

Method of Test for Sulfate Ion in Water and Wastewater
(Gravimetric Method)

- 適用範圍：本法適用於自來水、各種天然水、工業廢水、都市污水等之硫酸根離子濃度之檢驗。此等水中之 SO_4^{2-} 濃度可能由數 ppm 至數萬 ppm 之高，相差懸殊，俱供試水樣含 SO_4^{2-} 總量 10mg 以上者，均可適用本法定量，對特別高濃度之水樣，宜減少取用量，並適當稀釋之。
- 概要：水樣若含有可溶性矽酸或顯著之不溶性物質，須先去除。然後在酸性溶液中加入氯化鉍，使硫酸根離子形成硫酸鉍沉澱，再行過濾，灼熱，稱重以求出硫酸根離子濃度。
- 干擾物：可溶性矽酸鹽、硝酸鹽、亞硫酸鹽、懸浮微粒以及氯化鉍沉澱劑本身等均為構成正誤差之主要因素，又鈉鉀等之硫酸鹽若被硫酸鉍之沉澱所吸藏則構成負誤差。若酸性太强將促使硫酸鉍之溶解度增大，亦能導致負誤差。受高度有機物污染之水往往含有硫菌，能消耗 SO_4^{2-} 使變為 S^{2-} ，故此類水樣宜保存於低溫。
- 試藥及器皿
 - 鹽酸 (1+1)：於濃鹽酸中加入等體積之水。
 - 鹽酸 (1+49)：取 HCl (1+1) 4ml，加水成 100ml。
 - 氯化鉍溶液 (0.52N)：取 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 32g 以水溶解成 500ml。本溶液 1ml 可使 25mg SO_4^{2-} 沉澱。
 - 硝酸銀溶液 (N/10)：取 17g AgNO_3 以水溶解成 1l。
 - 古氏 (Gooch) 坩堝：底面直徑為 25mm，具有細孔之瓷坩堝（作為過濾用）鋪入玻璃纖維濾紙，以 HCl (1+1) 洗數次，再以水充分洗除 Cl^- ，並按 5.4 節之方法檢查之。然後於 110~130°C 烘乾 1 小時，移入乾燥器內放冷後稱重備用。
 - 瓷坩堝：於 800°C 灼熱 1 小時，俟冷至 100°C 左右時移入乾燥器內放冷後稱重備用。
- 步驟
 - 取適量水樣 Vml (含 SO_4^{2-} 總量 10mg 以上，必要時規定上限為 200mg) 於瓷製蒸發皿，加 HCl (1+1) 6ml，置於水浴上徐徐蒸乾使矽酸變成不溶性（勿使濺出）。然後於 120~180°C 加熱約 20 分鐘，若含有多量有機物時可再灼熱使其碳化。
 - 冷卻後加 HCl (1+1) 4ml 使內容物濕潤均勻，再加水 20~30ml 並加熱至 80~90°C 使 SO_4^{2-} 溶出完全。經濾紙 5B (或同等品質) 過濾於 250ml 燒杯，用 HCl (1+49) 洗殘渣，再加水稀釋至 200ml⁽¹⁾ (SO_4^{2-} 若總量少於 50mg，則限制液量為 100ml)

註(1)：此時 $[\text{H}] = 6\text{N} \times \frac{4}{200} = 0.12\text{N}$ 或略高，其 pH 值約在 1 左右。故可省略用指示劑檢查之手續。

 - 在水浴上加熱至 90°C 以上，並隨緩和攪拌，以刻度吸管取 BaCl_2 (0.52N) 之溫溶液逐滴加入，直至以目視判斷已不再產生沉澱時，再多加 BaCl_2 使過剩量為已加量之 20%。然後繼續加熱至 90°C 以上並維持至少 2 小時務使沉澱充分熟成。
 - 以已稱重之古氏坩堝 (4.5 項) 濾取 BaSO_4 之沉澱，再用水充分洗除氯離子，並檢查 Cl^- 如下述。
(檢查)：分取濾液 3~5ml 加 AgNO_3 (N/10) 3 滴，若僅呈極輕微之混濁時，已可終了洗滌。若以濾紙 5c (或同等品質) 濾取 BaSO_4 時，按上述操作完成洗滌之後按 5.6 節操作處理之。
 - 含有 BaSO_4 之古氏坩堝在 110°C~130°C 烘乾 1 小時，移入乾燥器內放冷後稱重，求出重量差即得 BaSO_4 之重量 W(mg)。
 - 若以木纖維濾紙過濾 BaSO_4 則置入瓷坩堝，先烘乾後再徐徐加熱至 300~400°C 使其碳化，此時勿使發生火焰。然後維持在此溫度使進行灰化直至碳質燃燒近白色時，熱至 800°C 1 小時，俟冷至 100°C 左右時移入乾燥器放冷稱重。求出重量差即得 BaSO_4 之重量 W(mg)。
- 計算：由 5.5 或 5.6 所得 BaSO_4 之重量 W(mg) 及水用量 V(ml) 依下式計算硫酸根離子之濃度。

$$[\text{SO}_4^{2-}] \text{ (mg/l 或 ppm)} = \frac{411.5 \times W}{V}$$