

方法 7196A

比色法测试六价铬离子

技术翻译: 刘金云

mail: piery2006@163.com

1.0 适用范围

1.1 方法 7196A 是用来测试 EP/TCLP 的特征提取物及地下水中溶解的六价铬的浓度. 在没有干扰物质存在的情况下(见如下 3.1 章), 此方法也被应用于测试某些生活及工业废弃物.

1.2 方法 7196A 可以用来分析六价铬含量在 0.5mg-50mg/L 范围内的样品.

2.0 方法概述

2.1 在没有如钼, 钒, 汞等干扰物质存在的情况下, 溶解的六价铬离子可通过与二苯卡巴肼在酸性溶液中的反应, 利用比色法来分析. 反应会产生一种红紫罗兰色、不知成份的产物. 此反应十分灵敏. 每克铬原子在 540nm 时的吸光度指数为 40,000. 加入过量的二苯卡巴肼会产生一种红紫罗兰色的产物, 它的吸光度使用光度计在 540nm 来测量.

3.0 干扰

3.1 铬同二苯卡巴肼的反应通常不受干扰的影响. 但是铬盐浓度较低时会受到某些物质的干扰. 六价钼及汞盐也会同试剂反应产生颜色; 但是, 在规定 PH 值下产生的红紫色强度就比铬低得多. 钼和汞的浓度小于 200mg/L 是可以允许的. 钒会产生强烈的干扰, 但是浓度小于铬的 10 倍时不会产生困扰.

3.2 铁浓度大于 1mg/L 时会产生黄色, 但铁产生的此种颜色并不强烈, 而且, 在合适的波长下, 使用光度计测量吸光度, 此种困难并不经常遇到.

4.0 仪器及材料

4.1 比色仪器: 需要如下仪器中的一种: 1. 分光光度计一个, 使用光的波长为 540nm, 提供的光程为 1cm 或更长. 2. 或者过滤光度计一个, 提供的光程为 1cm 或更长, 带有黄绿色的过滤片, 过滤片最大透光度接近于 540nm.

5.0 试剂

5.1 试剂水: 试剂水的杂质需受到监控.

5.2 备用重铬酸钾溶液.: 将 141.4mg 干燥的重铬酸钾(分析纯试剂等级)溶解在试剂水中, 然后稀释至 1 升(1m L 含 50 μg 铬.)

5.3 重铬酸钾标准溶液: 将 10m L 重铬酸钾备用溶液稀释至 100m L. (1m L 含 5 μg 铬.)

5.4 10%的硫酸(V/V):将 10m L 蒸馏试剂等级的硫酸或质量为光谱等级用 100m L 试剂水稀释.

5.5 二苯卡巴肼溶液:将 250mg 1,5 二苯卡巴肼溶解在 50m L 丙酮中.储存在棕色瓶中,发现溶液褪色时要将它丢弃.

5.6 丙酮(分析试剂等级)避免或蒸馏来自金属容器中或带有金属瓶盖的材料.

6.0 样品的收集,储存和处理

6.1 所有的样品都必须采用抽样计划收集,并考虑到本手册第九章中的所有因素.

6.2 由于目前人们还没有完全了解铬离子在提取物中的稳定性,因此,分析应尽快执行.

6.3 为了延迟六价铬离子的化学反应,样品和提取物在分析之前要在 4℃的条件下储存,样品或提取物分析之前的最长放置时间是 24 小时,此 24 小时的放置时间是从提取后开始计算的.

7.0 程序

7.1 颜色生成及测量:将 95m L 要测试的提取物转移到 100m L 的容量瓶中,加入 2m L 的二苯卡巴肼溶液,混合.加入硫酸溶液使 pH 值为 2 ± 0.5 .然后用试剂水稀释至 100m L,使溶液静置 5-10 分钟,让颜色完全生成.将适量的溶液转移到 1-cm 的吸收池中,测量它在 540nm 时的吸光度.使用试剂水作为参照.将样品的吸光度读数减去本方法中使用的空白溶液的吸光度来校正.(见如下备注)制备一个含有所有试剂但不含二苯卡巴肼的样品等分试样,用来校正样品的浑浊度(例如,浑浊空白溶液).从校正后的吸光度,通过参照标准曲线来计算每升中的铬含量.

备注:如果在 7.1 步骤中,溶液在稀释至 100 m L 后是浑浊的,在加入卡巴肼试剂之前读取吸光度读数,通过将读取最终颜色溶液的吸光度读数减去前一个测量到的吸光度读数来校正

7.2 标准曲线的制作:

7.2.1 为了补偿在溶解时或其它分析操作中铬离子可能的少量损失,将铬的标准溶液同样品进行相同的处理.吸入一定体积的铬标准溶液进入 250m L 的烧杯或锥形瓶中,当稀释至合适体积时,产生的标准浓度在 0.5-5mg/L 范围内.

7.2.2 让标准溶液同样品一样,产生颜色,将适量的每种颜色的溶液转移至 1-cm 的吸收池中,测量溶液在 540nm 时的吸光度.使用试剂水作为参照.将吸收度读数减去本方法使用的试剂空白的吸收度进行校正.利用铬离子浓度读数及校正后的吸光度读数在图上描点,制作标准曲线.

7.3 鉴别及验证:

7.3.1 对于每种被分析的样品基体,需要验证其中的还原条件或化学干扰都不会影响颜色的生成.这必须通过分析第二份 10mL 的等分试样,且此滤液的 pH 值已作调整,加入了铬离子.加入的量应使最初等分试样的浓度增大一倍,在任何情况下,增加的量都不会少于 $30\mu\text{g/L}$.为了验证干扰的不存在,掺料的回收率要达到 85%-115%.

7.3.2 如果掺料的加入使浓度处于标准曲线外,需要将分析溶液用空白溶液稀释,并相应计算测试结果.

7.3.3 如果验证的结果显示受到抑制性的干扰,需要将样品稀释后重新分析.

7.3.4 如果样品在稀释后干扰仍然存在,就应当使用替代方法测试.(方法 7195,共同沉淀或方法 7197,螯合作用/萃取).

7.4 酸性提取物产生的回收率如果小于 85%应当重新测试,以确定此较低的掺料回收率是否由于残留的还原剂的存在.此测试方法应先使用 1N 的氢氧化钠使提取物的等分试样呈碱性 (PH8.0-8.5),然后重新掺料再分析.如果某种酸性提取物最初含六价铬小于 5mg/L ,在碱性等分试样中掺入物回收率达到 85%-115%,那么就可以证明此分析方法是有效的.

7.5 分析所有的提取物,所有分析的样品都是作为请愿单上列出的一部分来分析,及所有使用标准滴加法受到基体干扰(见 8.7 节方法 7000)的样品.

8.0 质量控制

8.1 所有质量控制数据都必须维持,以便在参考或检查时很容易得到.要获得更多信息请参考第一章.

8.2 如果样品浓度大于最高标准浓度或处于标准曲线的最高峰处,需将样品稀释.

8.3 测试污染的存在或记忆效应的产生时,每个样品批使用最少量的空白溶液.

8.4 每 15 个样品要使用独立制备的检验标准溶液去验证校正的好坏.

8.5 每 10 个样品要执行一个基体掺料复制物或一个复制样品.一个复制样品就是贯穿样品制备及整个分析过程的一个样品,有关基体掺料和基体掺料复制物的更多信息见第一章.

8.6 标准滴加法(见 8.7 节方法 7000)是用来分析所有的提取物,所有列入请愿清单上的分析,和当一种新的样品基体被分析时.

9.0 方法性能

9.1 表 1 中所显示的数据来自于各州立及合约实验室,此数据目的为显示混合样品制备及分析方法的精确度.

10.0 参考文献

- 1.《水及废弃物的化学分析方法》,EPA-600/4-82-055,1982年10月,方法218.4及218.5.
2. Gaskill, A., 著《RCRA 方法性能数据的编汇和评估》, EPA 契约编号 68-01-7075, 1986年9月,《工作安排第2辑》.

表1 方法性能数据

| 样品基体 | 制备方法 | 实验室复制结果 |
|------------|------|-----------------------------|
| 处理废水后的污泥 | 未知 | 0.096,0.107 $\mu\text{g/g}$ |
| 化学品储存区的沉积物 | 3060 | 115,117 $\mu\text{g/g}$ |

方法 7196A

比色法测试六价铬离子

