ICS 73.080
D59

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0064.24—2021
代替 DZ/T 0064.24-1993

地下水质分析方法 第24部分：铁量的测定 硫氰酸盐分光光度法

Methods for analysis of groundwater quality
—Part 24：Determination of iron content
—The thiocyanate spectrophotometry

2021－02－22 发布　　2021－07－01 实施

中华人民共和国自然资源部　发布

前　言

DZ/T 0064《地下水质分析方法》分为85个部分：

——第1部分：一般要求

——第2部分：水样的采集和保存

——第3部分：温度的测定 温度计（测温仪）法

——第4部分：色度的测定 铂-钴标准比色法

——第5部分：pH值的测定 玻璃电极法

——第6部分：电导率的测定 电极法

——第7部分：Eh值的测定 电位法

——第8部分：悬浮物的测定 重量法

——第9部分：溶解性固体总量的测定 重量法

——第10部分：砷量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

——第11部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

——第12部分：钙和镁量的测定 火焰原子吸收分光光度法

——第13部分：钙量的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法

——第14部分：镁量的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法

——第15部分：总硬度的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法

——第17部分：总铬和六价铬量的测定 二苯碳酰二肼分光光度法

——第18部分：总铬和六价铬量的测定 催化极谱法

——第20部分：铜、铅、锌、镉、镍和钴量的测定 螯合树脂交换富集-火焰原子吸收分光光度法

——第21部分：铜、铅、锌、镉、镍、铬、钼和银量的测定 无火焰原子吸收分光光度法

——第22部分：铜、铅、锌、镉、锰、铬、镍、钴、钒、锡、铍和钛量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

——第23部分：铁量的测定 二氮杂菲分光光度法

——第24部分：铁量的测定 硫氰酸盐分光光度法

——第25部分：铁量的测定 火焰原子吸收分光光度法

——第26部分：汞量的测定 冷原子吸收分光光度法

——第27部分：钾和钠量的测定 火焰发射光谱法

——第28部分：钾、钠、锂和铵量的测定 离子色谱法

——第29部分：锂量的测定 火焰发射光谱法

——第30部分：锂量的测定 火焰原子吸收分光光度法

——第31部分：锰量的测定 过硫酸铵分光光度法

——第32部分：锰量的测定 火焰原子吸收分光光度法

——第33部分：钼量的测定 催化极谱法

——第36部分：铷和铯量的测定 火焰发射光谱法

——第37部分：硒量的测定 催化极谱法

——第38部分：硒量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

——第39部分：锶量的测定 火焰发射光谱法

——第42部分：钙、镁、钾、钠、铝、铁、锶、钡和锰量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

——第43部分：酸度的测定 滴定法

——第44部分：硼量的测定 H酸-甲亚胺分光光度法

——第45部分：硼量的测定 甘露醇碱滴定法

——第46部分：溴化物的测定 溴酚红分光光度法
——第47部分：游离二氧化碳的测定 滴定法
——第48部分：侵蚀性二氧化碳的测定 滴定法
——第49部分：碳酸根、重碳酸根和氢氧根的测定 滴定法
——第50部分：氯化物的测定 银量滴定法
——第51部分：氯化物、氟化物、溴化物、硝酸盐和硫酸盐的测定 离子色谱法
——第52部分：氰化物的测定 吡啶-吡唑啉酮分光光度法
——第53部分：氟化物的测定 茜素络合物分光光度法
——第54部分：氟化物的测定 离子选择性电极法
——第55部分：碘化物的测定 催化还原分光光度法
——第56部分：碘化物的测定 淀粉分光光度法
——第57部分：氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法
——第58部分：硝酸盐的测定 二磺酸酚分光光度法
——第59部分：硝酸盐的测定 紫外分光光度法
——第60部分：亚硝酸盐的测定 分光光度法
——第61部分：磷酸盐的测定 磷铋钼蓝分光光度法
——第62部分：硅酸的测定 硅钼黄分光光度法
——第63部分：硅酸的测定 硅钼蓝分光光度法
——第64部分：硫酸盐的测定 乙二胺四乙酸二钠-钡滴定法
——第65部分：硫酸盐的测定 比浊法
——第66部分：硫化物的测定 碘量法
——第67部分：硫化物的测定 对氨基二甲基苯胺分光光度法
——第68部分：耗氧量的测定 酸性高锰酸钾滴定法
——第69部分：耗氧量的测定 碱性高锰酸钾滴定法
——第70部分：耗氧量的测定 重铬酸钾滴定法
——第71部分：α-六六六、β-六六六、γ-六六六、δ-六六六、六氯苯、p, p′-滴滴伊、p, p′-滴滴滴、o,p′-滴滴涕和p,p′-滴滴涕的测定 气相色谱法
——第72部分：敌敌畏、甲拌磷、乐果、甲基对硫磷、马拉硫磷、毒死蜱和对硫磷的测定 气相色谱法
——第73部分：挥发性酚的测定 4-氨基安替吡啉分光光度法
——第74部分：氡气、氢气、氧气、氩气、氮气、甲烷、一氧化碳、二氧化碳和硫化氢的测定 气相色谱法
——第75部分：镭和氡放射性的测定 射气法
——第76部分：总α和总β放射性的测定 放射化学法
——第77部分：^{18}O的测定 CO_2-H_2O平衡-气体同位素质谱法
——第78部分：氘的测定 金属锌还原—气体同位素质谱法
——第79部分：氚的测定 放射化学法
——第80部分：锂、铷、铯等40个元素量的测定 电感耦合等离子体质谱法
——第81部分：汞量的测定 原子荧光光谱法
——第82部分：钠量的测定 火焰原子吸收分光光度法
——第83部分：铜、锌、镉、镍和钴量的测定 火焰原子吸收分光光度法
——第84部分：锶量的测定 火焰原子吸收分光光度法
——第85部分：挥发性酚的测定 流动注射在线蒸馏法
——第86部分：氰化物的测定 流动注射在线蒸馏法
——第87部分：^{13}C的测定 在线磷酸酸解-气体同位素质谱法
——第88部分：^{14}C的测定 合成苯-液体闪烁计数法
——第89部分：氘的测定 在线高温热转换-气体同位素质谱法
——第90部分：^{18}O的测定 在线CO_2-H_2O平衡-气体同位素质谱法

——第91部分：二氯甲烷、氯乙烯、1,1-二氯乙烷等24种挥发性卤代烃类化合物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法

本部分为 DZ/T 0064 的第 24 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 20001.4—2015 给出的规则起草。

本部分代替 DZ/T 0064.24—1993《地下水质检验方法 硫氰酸盐分光光度法测定铁》。

本部分与 DZ/T 0064.24—1993 相比，主要变化如下：

——方法名称改为“地下水质分析方法 第 24 部分：铁量的测定 硫氰酸盐分光光度法”；

——增加了警示内容；

——主题内容与适用范围改为范围；

——用定量限代替最低检测量；

——增加了规范性引用文件；

——方法提要改为原理；

——完善了标准系列的配制，修改了计算公式；

——增加了质量保证和控制内容。

本部分由中华人民共和国自然资源部提出。

本部分由全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：中国地质科学院水文地质环境地质研究所。

本部分主要起草人：张莉、桂建业。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——DZ/T 0064.24—1993。

地下水质分析方法
第24部分：铁量的测定
硫氰酸盐分光光度法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

DZ/T 0064的本部分规定了硫氰酸盐分光光度法测定地下水中铁的方法。

DZ/T 0064的本部分适用于地下水资源调查、评价、监测和利用等水样中铁的测定。

本方法三价铁离子和总铁的定量限为0.08 mg/L，测定范围为0.08 mg/L～4.0 mg/L。含量高于此范围可稀释后测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

DZ/T 0130 地质矿产实验室测试质量管理规范

3 原理

在酸性溶液中，三价铁离子与硫氰酸根作用，生成红色络合物，在波长480 nm处有最大吸收，其吸光度与水中三价铁离子的质量浓度成正比。用过硫酸铵将亚价铁离子氧化为三价铁离子，并在酸性条件下与硫氰酸根生成桔红色的络合物，在相同的波长下测定总铁。亚价铁离子含量用差减法求得。

4 试剂或材料

警示——硫酸有强腐蚀性和强氧化性！配制应在通风厨中进行，将硫酸缓慢加入到水中。

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的分析纯试剂。

4.1 纯水，GB/T 6682 规定的二级水。

4.2 盐酸溶液（1+1）：取盐酸（ρ_{20}=1.19 g/mL）100 mL加入到100 mL纯水中。

4.3 硫氰酸钾溶液（500 g/L）：称取硫氰酸钾50.0 g加纯水溶解并定容至100 mL。

4.4 过硫酸铵溶液（100 g/L）：称取过硫酸铵[$(NH_4)_2S_2O_8$]10.0 g加纯水溶解并定容至100 mL。

4.5　三价铁标准贮备溶液[$\rho(Fe^{3+})$=100.0 mg/L]：称取铁铵钒[$FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$]0.4317 g，加入少量纯水使之溶解，再加入硫酸（ρ_{20}=1.84 g/mL）5 mL，转移至 500 mL 棕色容量瓶中，以纯水定容至刻度。

4.6　三价铁标准使用溶液[$\rho(Fe^{3+})$=10.0 mg/L]：吸取三价铁标准贮备溶液（4.5）10.0 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中，以纯水定容至刻度。

5　仪器设备

5.1　分光光度计。

5.2　1 cm 比色杯。

6　试验步骤

6.1　三价铁的分析

6.1.1　样品分析

取专供测定亚铁和三价铁的酸化水样 25.0 mL 于 50 mL 容量瓶中，加入盐酸溶液（4.2）4 mL、硫氰酸钾溶液（4.3）2 mL，摇匀。用纯水稀释至刻度，摇匀。5 min 后，在分光光度计上波长 480 nm 处，用 1 cm 比色杯，以试剂空白作参比，测吸光度。

6.1.2　空白试验

取 25 mL 纯水代替试样，按 6.1.1 步骤进行。

6.1.3　三价铁校准曲线的绘制

吸取三价铁标准使用溶液（4.6）0 mL，0.20 mL，0.40 mL，1.00 mL，3.00 mL，5.00 mL，7.00 mL 和 10.00 mL 于一系列 50 mL 容量瓶中，以下步骤同 6.1.1。此标准系列三价铁的质量浓度分别为 0 mg/L，0.040 mg/L，0.080 mg/L，0.20 mg/L，0.60 mg/L，1.00 mg/L，1.40 mg/L 和 2.00 mg/L。以三价铁的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

6.2　总铁的分析

6.2.1　样品分析

取专供测定亚铁和三价铁的酸化水样 25.00 mL 于 50 mL 容量瓶中，加入过硫酸铵溶液（4.4）1 mL，以下步骤同 6.1.1。

6.2.2　空白试验

取 25 mL 纯水代替试样，按 6.2.1 步骤进行。

6.2.3　总铁校准曲线的绘制

吸取三价铁标准使用溶液（4.6）0 mL，0.20 mL，0.40 mL，1.00 mL，3.00 mL，5.00 mL，7.00 mL 和 10.00 mL 于一系列 50 mL 容量瓶中，以下步骤同 6.2.1。此标准系列总铁的质量浓度分别为 0 mg/L，0.040 mg/L，0.080 mg/L，0.20 mg/L，0.60 mg/L，1.00 mg/L，1.40 mg/L 和 2.00 mg/L。以总铁的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制校准曲线。

7 试验数据处理

7.1 按公式（1）分别计算三价铁离子和总铁质量浓度：

$$\rho(\mathrm{Fe})=\frac{\rho_1\times V_1}{V} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

式中：

ρ(Fe)———水样中三价铁离子或总铁的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_1———从校准曲线上查得试样中三价铁离子或总铁的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V———所取水样体积，单位为毫升（mL）；

V_1———测定样品的体积，单位为毫升（mL）。

7.2 按公式（2）计算二价铁离子质量浓度：

$$\rho(Fe^{2+})=\rho(TFe)-\rho(Fe^{3+}) \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (2)$$

式中：

$\rho(Fe^{2+})$———水样中二价铁离子的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ(TFe)———水样中总铁的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

$\rho(Fe^{3+})$———水样中三价铁离子的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）。

8 精密度和准确度

同一实验室批内10次测定溶解性固体量为2.4 g/L、含三价铁0.6 mg/L的水样，相对标准偏差为1.33%。对溶解性固体总量为6 g/L、三价铁为0.84 mg/L的水样分别加入标准三价铁10 μg 、20 μg，测得回收率分别为96.1%和101.4%

9 质量保证与控制

9.1 每批样品（一般 20 个样品为一批）至少做 2 个空白样品分析，结果应小于分析方法的定量限。

9.2 每批样品至少抽取 10%的试样做加标回收实验，分析结果应符合 DZ/T 0130 中“水样分析”部分准确度控制的规定。

9.3 每批样品随机抽取 20%的试样作为检查分析样，分析结果应符合 DZ/T 0130 中“水样分析”部分精密度控制的规定。

9.4 每测定 20 个样品后，测定 1 个校准溶液，校准溶液的浓度值取校准曲线的中间点。测定结果的相对偏差小于 5%，否则重新绘制校准曲线。

附 录 A
（资料性附录）
标准的有关说明

A.1 酸度应严格控制，酸度太小时生成的硫氰酸铁易于水解。

A.2 显色溶液中应有过量的硫氰酸盐存在，以增加反应的灵敏度，并能消除氯化物、酸类的影响。

A.3 显色后，颜色在 24 h内稳定。

A.4 当水样中含氟量超过 6 mg/L时，应在取样后加入硫酸（ρ_{20}=1.84 g/mL）1 mL～2 mL蒸发至冒白烟除去，否则生成氟铁络离子将使结果偏低。