**ICS** 77.120.01

**CCS D** 46

团体标准

**T/CGA** XXXX—202X

黄金行业水质化学分析方法
硫氰酸盐的测定 分光光度法

**Method for chemical analysis of water in gold industry—
Determination of thiocyanate—Spectrophotometry method**

20XX-XX-XX发布 20XX-XX-XX实施

**中国黄金协会** 发 布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国黄金协会提出。

本文件由全国黄金标准化技术委员会（SAC/TC 379）归口。

本文件起草单位：长春黄金研究院有限公司、长春国检（济源）检测科技有限公司、山东黄金冶炼有限公司、深圳市金质金银珠宝检验研究中心有限公司、辽宁天利金业有限责任公司、辽宁排山楼黄金矿业有限责任公司、

本文件主要起草人：陈永红、王菊、李哲浩、葛仲义、张灵芝、贾国宁、刘强、杜媛媛、封玉鑫、苑兴伟、程光远、钟英楠、穆岩。

黄金行业水质化学分析方法 硫氰酸盐的测定 分光光度法

1 范围

本文件规定了黄金行业水质中所含硫氰酸盐的测定方法。

本文件适用于黄金行业水质中所含硫氰酸盐的测定。本文件测定范围、取样量为40 mL、比色皿厚度为10 mm时，硫氰酸盐的检出限为0.176 mg/L、测定下限为0.528 mg/L。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

HJ 91.1 污水监测技术规范

HJ 164 地下水环境监测技术规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试液经预处理，调节酸度使pH至1～2，加入三价铁离子与硫氰酸盐作用，生成棕红色的络合物，于460 nm波长测定吸光度值，在一定范围内，其吸光度与硫氰酸盐浓度成正比。

5 干扰和消除

5.1 试液中含有过氧化氢时，取100 mL水样于250 mL烧杯中，加入0.1 g二氧化锰（6.7）和0.5 mL硫酸铜（6.14），150 ℃加热10 min，干过滤后按照9.2.1～9.2.3进行操作。

5.2 试液中含有硫化物时，取100 mL水样于250 mL烧杯中，加入0.1 g醋酸铅（6.5）或碳酸镉（6.6）搅拌沉淀，静置，干过滤除后按照9.2.1～9.2.3进行操作。

5.3 试液中含有亚硝酸根时，加入氨基磺酸（6.4）排除干扰（每毫克亚硝酸根加入2.5 mg氨基磺酸）后，按照9.2.1～9.2.3进行操作。

5.4 试液中存在亚硫酸根时，取100 mL水样，滴加盐酸（6.11）调节pH至6～8，通入氧气30 min，氧气流量控制在300 L/min～400 L/min，取出样品按照9.2.1～9.2.3进行操作。

6 试剂材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

6.1 氢氧化钠。

6.2 硫酸锌。

6.3 硫酸亚铁。

6.4 氨基磺酸。

6.5 醋酸铅

6.6 碳酸镉。

6.7 二氧化锰。

6.8 乙醇（*φ*≥95）。

6.9 盐酸（*ρ*=1.19 g/mL）。

6.10 硝酸（*ρ=*1.42 g/mL）。

6.11 盐酸（1+1）。

6.12 硝酸（1+2）。

6.13 氢氧化钠溶液（8 g/L）。

6.14 硫酸铜溶液（100 g/L）。

6.15 氯化铁溶液（100 g/L）：称取100 g氯化铁于250 mL烧杯中，加入100 mL盐酸（6.9）溶解，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.16 硝酸银标准溶液（0.020 0 mol/L）：称取3.397 5 g基准硝酸银溶于水，定容到1 000 mL，储存到棕色试剂瓶中。

6.17 硫氰酸盐标准贮存溶液（1 000 μg/mL）。

a） 配置。称取1.673 0 g硫氰酸钾，置于250 mL烧杯中，加入100 mL水，摇动至完全溶解，移入1 000 mL棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

注：此溶液1 mL含1 000 μg硫氰酸盐。

b） 标定。移取20.00 mL硝酸银标准溶液（6.16）到250 mL锥形瓶中，依次加入5 mL硝酸（6.12）和2 mL硫酸铁铵溶液（6.19），在摇动下以硫氰酸盐标准溶液进行滴定，当接近终点时，充分摇动溶液至清亮后，继续滴定至溶液呈浅红色保持30 s不褪色即为滴定终点。随同标定做空白试验。

按式（1）计算硫氰酸盐标准储存溶液的实际浓度：

 …………………………………………（1）

式中：

*ρ*1 ——硫氰酸盐标准储存溶液中的硫氰酸盐体积质量，单位为毫克每升（mg/L）；

*c* ——硝酸银标准溶液中硝酸银的物质的量浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V* ——移取硝酸银标准溶液体积，单位为毫升（mL）；

*M* ——硫氰根离子（SCN-）摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），[*M*（SCN）=58.08]；

*V*1——滴定时消耗硫氰酸盐标准贮存溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*0 ——空白溶液消耗的硝酸银标准溶液的体积，单位为毫升（mL）。

6.18 硫氰酸盐标准溶液（100 μg/mL）：按照式（2）计算出配置硫氰酸盐标准溶液所需的硫氰酸盐标准贮存溶液的体积。

 …………………………………………（2）

式中：

*V*2 ——配置100 mg/L硫氰酸盐标准使用溶液时移取的硫氰酸盐标准贮备溶液的体积，单位为毫升（mL）；

100 ——预配置硫氰酸盐标准溶液中的硫氰酸盐体积质量，单位为毫克每升（mg/L）；

100 ——配置硫氰酸盐标准溶液时的定容体积，单位为毫升（mL）；

*ρ*1——硫氰酸盐标准储存溶液中的硫氰酸盐体积质量，单位为毫克每升（mg/L）。

6.19 硫酸铁铵指示剂（100 g/L）：称取5 g硫酸铁铵，置于250 mL烧杯中，加入适量水使其成为饱和溶液，滴加硝酸（6.10）至褐色消失，用水稀释至50 mL。

6.20 酚酞（10 g/L）：称取1 g酚酞溶于100 mL乙醇（6.8）中。

7 仪器设备

7.1 可见分光光度计，配厚度10 mm的比色皿。

7.2 分析天平，精度0.01 g。

7.3 棕色具塞比色管，容量50 mL。

7.4 一般实验室常用仪器和设备。

8 样品

8.1 样品的采集

按照HJ 91.1和HJ 164的相关规定采集样品于采样瓶中，采集样品体积不少于500 mL。

8.2 样品的保存

取样后若不能立即测定，应加入少量氢氧化钠（6.1），搅拌，使样品的pH≥12，于2 ℃～5 ℃下冷藏。

9 试验步骤

9.1 空白试验

随同试液做空白试验，平行测定两份，结果取其平均值。

9.2 测定

9.2.1 试液为清洁水样，可直接按9.2.3分析。

9.2.2 试液有浊度或色度时，量取100 mL试液于250 mL烧杯中，滴加盐酸（6.11）调节pH至2～6，加入0.1 g硫酸亚铁（6.3），用氢氧化钠溶液（6.13）调节pH至7～9，加入0.1 g硫酸锌（6.2），将试液置于电热板上加热煮沸10 min，取下，冷却，转移至100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，静置澄清或干过滤。

9.2.3 分取40 mL试液于50 mL棕色比色管中，若试液中硫氰酸盐含量高可适当少取或稀释后分取，加入1滴酚酞（6.20），滴加盐酸（6.11）至酚酞褪色后过量0.5 mL，以水稀释至刻度，混匀。加入1 mL乙醇（6.8）、3 mL氯化铁溶液（6.15），混匀，于暗处静置15 min。

9.2.4 于460 nm波长处，用10 mm比色皿，以水为参比，分别测量9.2.2所得试液及随同空白试液的吸光度，根据试液中硫氰酸盐的含量在9.3对应标准曲线上查出相应硫氰酸盐的质量浓度。

9.3 标准曲线的绘制

9.3.1 标准曲线I：移取0.00 mL、0.10 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL硫氰酸盐标准溶液（6.18），分别置于一组50 mL棕色比色管中，加入2滴盐酸（6.11），以水稀释至刻度，混匀，加入1 mL乙醇（6.8）、3 mL氯化铁溶液（6.15），混匀，于暗处静置15 min。与试液相同条件下测量标准溶液的吸光度，以硫氰酸盐浓度为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

9.3.2 标准曲线II：移取0.00 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL硫氰酸盐标准溶液（6.18），分别置于一组50 mL棕色比色管中，加入2滴盐酸（6.11），以水稀释至刻度，混匀，加入1 mL乙醇（6.8）、3 mL氯化铁溶液（6.15），混匀，于暗处静置15 min。与试液相同条件下测量标准溶液的吸光度，以硫氰酸盐浓度为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

10 试验数据处理

按公式（3）计算硫氰酸盐的质量浓度*ρ*SCN：

 （3）

式中：

*ρ*SCN ——硫氰酸盐的质量体积浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*c*——自标准曲线上查得试液中硫氰酸盐的质量体积浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*c*0 ——自标准曲线上查得空白试液中硫氰酸盐的质量体积浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*V*5 ——试液的定容体积，单位为毫升（mL）；

*V*7 ——比色时定容体积，单位为毫升（mL）；

*V*4——试液的取样体积，单位为毫升（mL）；

*V*6 ——比色时分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果大于等于1 mg/L时，保留三位有效数字；小于1 mg/L时，保留至小数点后三位。

11 精密度

11.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表1数据采用线性内插法求得。

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ρ*SCN/（mg/L） | 0.548 | 3.60 | 73.4 | 335 | 806 | 1 325 |
| *r*/（mg/L） | 0.08 | 0.29 | 3.08 | 15 | 24 | 40 |

11.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法求得。

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ρ*SCN/（mg/L） | 0.548 | 3.60 | 73.4 | 335 | 806 | 1 325 |
| *R*/（mg/L） | 0.010 | 0.49 | 8.0 | 20 | 40 | 66 |

12 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象，

——所使用的标准T/CGA ××××—202×，

——试验结果及其表示，

——与基本试验步骤的差异，

——试验中观察到的异常现象，

——试验日期。