铁的质量浓度，mg/L；

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质量浓度为0.5、2.5、4.5 mg/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、2.5 mg/L 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%。
