

测定水质六价铬的应用方案（分光法）

方案依据 GB 7467-1987

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，于波长 540nm 处进行分光光度测定。

仪器设备及试剂

使用仪器登记表

仪器名称	厂家及型号	性能状态	备注
美析 UV-1700PC 紫外分光光度计	上海美析仪器有限公司 UV-1700PC	有效	

使用试剂登记表

名称	规格	使用液浓度	厂家
硫酸	优级纯	1+1	国药
氢氧化钠	分析纯	0.4%	国药
磷酸	分析纯	1+1	国药
硫酸锌	分析纯	8%	国药
高锰酸钾	分析纯	4%	国药
氢氧化钠	分析纯	2%	国药
尿素	分析纯	20%	国药
亚硝酸钠	分析纯	2%	国药

丙酮	分析纯	/	国药
二苯碳酰二肼	分析纯	/	国药

### 分析步骤及要求

#### 样品保存

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。

#### 分析步骤

干扰和消除：

样品中不含悬浮物，是低色度的清洁地面水可直接测定。

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

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 100ug）于 150ml 烧杯中，加水至 50ml。滴加氢氧化钠溶液，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。用慢速滤纸过滤，弃去 10~20ml 初滤液，取其中 50.0ml 滤液供测定。（注：当样品经锌盐沉淀分离法前处理后仍含有机物干扰测定时，可用酸性高锰酸钾氧化法破坏有机物后再测定。即取 50ml 滤液于 150ml 锥形瓶中，加入几粒玻璃珠，加入 0.5ml 硫酸溶液、0.5ml 磷酸溶液摇匀。加入 2 滴高钴锰酸钾溶液，如紫红色消退，则应添加高锰酸钾溶液保持紫红色。加热煮沸至溶液体积约剩 20ml。取下稍冷，用定量中速滤纸过滤，用水洗涤数次，合并滤液和洗液至 50ml 比色管中，加入 1ml 尿素溶液。摇匀，用滴管滴加亚硝酸钠溶液，每加一滴充分摇匀，至高锰酸钾的紫红色刚好褪去。稍停片刻，待溶液内气泡逸尽，转移至 50ml 比色管中，用水稀释

至标线，供测定用。)

二价铁、亚硫酸盐、硫代硫酸盐等还原性物质的消除 取适量样品(含六价铬少于 50ug)于 50ml 比色管中，用水稀释至标线，加入 4ml 显色剂(Ⅱ)，混匀，放置 5min 后，加入 1ml 硫酸溶液摇匀。5~10min 后，在 540nm 波长处，用 10 或 30mm 光程的比色皿，以水做参比，测定吸光度。扣除空白试验测得的吸光度后，从校准曲线查得六价铬含量。用同法做校准曲线。

次氯酸盐等氧化性物质的消除：取适量样品(含六价铬少于 50ug)于 50ml 比色管中，用水稀释至标线，加入 0.5ml 硫酸溶液、0.5ml 磷酸溶液、1.0ml 尿素溶液，摇匀，逐滴加入 1 ml 亚硝酸钠溶液，边加边摇，以除去由过量的亚硝酸钠与尿素反应生成的气泡，待气泡除尽后，以下步骤同(免去加硫酸溶液和磷酸溶液)。

铬标准溶液。

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

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

### **样品测定**

取适量(含六价铬少于 50ug)无色透明试份，置于 50ml 比色管中，用水稀释至标线。加入 0.5ml 硫酸溶液和 0.5ml 磷酸溶液，摇匀。加入 2ml 显色剂(Ⅰ)，摇匀 5~10min 后，在 540nm 波长处，用 10 或 30mm 的比色皿，以水做参比，测定吸光度，扣除空白试验测得的吸光度后，从校准曲线上查得六价铬含量。

(注：如经锌盐沉淀分离，高锰酸钾氧化法处理的样品，可直接加入显色剂测定。)

### **空白试验**

按相同步骤以 50.0ml 实验用水代替水样进行空白实验，测定空白吸光度

**检出限的测定**

测定 7 个样品空白浓度，统计其标准偏差并计算其检出限，扣除空白值后的与 0.01 吸光度对应的浓度值为检出限， $MDL=0.01/b$ ，结果如下表：

序号	1	2	3	4	5	6	7
空白吸光度	0.003	0.002	0.002	0.003	0.002	0.002	0.003
标准偏差	0.0005						
检出限 ( mg/L )	0.0017						

**精密度的测定**

取编号为 BY400024，批号为 B1908010 的有证标准物质，进行 7 次平行测定，检测结果见下表

序号	空白吸光度	样品吸光度	样品浓度(mg/L)
1	0.003	0.053	0.0747
2		0.054	0.0760
3		0.054	0.0760
4		0.054	0.0760
5		0.054	0.0760
6		0.054	0.0760
7		0.054	0.0760
平均值			0.0758

相对偏差	0.0005
相对标准偏差 RSD ( % )	0.64

## 结论

将实验数据与标准要求进行对比：

所测项目名称	方法要求	实验室所测数据	是否符合
检出限 ( mg/L )	$\leq 0.004 \text{ mg/L}$	0.0017	合格
相对标准偏差 ( % )	$\leq 10$	0.64	合格
准确度 ( ug/l )	$80.3 \pm 8$	76.0	合格

## 仪器参数

### 美析 UV-1700PC 紫外可见分光光度计

#### 仪器特点

- \* UV - 1700 成功实现了高精度和高可靠性测量的严格要求，可满足各种应用的要求，可用在生物研究、生物工业、药物分析、制药、教学研究、环保、食品卫生、临床检验、卫生防疫等领域。
- \* 宽广的波长范围，可满足各个领域对波长范围的要求
- \* 大规模集成电路的设计大大提高了系统的扩展性和可靠性
- \* 改良优化的光路设计、进口光源和接收器造就了系统高性能和高可靠性
- \* 丰富的测量方法，具有波长扫描、时间扫描、多波长测定、多阶导数测定（选）、双波长、三波长（选）DNA 蛋白质测量（选）等多种测量方法，可满足不同测量的要求，并可在 6 英寸大屏幕上直接显示
- \* 根据用户的要求可选配单孔架、手动四连架、手动八连架、自动八连架、玻璃支架、试管架、1cm 比色架、5cm 比色架、10cm 比色架等

- \* 测量数据可通过打印机输出，具有 USB 接口
- \* 可断电保存测量参数和数据，方便用户使用
- \* 可通过 PC 软件控制实现光谱扫描等更精确和灵活的测量要求

#### 技术指标及基本参数

- \* 波长范围：190 ~ 1100nm
- \* 光谱带宽：1.8nm
- \* 波长准确度：±0.3nm
- \* 波长重现性：≤0.1nm
- \* 透射比准确度：±0.3%  $\tau$  ( 0-100% $\tau$  ) ±0.002A(0 ~ 0.5A) ±0.003A(0.5A ~ 1A)
- \* 透射比重复性：±0.15%  $\tau$  ( 0-100% $\tau$  ) ±0.001A(0 ~ 0.5A) ±0.0015A(0.5A ~ 1A)

#### 关于美析

美析主营光谱类仪器可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、超微量分光光度计、原子荧光光度计、ICP 电感耦合等离子体发射光谱仪、ICP 电感耦合等离子体质谱仪，目前，我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验，结合市场的最新实际需求，近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。