

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市污水 六价铬的测定 二苯碳酰二肼分光光度法

CJ/T 71—1999

Municipal sewage—Determination of chromium (VI)
—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的六价铬。

本标准适用于排入城市下水道污水和污水处理厂污水中六价铬含量的测定。

1.1 测定范围

本方法测定六价铬的浓度范围为 0.012~1.0 mg/L。

1.2 干扰

本法测定中,三价铁含量大于 1 mg/L,钒含量大于铬含量 10 倍时,干扰测定。

2 方法原理

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,用分光光度法测定。

3 试剂和材料

除另有说明外,均用分析纯试剂及去离子水。

3.1 无水乙醇(C_2H_5O)

3.2 50%(V/V)硫酸溶液

将硫酸(H_2SO_4 , $\rho=1.84$ g/mL,优级纯)缓慢地加入到同体积水中,混匀。

3.3 50%(V/V)磷酸

将磷酸(H_3PO_4 , $\rho=1.69$ g/mL,优级纯)与等体积水混合。

3.4 50%(V/V)氨水溶液

将氨水($HN_3 \cdot H_2O$, $\rho=0.90$ g/mL)与等体积水混合。

3.5 20%(m/V)硫酸铵溶液

取 20 g 硫酸铵 $[(NH_4)_2SO_4]$,溶于水中,稀释至 100 mL。

3.6 9%(m/V)硫酸铝钾溶液

将 45 g 硫酸铝钾溶于水中,稀释至 500 mL。

3.7 显色剂

将 0.2 g 二苯碳酰二肼($C_{13}H_{24}N_4O$),溶于 100 mL 无水乙醇中(3.1),摇匀,于棕色瓶中,置冰箱中保存。

3.8 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,摇匀,此溶液 1 mL 含 100.00 μ g 六价铬。

中华人民共和国建设部 1999-06-04 批准

1999-06-04 实施

3.9 铬标准溶液

吸取 5.00 mL 铬贮备溶液(3.8),放入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,此溶液为 1 mL 含 5.00 μg 六价铬,用时现配。

4 仪器

分光光度计。

所有玻璃器皿,经洗涤洗净,用 50%(V/V)硝酸浸泡,再用水清洗。

5 样品

样品采集于玻璃瓶中,用氨水调节 pH 值约为 8,24 h 内进行测定。

6 分析步骤

6.1 空白试验

取与试料等量的去离子水,按 6.2.1 及 6.2.2 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,空白置信区间可按 CJ 26.25—91 附录 B 确定。

6.2 测定

6.2.1 样品处理

取适量实验室样品作为试料,放入 100 mL 烧杯中,加数滴硫酸(3.2)酸化,再加 5 mL 硫酸铵溶液(3.5)及 2 mL 硫酸铝钾溶液(3.6),用水稀释至 50 mL 左右,滴加氨水(3.4),调节溶液 pH 约 7.5,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,用慢速滤纸过滤,弃去最初滤液 10~20 mL,取 50 mL 滤液于 50 mL 比色管中,待用。

6.2.2 显色和吸光度测量

在比色管中加入 0.5 mL 硫酸溶液(3.2),0.5 mL 磷酸溶液(3.3),摇匀,再加 2 mL 显色剂(3.7)摇匀,10 min 后,在 540 nm 波长处,用 10 mm 比色皿,以水作参比,测定吸光度。

6.2.3 确定铬的含量

将试料的吸光度扣除空白试验吸光度,从工作曲线上查得六价铬含量。

6.3 工作曲线绘制

在 8 只 100 mL 烧杯中,分别加入标准溶液(3.9)0、1.00、2.00、4.00、8.00、12.00、16.00、20.00 mL,用水稀释至 40 mL 左右,然后按 6.2.1 及 6.2.2 操作从测得的吸光度扣除零标准吸光度后绘制吸光度对六价铬含量的工作曲线。

7 分析结果的表述

六价铬的浓度 $c(\text{mg/L})$ 按下式计算:

$$c = \frac{m}{V} \times 1000$$

式中: m ——工作曲线上查得的六价铬含量,mg;

V ——试料体积,mL。

8 精密度

实验室内对不同污水样品中加标 0.200 mg/L 的六价铬,进行 17 次测定,平均回收率为 97.5%,相对标准偏差 14.1%。

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。