

# 水质 六价铬的测定 二苯碳酰二肼分光光度法

Water quality—Determination of chromium (VI)—1,5  
Diphenylcarbohydrazide spectrophotometric method

## 1 适用范围

1.1 本标准适用于地面水和工业废水中六价铬的测定。

### 1.2 测定范围

试份体积为50ml, 使用光程长为30mm的比色皿, 本方法的最小检出量为0.2 $\mu$ g六价铬, 最低检出浓度为0.004mg/L, 使用光程为10mm的比色皿, 测定上限浓度为1.0mg/L。

### 1.3 干扰

含铁量大于1mg/L显色后呈黄色。六价钼和汞也和显色剂反应, 生成有色化合物, 但在本方法的显色酸度下, 反应不灵敏, 钼和汞的浓度达200mg/L不干扰测定。钒有干扰, 其含量高于4mg/L即干扰显色。但钒与显色剂反应后10min, 可自行褪色。

## 2 原理

在酸性溶液中, 六价铬与二苯碳酰二肼反应生成紫红色化合物, 于波长540nm处进行分光光度测定。

## 3 试剂

测定过程中, 除非另有说明, 均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂和蒸馏水或同等纯度的水, 所有试剂应不含铬。

### 3.1 丙酮。

### 3.2 硫酸

#### 3.2.1 1 + 1 硫酸溶液。

将硫酸 ( $H_2SO_4$ ,  $\rho = 1.84g/ml$ , 优级纯) 缓缓加入到同体积的水中, 混匀。

### 3.3 磷酸: 1 + 1 磷酸溶液。

将磷酸 ( $H_3PO_4$ ,  $\rho = 1.69g/ml$ , 优级纯) 与水等体积混合。

### 3.4 氢氧化钠: 4g/L 氢氧化钠溶液。

将氢氧化钠 ( $NaOH$ ) 1g溶于水并稀释至250ml。

### 3.5 氢氧化锌共沉淀剂

#### 3.5.1 硫酸锌: 8% (m/V) 硫酸锌溶液。

称取硫酸锌 ( $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ) 8g, 溶于100ml水中。

#### 3.5.2 氢氧化钠: 2% (m/V) 溶液。

称取2.4g氢氧化钠, 溶于120ml水中。

用时将3.5.1和3.5.2两溶液混合。

### 3.6 高锰酸钾: 40g/L 溶液。

称取高锰酸钾 ( $\text{KMnO}_4$ ) 4g, 在加热和搅拌下溶于水, 最后稀释至100ml。

### 3.7 铬标准贮备液。

称取于110℃干燥2h的重铬酸钾 ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , 优级纯)  $0.2829 \pm 0.0001$ g, 用水溶解后, 移入1000ml容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液1ml含0.10mg六价铬。

### 3.8 铬标准溶液。

吸取5.00ml铬标准贮备液 (3.7) 置于500ml容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液1ml含1.00μg六价铬。使用当天配制此溶液。

### 3.9 铬标准溶液。

吸取25.00ml铬标准贮备液 (3.7) 置于500ml容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液1ml含5.00μg六价铬。使用当天配制此溶液。

### 3.10 尿素: 200g/L 尿素溶液。

将尿素 [ $(\text{NH}_2)_2\text{CO}$ ] 20g溶于水并稀释至100ml。

### 3.11 亚硝酸钠: 20g/L 溶液。

将亚硝酸钠 ( $\text{NaNO}_2$ ) 2g溶于水并稀释至100ml。

### 3.12 显色剂 (I)。

称取二苯碳酰二肼 ( $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$ ) 0.2g, 溶于50ml丙酮 (3.1) 中, 加水稀释至100ml, 摇匀, 贮于棕色瓶, 置冰箱中。色变深后, 不能使用。

### 3.13 显色剂 (II)。

称取二苯碳酰二肼 2g, 溶于50ml丙酮 (3.1) 中, 加水稀释至100ml, 摇匀。贮于棕色瓶, 置冰箱中。色变深后, 不能使用。

注: 显色剂 (I) 也可按下法配制: 称取4.0g苯二甲酸酐 ( $\text{C}_6\text{H}_4\text{O}$ ), 加到80ml乙醇中, 搅拌溶解 (必要时可用水浴微温), 加入0.5g二苯碳酰二肼, 用乙醇稀释至100ml。此溶液于暗处可保存六个月。使用时要注意加入显色剂后立即摇匀, 以免六价铬被还原。

## 4 仪器

一般实验室仪器和:

### 4.1 分光光度计。

注: 所有玻璃器皿内壁须光洁, 以免吸附铬离子。不得用重铬酸钾洗液洗涤。可用硝酸、硫酸混合液或合成洗涤剂洗涤, 洗涤后要冲洗干净。

## 5 采样与样品

实验室样品应该用玻璃瓶采集。采集时, 加入氢氧化钠, 调节样品pH值约为8。并在采集后尽快测定, 如放置, 不要超过24h。

## 6 步骤

### 6.1 样品的预处理

6.1.1 样品中不含悬浮物, 是低色度的清洁地面水可直接测定。

6.1.2 色度校正: 如样品有色但不太深时, 按6.3步骤另取一份试样, 以2ml丙酮 (3.1) 代替显色剂, 其他步骤同6.3。试份测得的吸光度扣除此色度校正吸光度后, 再行计算。

6.1.3 锌盐沉淀分离法: 对混浊、色度较深的样品可用此法前处理。

取适量样品 (含六价铬少于100μg) 于150ml烧杯中, 加水至50ml。滴加氢氧化钠溶液 (3.4), 调节溶液pH值为7~8。在不断搅拌下, 滴加氢氧化锌共沉淀剂 (3.5) 至溶液pH值为8~9。将此溶液转移至100ml容量瓶中, 用水稀释至标线。用慢速滤纸干过滤, 弃去10~20ml初滤液, 取其中50.0ml滤液供测定。