

滴定法测定废水中高浓度六价铬的研究

杨东洁¹, 刘嘉扬²

(1. 成都纺织高等专科学校染化系, 成都 610023; 2. 上海市嘉定区环境监测站, 上海 201800)

摘要 对高浓度六价铬废水, 利用 COD_{Cr}测定中的试剂进行六价铬的分析, 对其分析结果作了比较讨论; 该方法简捷、快速, 容易掌握。

关键词 六价铬 滴定法 高浓度六价铬废水
中图分类号: O655.2 **文献标识码**: B

目前测定六价铬的方法主要有二苯碳酰二肼分光光度法。^[1]但此法测定的上限浓度仅为 1mg/L。用此法测定高浓度六价铬废水, 往往需要成倍甚至成百倍的稀释, 容易产生误差, 测定结果的准确度差。而用火焰原子吸收分光光度法^[1]也存在同样问题, 往往测定效果偏低。所以在测定高浓度六价铬废水, 如镀铬废水处理前原液时, 采用滴定法测定, 既快捷又准确。本文对滴定法直接测定高浓度废水中的六价铬作了一些新的尝试。主要是利用 COD_{Cr}测定中的试剂来进行六价铬的分析, 并通过标准样品和废水实样的分析、测定, 来验证此方法的可行性。

1 实验部分

1.1 试剂

重铬酸钾标准溶液: 称取 120 干燥 2h 的重铬酸钾 (优级纯) 1.2258g, 用去离子水溶解后, 移入 1000mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀。此溶液的浓度 $(1/6 K_2Cr_2O_7) = 0.02500 \text{ mol/L}$ 。

试亚铁灵指示液: 称取 1.485g 邻菲罗啉 ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$, 1, 10 - phenanthroline), 0.695g 硫酸亚铁 ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$) 溶于水中, 稀释至 100mL, 储于棕色瓶中。

硫酸亚铁铵标准滴定液: 称取硫酸亚铁铵 $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ 3.95g 溶于水中, 边搅拌边缓缓加入 20mL 浓 H_2SO_4 , 冷却后移入 1000mL 容量瓶中, 加水稀释至标线, 摇匀。临用时, 用重铬酸钾标准溶液标定。

1.2 标定方法

取 100mL 水于 500mL 锥形瓶中, 缓缓加入 20mL 浓硫酸 (优级纯), 混匀。冷却后, 加入 10mL 重铬酸钾标准溶液, 加 3 滴试亚铁灵指示液; 用硫酸亚铁铵溶液滴定, 溶液的颜色由黄色经蓝绿色至红褐色即为终点。硫酸亚铁铵的浓度为:

$$c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2] = \frac{0.02500 \times 10.00}{V}$$

1.3 测试仪器

3500 型原子吸收分光光度计, 7550 分光光度计。

1.4 方法原理

在酸性溶液中, 以试亚铁灵作指示剂, 用硫酸亚铁铵溶液滴定, 使六价铬还原为三价铬, 溶液的颜色由黄色经蓝绿色至红褐色即为终点。根据硫酸亚铁铵溶液的用量, 计算出水样中六价铬的含量。

2 结果与讨论

表 1 硫酸加量不同对测定的影响

H ₂ SO ₄ 加量	水样 1 [#] (mg/L)	水样 2 [#] (mg/L)	标样 (200.0mg/L)
加 20mL	87.48	84.11	200.1
	87.50	84.32	200.2
	87.55	84.56	200.2
	87.47	83.97	199.8
加 30mL	83.21	82.10	196.8
	83.16	81.95	197.1
	83.32	82.15	197.6
	83.28	81.89	196.9

表 2 样品加入先后对测定的影响

	水样 1 [#] (mg/L)	水样 2 [#] (mg/L)	标样 (200.0mg/L)
先加样品			
再加酸	80.44	76.74	197.1
	80.26	76.78	196.5
	80.50	76.72	196.9

续表 2

	水样 1 [#] (mg/L)	水样 2 [#] (mg/L)	标样 (200.0mg/L)
	80.42	76.62	197.2
	87.48	84.11	200.1
先加酸待冷	87.50	84.32	200.2
却后加样品	87.55	84.56	200.2
	87.47	83.97	199.8

表 3 不同方法比较

	滴定法 (mg/L)	比色法 (mg/L)	原子吸收法 (mg/L)
水样 1 [#]	87.48	88.50	80.5
	87.50	87.9	79.6
	87.55	87.2	80.7
	87.47	88.1	79.2
	200.1	202.1	192.3
标准溶液	200.2	200.0	193.1
(200.0mg/L)	200.2	201.5	191.9
	199.8	200.6	192.4

如表 1,分析结果所示,加酸量的不同,对测定结果有影响。加 20mL 浓硫酸时,测定结果最佳;低于 20mL 反应

终点不明显,大于 20mL 酸度过高,六价铬被水样中还原性物质消耗,使测定结果偏低。

如表 2,分析结果所示,按先加样品再加酸操作,测定结果偏低。主要原因是:酸加入后产生大量的热量,为水样中氧化还原反应创造了条件,六价铬被消耗掉,影响测定结果。

如表 3,分析结果表示,三种不同方法的测试,前二种分析结果比较一致。但比色法比较适用于低浓度的分析。比色法测定上限浓度为 1mg/L。如果水样混浊,对测定有干扰。测定高浓度六价铬废水时,需要进行成倍或几十上百倍的稀释,操作不便,容易产生误差。

3 结语

COD_{Cr}是废水监测的必测指标,一般企业监测室都要进行测定。利用 OOD_{Cr}分析所用试剂来做六价铬分析,简便、快速,容易掌握。

参考文献

- [1]水和废水监测分析方法[M]. 北京:中国环境出版社,1996.
- [2]孙汉文. 原子吸收光谱分析技术[M]. 北京:中国科学技术出版社,1992.

On Titrimetric Method Used to Determine High Concentration Cr⁶⁺ of Waste Water

YANG Dong - jie¹, LIU Jia - yang²

(1. Department of Dyeing and Chemistry, Chengdu 610023;

2. Environmental Monitoring Station, Jiading District, Shanghai 201800)

Abstract: Reagent used to determine COD_{Cr} was utilized to analyze high concentration Cr⁶⁺ of waste water; and the results were compared and discussed; the method is proved to be simple, fast and easy to master.

Key words: Cr⁶⁺, titrimetric method, waste water with high concentration Cr⁶⁺