

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市污水 总铬的测定 二苯碳酰二肼分光光度法

CJ/T 70—1999

Municipal sewage—Determination of total chromium
—1.5 Diphenylcarbohydrazide spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用二苯碳酰二肼分光光度法测定城市污水中总铬。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中总铬的测定。

1.1 测定范围

本方法测定铬的浓度范围为 0.012~1.0 mg/L。

1.2 干扰

本法测定时,三价铁含量大于 1 mg/L,钒含量大于铬含量 10 倍时,会产生干扰,当干扰严重时,可用铜铁试剂将其络合,用三氯甲烷萃取后,再行测定。

2 方法原理

在酸性溶液中,三价铬被高锰酸钾氧化成六价铬,六价铬与二苯碳酰二肼反应生成紫红色络合物,用分光光度法测定。

3 试剂和材料

除另有规定外,均用分析纯试剂及去离子水。

3.1 无水乙醇。

3.2 硫酸(H_2SO_4 , $\rho=1.84\text{ g/mL}$),优级纯。

3.3 磷酸(H_3PO_4 , $\rho=1.69\text{ g/mL}$),优级纯。

3.4 硝酸(HNO_3 , $\rho=1.40\text{ g/mL}$),优级纯。

3.5 5%(m/V)高锰酸钾溶液

将 50 g 高锰酸钾(KMnO_4 , 优级纯),用水溶解,稀释至 1 000 mL。

3.6 20%(m/V)尿素溶液

称取尿素 $[(\text{NH}_2)_2\text{CO}]$ 20 g 用水溶解,稀释至 100 mL。

3.7 50%(V/V)氨水($\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$)

将氨水与等体积水混合。

3.8 2%(m/V)亚硝酸钠溶液

称取亚硝酸钠(NaNO_2)2 g,溶于水后,稀释至 100 mL。

3.9 50%(V/V)磷酸

将磷酸与等体积水混合。

3.10 显色剂

中华人民共和国建设部 1999-06-04 批准

1999-06-04 实施

取二苯碳酰二肼($C_{13}H_{14}N_4O$)0.2 g,溶于100 mL无水乙醇中(3.1),于棕色瓶中,置冰箱中保存。

3.11 铬贮备溶液

称取经110℃干燥2 h的重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$,优级纯)0.282 9±0.000 3 g,用水溶解后,移入1 000 mL容量瓶中,稀释至标线,此溶液1 mL含0.10 mg铬。

3.12 铬标准溶液

吸取5.00 mL铬贮备溶液(3.11)于500 mL容量瓶中,用水稀释至标线,此溶液1 mL含1.00 μg铬,用时现配。

4 仪器

分光光度计

使用的玻璃器皿,均用50%(V/V)硝酸浸泡后,用水洗净。

5 样品

样品用玻璃瓶采集,此瓶预先经洗涤剂洗涤,50%(V/V)硝酸溶液浸泡,再用水洗净。采样后立即用硝酸调节pH小于2,24 h内测定。

6 分析步骤

6.1 空白试验

取50.0 mL水,按6.2.1~6.2.3操作,用所得吸光度从工作曲线上查得空白值。

若空白值超出置信区间时应检查原因,空白值置信区间可按CJ 26.25—91附录B确定。

6.2 测定

6.2.1 消解

取50.0 mL实验室样品作为试料放入高型烧杯中,加入5 mL硝酸(3.4),在电热板上加热,蒸发至10 mL左右,取下冷却,加入5 mL硝酸(3.4),5 mL硫酸(3.2),继续加热至大量白烟出现,如消解溶液不清澈。再添加硝酸(3.4)消解,直至溶液清澈为止,然后用热水洗涤过滤,定容至50 mL,待用。

6.2.2 高锰酸钾氧化三价铬:

取适量消解液(6.2.1)置于100 mL烧杯中,用氨水(3.7)调节溶液至中性,加入0.5 mL磷酸(3.9),加水至50 mL左右,滴加高锰酸钾溶液(3.5)使溶液呈紫红色,在电热板上煮沸至20 mL左右,如紫红色褪去,需再添加高锰酸钾溶液,保持紫红色不褪,取下冷却后,加1 mL尿素溶液(3.6),摇匀,再逐滴加入亚硝酸钠溶液(3.8),每加一滴充分摇匀,至紫红色刚消失为止,待溶液不再有气泡,移至50 mL比色管中,用水稀释至标线。

6.2.3 吸光度测量

向比色管中加入2 mL显色剂(3.10),摇匀,放置10 min,用10 mm比色皿,在540 nm波长下,以水作参比,测量吸光度。

6.2.4 确定铬的含量

将试料的吸光度扣除空白试验的吸光度从校准曲线上查得总铬含量。

6.3 工作曲线绘制

在9只100 mL烧杯中,分别加入0、0.20、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL铬标准溶液(3.12),按6.2.1~6.2.3操作,从测得的吸光度,扣除零标准吸光度后绘制吸光度对总铬含量的工作曲线。

7 分析结果的表述

总铬浓度 c (mg/L),按下式计算:

$$c = \frac{m}{V} \times 1\,000$$

式中： m ——从工作曲线上查得的总铬含量，mg；

V ——用于显色的消解液体积，mL。

8 精密度

七个实验室测定含铬 0.080 mg/L 的统一标准溶液，相对标准偏差为 1.4%，相对误差为 -0.75%。

附加说明：

本标准由中华人民共和国建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部水质标准技术归口单位中国市政工程中南设计院归口。

本标准由上海市城市排水管理处、上海市城市排水监测站负责起草。

本标准主要起草人张开富。

本标准委托上海市城市排水监测站负责解释。