

引言

铬是一种具有多种价态的金属，最常见的有 Cr (III) 和 Cr (VI)，其中 Cr (VI) 毒性是 Cr (III) 的 100 倍以上，对人类、动物及水生生物均有非常大的毒害作用，被国际癌症研究署 (IARC) 列为一级致癌物。我国《生活饮用水卫生标准》(GB 5749-2006) 中明确规定六价铬的含量不得超过 0.05mg/L，《地下水质量标准》(GB 14848-2017) 中 I 类水中六价铬的限制为 0.005mg/L。

目前六价铬的检测方法主要有二苯碳酰二肼 (二苯卡巴肼) 分光光度法、离子色谱柱后衍生法、原子吸收光谱法、原子荧光光谱法以及电感耦合等离子光谱法等，其中 GB 5750.6-2006《生活饮用水标准检验方法 金属指标》采用二苯碳酰二肼分光光度法检测六价铬，但该方法容易受到样品浊度、色度、干扰离子的影响，尤其是带有颜色的样品，容易出现假阳性或假阴性结果，重复性不佳。

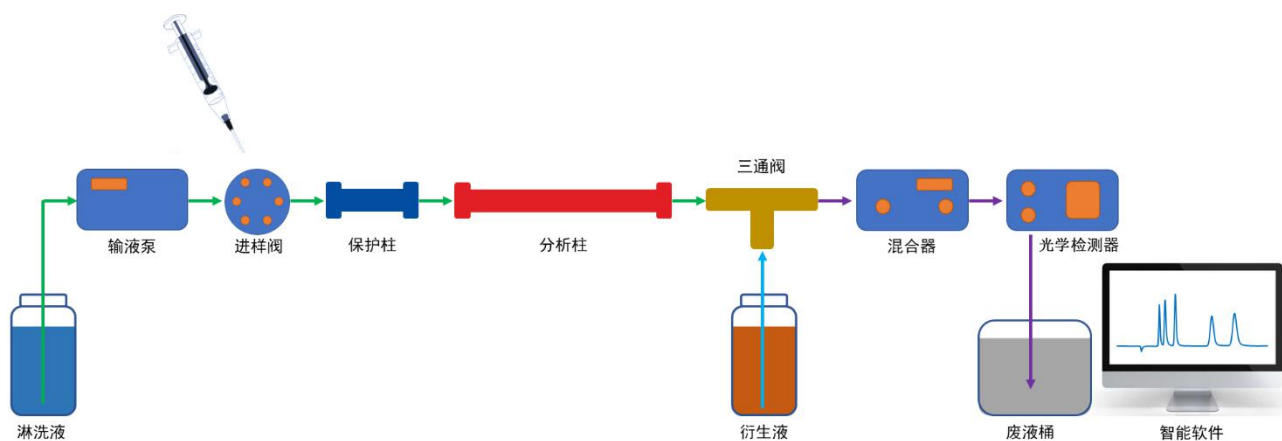
离子色谱法可以将六价铬经色谱柱和其他干扰物质分离，分离后的六价铬与显色剂反应，形成具有特征吸收波长的化合物，通过可见光谱测定该特征吸收波长下的吸光度。此方法具有专属性强、抗干扰的优势，特别适合复杂基体的检测。本文采用离子色谱柱后衍生的方法进行六价铬的检测。

试剂及标准品

1. 硫酸铵，优级纯
2. 氨水，优级纯
3. 二苯卡巴肼
4. 甲醇，色谱纯
5. 硫酸，优级纯
6. 重铬酸钾，基准试剂或优级纯

配置及色谱条件

- 设备型号：CIC-D180
- 色谱柱：SH-AC-1
- 淋洗液 (1L)：250mmol 硫酸铵+7mL 氨水
- 流速：1.0mL/min
- 衍生液 (1L)：二苯卡巴肼 0.7g +10mL 甲醇+28mL 硫酸
- 衍生液动力源：氮气
- 进样量：500 μ L
- 检测方式：光学检测器 (钨灯 540nm)



标准溶液配制

1000mg/L 的 Cr (VI) 标准储备液：准确称取 0.2829g 重铬酸钾溶于水中，转移至 100mL 容量瓶中，稀释定容至刻度线。或者购买市售有证标准溶液。

1mg/L 的 Cr (VI) 标准使用液：准确移取 1mL 重铬酸钾标准储备液于 1000mL 容量瓶中，稀释定容至刻度线。

淋洗液配制

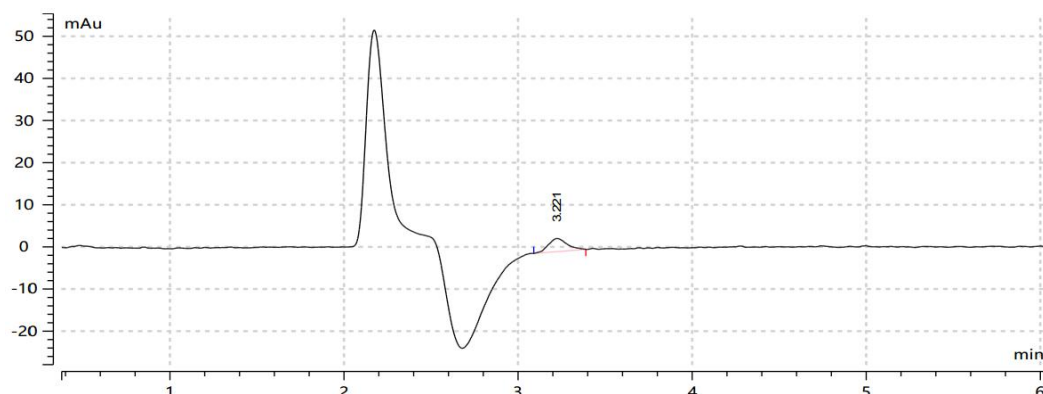
称取 66g 硫酸铵溶解于水中，加入 7mL 氨水，摇匀，稀释定容至 1000mL，立即转移到淋洗液瓶中。

衍生试剂配制

称取 0.70g 二苯卡巴肼溶解于甲醇中。将 28mL 浓硫酸缓慢加入 300mL 水中，并稀释至 500mL。将二苯卡巴肼甲醇溶液转移至硫酸水溶液中，加水稀释至 1000mL，然后转移到衍生试剂瓶中，并将衍生试剂瓶放入动力系统内，调节氮气压力。

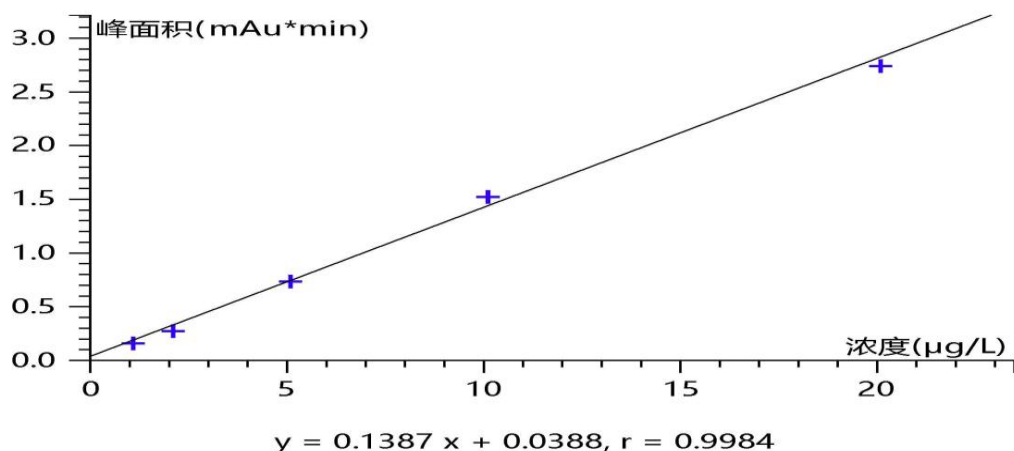
测试谱图

2ppb Cr (VI) 测试谱图：



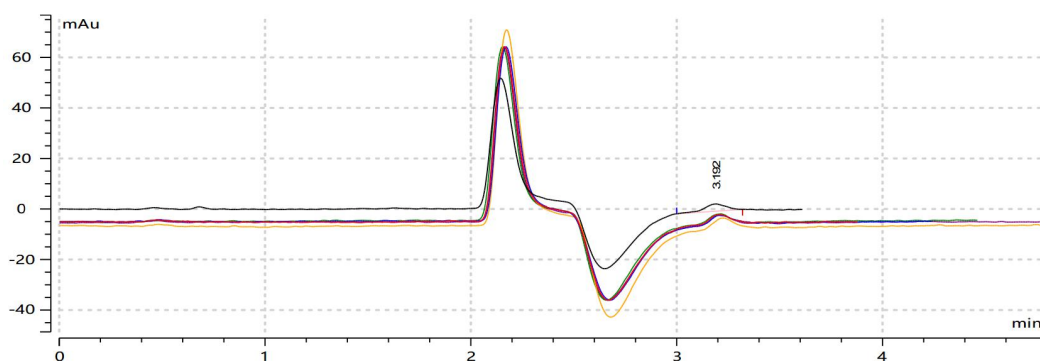
线性谱图

使用 1mg/L 的 Cr (VI) 标准使用液分别配制成 1ppb、2ppb、5ppb、10ppb、20ppb 等一系列标准工作溶液。以质量浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制 Cr (VI) 离子的标准曲线。标准曲线的回归方程为 $Y=0.1387X+0.0388$ 线性相关系数为 0.9984。说明在 1-20ppb 范围内质量浓度与峰面积之间的线性关系良好。



重复性

取 2ppb 的 Cr (VI) 标准工作液，重复进样 6 次，计算测定结果的相对标准偏差 (RSD)，从数据中可以看出，该检测方法的定性相对标准偏差为 0.32%，定量相对标准偏差为 2.43%，方法精密度良好。



结论

本文采用离子色谱柱后衍生方法，对水中 Cr (VI) 的测定进行了研究，该方法具有精密度好、准确性高、灵敏度高的特点，既适用于生活饮用水、地表水等简单基体，也适用于废水等复杂基体，按 3 倍信号噪声比计算，该方法的最小检出浓度可以达到 0.3ppb，超过现有标准的检测要求。