

六价铬测定的预处理

陈秀琴

(南通市环境监测中心站, 江苏 南通 226006)

中图分类号: O652.61

文献标识码: C

文章编号: 1006-2009(2003)06-0036-01

许多含 Cr^{6+} 的工业废水混浊有色, 对色度深、浊度大的含铬废水通常采用锌盐沉淀法进行预处理^[1,2]。在实际工作中发现该法常常除色去浊不尽, 使 Cr^{3+} 和 Cr^{6+} 分离以及对其他金属离子干扰的排除受到影响。

今采用在氨水-铵盐的作用下, 以 10 mg Al^{3+} 为载体, 对电镀、印染、制革等行业的含铬废水进行沉淀预处理, 取得了较满意的效果。

1 试验

吸取一定量水样于 100 mL 烧杯中, 加入硫酸铵 3 g 和 5 g/L Al^{3+} 溶液 2 mL , 用水稀释至 40 mL 左右, 待硫酸铵溶解后, 边转边滴加氨水至 $\text{pH } 7\sim 8$, 沉淀完全后, 于比色管中稀释至 100 mL 并摇匀, 再用 $0.45 \mu\text{m}$ 滤膜抽滤, 弃去前 10 mL 初滤液, 承接清澈透明溶液, 按文献[1]法测定 Cr^{6+} 。

2 结果与讨论

2.1 沉淀剂用量确定

取一色深浊大的废水样 10 mL , 加入不同量的硫酸铵和一定量的 Al^{3+} , 按试验方法进行预处理。结果表明, 当溶液 pH 为 $7\sim 8$, 硫酸铵用量是 Al^{3+} 用量的 300 倍时, 沉淀完全且去色效果好。

2.2 载体 Al^{3+} 用量对 Cr^{6+} 回收率影响

在含 $2 \mu\text{g}$ 、 $10 \mu\text{g}$ 和 $20 \mu\text{g Cr}^{6+}$ 标准溶液中, 分别加入含 $5 \text{ mg}\sim 25 \text{ mg Al}^{3+}$ 溶液进行试验。结果表明, 在加入 15 mg Al^{3+} 时, Cr^{6+} 回收率达 95% 以上; 随着 Al^{3+} 用量的增加, Cr^{6+} 的回收率随之降低, 对低含量 Cr^{6+} 回收率的影响尤为明显。

2.3 不同比例 Cr^{3+} 和 Cr^{6+} 混合液对沉淀的分离效果

按 Cr^{3+} 与 Cr^{6+} 的比例为 $0.5:1$ 、 $1:1$ 、 $1.5:1$ 和 $2:1$ 的

混合液, 以试验方法分离 Cr^{3+} 与 Cr^{6+} 。结果表明, 当 Cr^{3+} 含量高至 20 mg 时, Cr^{6+} 的回收率为 $99\%\sim 100\%$, 这说明含少量的 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀不吸附 Cr^{6+} 。

2.4 Fe^{3+} 用量对 Cr^{6+} 回收率影响

在含有 $2 \mu\text{g}$ 、 $10 \mu\text{g}$ 和 $20 \mu\text{g Cr}^{6+}$ 溶液中, 分别加入 $1 \text{ mg}\sim 5 \text{ mg Fe}^{3+}$, 按试验方法分离 Fe^{3+} 。结果表明, 溶液中 Fe^{3+} 含量为 4 mg 时, Cr^{6+} 回收率在 96% 以上; $\text{Fe}^{3+} > 4 \text{ mg}$ 时, 由于生成 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 沉淀能吸附 Cr^{6+} , 使测定结果偏低。

2.5 共存金属离子对 Cr^{6+} 回收率影响

试验表明, 在含有 $10 \mu\text{g Cr}^{6+}$ 的溶液中, 100 倍的 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Hg^{2+} 、 V^{5+} ; 50 倍的 Mo^{6+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} ; 20 倍的 Cu^{2+} 均不干扰 Cr^{6+} 的测定。

2.6 两法实测结果的比较

为进一步验证该预处理方法的可靠性, 用该法与文献[1]法同时对国家环境保护总局标准物质研究所 Cr^{6+} 标准样品及 7 种不同类型的含铬废水样进行比对测定。结果表明, 两方法所测标样结果均在给定值范围内; 对 7 种不同类型的含铬废水样测定的相对误差均 $< 4\%$ 。经数理统计检验, 两法所得结果之间无显著性差异。

[参考文献]

- [1] 国家环境保护总局《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4版, 北京: 中国环境科学出版社, 2002. 348.
- [2] 魏复盛. 水和废水监测分析方法指南[M]. 上册, 北京: 中国环境科学出版社, 1994. 65

收稿日期: 2003-05-07; 修订日期: 2003-10-12

作者简介: 陈秀琴(1953-), 女, 江苏南通人, 高级工程师, 学士, 从事环境监测工作。