

F-HZ-DZ-DXS-0026

地下水—总铬和六价铬的测定—二苯碳酰二肼分光光度法

1 范围

本方法适用于地下水中总铬和六价铬的测定。

最低检测量为 $0.2 \mu\text{g}$ 铬。

测定范围： $0.004\text{mg/L} \sim 0.08\text{mg/L}$ 铬。

2 原理

在酸性条件下，用高锰酸钾将三价铬氧化为六价铬，过量的高锰钾用叠氮化钠还原。在微酸性溶液中，六价铬与二苯碳酰二肼作用生成红紫色的络合物，借以进行光度法测定。据此可分别测定总铬和六价铬的含量。

3 试剂

除非另有说明，本法所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水，二次去离子水或等效纯水。

3.1 硫酸溶液（1+5）。

3.2 氢氧化钠溶液（80g/L）。

3.3 氢氧化钠溶液（40g/L）。

3.4 氢氧化钠溶液（240g/L）。

3.5 二苯碳酰二肼溶液：称取 0.1g 二苯碳酰二肼 $[\text{CO}(\text{NH} \cdot \text{NHC}_6\text{H}_5)_2]$ ，加入 50mL 乙醇使其溶解，再加 200mL 硫酸溶液（1+9），贮于棕色瓶中，最好保存在冰箱中，此试液应为无色，变色后不能使用。

3.6 叠氮化钠（ NaN_3 ）溶液（5g/L）。现用现配。

3.7 高锰酸钾溶液（30g/L）。

3.8 铬标准溶液

3.8.1 铬标准贮备溶液：称取 0.1414g 预先经 110°C 烘干 2h 的重铬酸钾（ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ，基准试剂），加水溶解，移入 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1.00mL 含 0.10mg 铬。

3.8.2 铬标准溶液：移取 10.0mL 铬标准贮备溶液于 1000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1.00mL 含 $1.00 \mu\text{g}$ 铬。

3.9 酚酞溶液（10 g/L）：称取 1g 酚酞，溶于 100mL 乙醇（ Ψ （ $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ）=95%）中。

4 仪器设备

4.1 分光光度计。

5 试样制备

取原水样分析。测定水样用量： 50mL 。

6 操作步骤

6.1 六价铬的测定

6.1.1 水样分析

取 50.0mL 水样于 50mL 比色管中，加 1 滴酚酞指示剂，用氢氧化钠溶液（80g/L）中和至微红色，加 2.50mL 二苯碳酰二肼溶液，摇匀。放置 10min。用目视比色或在分光光度计上，用 3cm 吸收皿，于波长 540nm 处，以蒸馏水作参比，测量吸光度。

6.1.2 空白试验

取 50mL 蒸馏水代替试样，按 6.1.1 步骤与试样同时进行测定。

6.1.3 标准曲线的绘制

准确移取 0、0.50、1.00、1.50、2.00、3.00、4.00 μg 铬（ Cr^{6+} ）标准溶液（1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）于 50mL 比色管中，用蒸馏水稀释至 50 mL，以下按 6.1.1 条操作步骤进行。以六价铬的浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

6.2 总铬的测定

6.2.1 水样分析

取 50.0mL 水样于烧杯中，加 4mL 硫酸溶液（1+5），逐滴加入高锰酸钾溶液（30g/L）至呈明显紫色，煮沸 5min~10min（如紫色褪尽，应再加高锰酸钾溶液至有明显紫色为止）。趁热滴加 1 滴~2 滴叠氮化钠溶液（5g/L），慢慢摇动，使高锰酸钾紫色褪去，如紫色不褪，可再加 1~2 滴叠氮化钠溶液，直至紫色褪去。取下烧杯，待完全冷却后，加 1 滴酚酞指示剂，加氢氧化钠溶液（240g/L）中和，最后用氢氧化钠溶液（40g/L）调至刚变微红色。移入 50mL 比色管中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。加 2.50mL 二苯碳酰二肼溶液，摇匀。放置 10min。在分光光度计上，用 3cm 吸收皿，以蒸馏水作参比，于波长 540nm 处，测量吸光度。

6.2.2 空白试验

取 50.0mL 蒸馏水于烧杯中，按 6.2.1 条操作步骤与试样同时进行测定。

6.2.3 标准曲线的绘制

准确移取 0、0.50、1.00、1.50、2.00、3.00、4.00 μg 铬标准溶液（1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）于一组烧杯中，加蒸馏水至 50mL，然后按 6.2.1 步骤进行。以铬的浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

7 结果计算

按公式（1）计算水样中六价铬或总铬的质量浓度：

$$\rho_{\text{Cr}^{6+}} \text{ 或 } \rho_{\text{Cr}} = \frac{m - m_0}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式（1）中：

$\rho_{\text{Cr}^{6+}}$ ——水样中六价铬的质量浓度，mg/L；

ρ_{Cr} ——水样中总铬的质量浓度，mg/L；

m ——从工作曲线上查得的六价铬或总铬的质量， μg ；

m_0 ——从工作曲线上查得的试样空白中六价铬或总铬的质量， μg ；

V——所取水样体积，mL。

8 精密度和准确度

同一实验室测定含铬为 0.085mg/L 的水样，5 次测定的相对标准偏差为 1.3%，相对误差为 ±0.7%。

9 参考文献

- [1] 中华人民共和国地质矿产行业标准，DZ/T 0064. 17-93，地下水水质检验方法. 二苯碳酰二肼分光光度法测定铬[S]. 北京：中国标准出版社. 1996，48-49.
- [2] 岩石矿物分析编写小组. 岩石矿物分析[M]. 第 2 版，北京：地质出版社. 1974，902.
- [3] 中华人民共和国国家标准. GB/T 8538—1995，饮用天然矿泉水检验方法[S]. 北京：中国标准出版社. 1996，37-38.
- [4] 地下水标准检验方法[J]. 地质实验室. 1988，4（增刊）：61-62.