

工业废水中测定六价铬的预处理技术

陈秀琴¹, 张红菊²

(1. 南通市环境监测中心站, 江苏 南通 226006; 2. 南通市城市排水监测站, 江苏 南通 226006)

摘要: 根据复合絮凝剂与阳离子交换树脂两者在分离与处理技术上所起的不同作用, 提出了将两法联合用作工业废水中测定 Cr^{6+} 的预处理技术, 通过一系列条件试验, 确定最佳预处理条件。结果表明, 该法具有去色、去浊率高, 分离效果佳, 排除干扰离子能力强, 分析样品重现性好, 准确度高, 操作简便、快捷的优点。

关键词: 复合絮凝剂; 阳离子交换树脂; 预处理; 工业废水; 六价铬

中图分类号: O 652. 6 文献标识码: B 文章编号: 1006- 2009(2001) 02- 0033- 02

Pretreatment Technique of Determination of Cr^{6+} in Industry Wastewater

CHEN Xi-qin¹, ZHANG Hong-ju²

(1. Nantong Municipal Environmental Monitoring Center, Nantong, Jiangsu 226006, China;

2. Nantong Municipal Drainage Monitoring Station, Nantong, Jiangsu 226006, China)

Abstract: There had different effect of composite flocculation and cationic ion exchange resin in the isolation and treat of wastewater. To combine these two methods for pretreatment of Cr^{6+} before determination. The best reaction condition was determined after research. Results indicated that this method had high colourity decrease, good isolation effect, high anti-disturbance to disturbing ion, good repeatability, high accuracy, and was simple and easy to operate.

Key words: Composite flocculation; Cationic ion exchange resin; Pretreatment; Industry wastewater; Cr^{6+}

目前对带色混浊的工业废水中 Cr^{6+} 的测定, 通常采用锌盐沉淀法^[1], 在实际应用中, 并不能使水样中颜色、浊度得以除去, 影响了 Cr^{6+} 与 Cr^{3+} 的分离及对金属干扰离子的去除。为此, 对 Cr^{6+} 的预处理方法进行了认真研究与试验, 提出用复合絮凝剂(硫酸铝、聚丙烯酰胺)^[2]与阳离子交换树脂联合使用, 即先用复合絮凝剂除色去浊(以防止阳离子交换树脂堵塞, 而影响其交换能力)后, 再通过阳离子交换树脂, 达到分离 Cr^{6+} 和 Cr^{3+} 及消除其他金属离子的干扰。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

7230型分光光度计; 离子交换柱(25 mL 滴定管, 截去下端 0.5 cm, 管底填入少量玻璃棉): 取 732 型强酸性阳离子交换树脂(80 目~100 目), 先用水清洗, 再用 2 mol/L 盐酸浸泡过夜, 用水洗至无氯离子, 将此树脂随水一齐注入管中, 树脂层高 20 cm~25 cm, 柱中不得有气泡, 加水至高出树脂层 2 cm^[3]。20 g/L 硫酸铝溶液; 10 g/L PAM(聚

丙烯酰胺) 溶液; 5.0 mg/L Cr^{3+} 标准溶液; 1.0 mg/L Cr^{6+} 标准使用液。

1.2 试验方法

取水样 50 mL (pH=7) 于 100 mL 离心管中, 加 20 g/L 硫酸铝溶液 1 mL, 混匀, 再加 10 g/L PAM 溶液 0.2 mL, 以 4 000 r/min 转速转 2 min, 待样品静置后, 取适量水样用水稀释至 10 mL, 以 20 mL/min 流量通过离子交换柱, 用 30 mL 水作多次冲洗, 交换液与淋洗液收集于 50 mL 比色管中稀释至 50 mL, 按文献[1] 样品操作步骤测定 Cr^{6+} 。

2 结果与讨论

2.1 废水 pH 值对复合絮凝剂去浊效果的影响

分别取一带色混浊的水样 50 mL 于 100 mL 烧杯中, 用酸或碱调至不同 pH 值, 加入复合絮凝剂, 考察其去色、去浊效果, 当 pH 5~10 之间, 去色、去浊率达 98% 以上。

收稿日期: 2000- 09- 04; 修订日期: 2001- 01- 10

第一作者简介: 陈秀琴(1953-), 女, 江苏南通人, 工程师, 学士, 曾发表论文 2 篇。

2.2 pH 值对阳离子交换树脂交换效果的影响

取含 Cr^{6+} 20.0 μg 标液和含 Cr^{3+} 50.0 μg 标液于烧杯中,用水稀释至 10 mL,用硫酸或氢氧化钠溶液调至不同 pH 值,经离子交换柱交换后,测定 Cr^{6+} 。结果表明,随着酸度降低,吸光值逐渐升高,在 pH 6~12 之间吸光值趋于恒定。

2.3 流量对阳离子交换树脂交换能力的影响

分别将含有 30.0 μg 、50.0 μg 、100.0 μg 和 250.0 μg Cr^{3+} 标准溶液按 3 mL/min、10 mL/min、20 mL/min 和 30 mL/min 的流量流经交换柱,取流出液按文献[1]测定,见表 1。结果表明,当 Cr^{3+} 大于 50.0 μg 时只有少量 Cr^{3+} 泄流,其泄流量随流量增大稍有增加,今选用 20 mL/min。

表 1 不同流量下树脂交换能力

流量	5 mL/min		10 mL/min		20 mL/min		30 mL/min	
Cr^{3+} m/ μg	测定 值/ μg	吸着 率/%	测定 值/ μg	吸着 率/%	测定 值/ μg	吸着 率/%	测定 值/ μg	吸着 率/%
30.0	0	100	0	100	0	100	0	100
50.0	0.25	99.5	0.27	99.5	0.27	99.5	0.43	99.1
100.0	1.30	98.7	1.52	98.5	1.51	98.5	1.90	98.1
250.0	1.28	99.5	1.32	99.5	1.78	99.3	2.36	99.1

2.4 各种 Cr^{6+} 和 Cr^{3+} 混合液的分离效果

在含 5.0 μg 和 20.0 μg Cr^{6+} 标准溶液中,分别加入 10.0 μg 、20.0 μg 、50.0 μg 、100.0 μg 和 150.0 μg Cr^{3+} ,按试验方法操作,流出液按文献[1]测定,结果见表 2。表 2 表明,当 Cr^{3+} 量过多时,阳离子交换树脂不能完全吸附 Cr^{3+} ,导致结果偏高。

表 2 各种混合液的量对 Cr^{6+} 和 Cr^{3+} 的分离效果

Cr^{3+} m/ μg	Cr^{6+} 测定 值/ μg	回收率 $\omega/\%$	Cr^{6+} 测定 值/ μg	回收率 $\omega/\%$
10.0	4.96	99.2	20.10	100.5
20.0	4.97	99.4	20.00	100.0
50.0	5.10	102.0	20.02	101.1
100.0	5.17	102.4	20.22	101.1
150.0	6.04	120.8	20.97	104.8

注: * 含 5.0 μg Cr^{6+} 标液。 ** 含 20.0 μg Cr^{6+} 标液。

2.5 Fe^{3+} 对 Cr^{6+} 测定的影响

在含有 10.0 μg Cr^{6+} 标准溶液中,分别加入 25 μg 、50 μg 、100 μg 、200 μg 、250 μg 、300 μg 和 400 μg Fe^{3+} 离子,经离子交换柱分离,作加与不加磷酸掩蔽试验,结果表明,随着 Fe^{3+} 离子的含量升高, Cr^{6+} 回收率相应降低,说明 Fe^{3+} 对 Cr^{6+} 的测定影响较大,离子交换分离效果并不理想。在加入磷酸后,当溶液中 Fe^{3+} 含量低于 150 μg 时, Cr^{6+} 回收率均在 92.5% 以上,过量 Fe^{3+} 则需用 5% 试

铜铁灵氯仿溶液萃取去除。

2.6 其他金属干扰离子对 Cr^{6+} 测定的影响

根据废水可能存在的干扰离子,此试验选择 10 种金属离子,在含 100 μg Cr^{6+} 溶液中,分别加入下列金属离子 (μg): Cu^{2+} (100、200、500), Hg^{2+} (500、100), Co^{2+} (200、500、1 000), Ni^{2+} (200、500、1 000), Mn^{2+} (200、500、1 000), Mo^{6+} (200、500、1 000), V^{5+} (50、100、200), Ca^{2+} (200、1 000), Mg^{2+} (200、1 000) 和 Al^{3+} (200、500),经交换柱分离后,测定 Cr^{6+} ,回收率在 93.3%~103% 之间,说明它们对 Cr^{6+} 测定无影响。

2.7 精密度和准确度

用不同含量的工业废水样,调节 pH=8,置于冰箱保存。按试验方法连续测定 7 d,相对标准差为 1.2%~3.8%,加标回收率为 97.5%~104%。

2.8 实际样品分析结果比较

为考察方法的实用性,同时使用该法与文献[1]法对中国环境监测总站六价铬标样(0.075 \pm 0.004 mg/L 和 0.178 \pm 0.008 mg/L)及工业废水样品进行对比测定,结果列表 3。从表 3 可以看出,该法对两个标样的测定结果均在其给定值范围内。两种方法对工业废水中测定六价铬的相对误差小于 4%。由此表明,以复合絮凝剂和阳离子交换树脂联用来处理测定 Cr^{6+} 的工业废水样是可行的,亦是可靠的。

表 3 两种测定 Cr^{6+} 方法的对比试验 mg/L

样品	本方法	文献[1]法	相对误差 $\omega/\%$
	\bar{X}	\bar{X}	
标样	0.075	0.073	2.3
标样	0.177	0.174	1.7
工业废水	0.087	0.085	2.3
工业废水	4.44	4.32	2.7
工业废水	5.71	5.55	2.8
工业废水	8.05	7.73	4.0
工业废水	9.53	9.33	2.1
工业废水	13.0	12.6	3.1

[参考文献]

- [1] 国家环保局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法[M]. 第 3 版,北京:中国环境科学出版社,1989. 158.
- [2] 陈秀琴,钱宇红. 复合絮凝剂对工业废水氨氮测定的预处理[J]. 环境监测管理与技术,1999,(6): 27.
- [3] 污染源统一监测分析方法编写组. 污染源统一监测分析方法[M]. 废水部分,北京:技术标准出版社,1983. 41~43.

本栏目责任编辑 李延嗣