

中华人民共和国国家标准

固体废物 总铬的测定 硫酸亚铁铵滴定法

GB/T 15555.8—1995

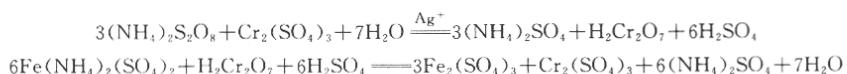
Solid waste—Determination of total chromium—
Titrimetric method

1 主题内容与适用范围

- 1.1 本标准规定了测定固体废物浸出液中总铬的硫酸亚铁铵滴定法。
1.2 本标准方法适用于固体废物浸出液中总铬的测定，方法也可测定水和废水中的总铬。
1.2.1 方法的定量下限为 1 mg/mL。
1.2.2 干扰
钒对测定有干扰，除钒渣浸出液外一般浸出液中钒的含量不会影响测定。三价铁干扰测定，当三价铁的浓度(m/L)为铬的 175 倍时，可引入 2.8% 的相对误差。

2 原理

在酸性溶液中，以银盐作催化剂，用过硫酸铵将三价铬氧化成六价铬。加入少量氯化钠并煮沸除去过量的过硫酸铵及反应中产生的氯气等氧化剂。以苯基代邻氨基苯甲酸做指示剂，用硫酸亚铁铵溶液滴定六价铬，过量的硫酸亚铁铵与指示剂反应，溶液呈亮绿色作为终点。根据硫酸亚铁铵标准溶液的用量计算出固体废物浸出液中的总铬含量。反应方程式如下：



3 试剂

- 除非另有说明，均使用符合国家标准或专业标准的试剂，去离子水或同等纯度的水。
- 3.1 氨水：(1+1)。
3.2 硫酸-磷酸混合溶液：将 150 mL 浓硫酸缓慢加入到 700 mL 水中，冷却后加入 150 mL 浓磷酸溶液，混匀。
3.3 硝酸银溶液 5 g/L：将硝酸银(AgNO₃)0.5 g 溶于水中并稀释至 100 mL。
3.4 硫酸锰溶液 10 g/L：将硫酸锰 1 g 溶于水中并稀释至 100 mL。
3.5 过硫酸铵溶液 250 g/L：将 25 g 过硫酸铵[(NH₄)₂S₂O₈]溶于 100 mL 水中。
3.6 氯化钠溶液 10 g/L：将氯化钠 1 g 溶于水中并稀释至 100 mL。
3.7 N-苯基代邻氨基苯甲酸指示剂 0.2% (简称铬指示剂, C₁₃H₁₁NO₂)：称取铬指示剂 0.2 g，溶于 100 mL 0.2% 的碳酸钠溶液中，摇匀，贮于棕色瓶中，在低温下保存。
3.8 六价铬标准溶液(0.40 mg/mL)：称取于 120℃ 干燥 2 h 的重铬酸钾(K₂Cr₂O₇，优级纯)1.131 6 g，用蒸馏水溶解后转移到 1 000 mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至标线，摇匀。

国家环境保护局 1995-03-28 批准
国家技术监督局

1996-01-01 实施

3.9 硫酸亚铁铵标准溶液:称取分析纯硫酸亚铁铵 $[Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ 25 g 溶于1 000 mL 硫酸-磷酸混合溶液(3.2)中,过滤,用下述方法进行标定。

吸取 10.00 mL 六价铬的标准溶液(3.8),置于 150 mL 三角瓶中,加入 50 mL 水,加入硫酸-磷酸混合溶液(3.2)5 mL 及 5 滴 N-苯基代邻氨基苯甲酸指示剂(3.7),用硫酸亚铁铵溶液(3.9)滴定至溶液由紫红色变为黄绿色即为终点。硫酸亚铁铵溶液对六价铬的滴定度计算如下:

式中： T —— 1.00 毫升硫酸亚铁铵溶液相当于六价铬的毫克数；

V —— 硫酸亚铁铵溶液的消耗量, mL;

0.40—每毫升重铬酸钾溶液(3.5)含六价铬的毫克数。

注：硫酸亚铁铵溶液不稳定，使用前需要重新进行标定。

注：疏散型体质者不建议使用，使用前需要重新进行称重。

4 仪器

4. | 移液管:10 mL,25 mL。

4.2 三角瓶:500 mL。

4.3 滴定管(分刻度 0.1 mL):25 mL,50 mL。

5 样品

5.1 样品的保存：浸出液应置于硬质玻璃瓶或高密度聚乙烯瓶中，加浓硝酸调节样品 pH 值小于 2，并尽快分析。如放置不得超过 24 h。

5.2 样品处理

取适量浸出液于 500 mL 三角瓶中,用氨水溶液(3.1)将溶液的 pH 调节至 1~2。加入硫酸-磷酸混合溶液(3.2)20 mL、硝酸银溶液(3.3)1~3 滴、硫酸锰溶液(3.4)0.5 mL、过硫酸铵溶液(3.5)25 mL,摇匀,加入几粒玻璃珠。加热至出现高锰酸盐的紫红色,煮沸 10 min。取下稍冷,加入氯化钠溶液(3.6)5 mL,加热微沸 10~15 min,除尽氯气。取下迅速冷却,用水洗涤瓶壁并稀释至约 220 mL。

6 滴定

将处理好的试料加入5滴N-苯基代邻氨基苯甲酸指示剂(3.7),用硫酸亚铁铵标准溶液(3.9)滴定至溶液由紫红色变为黄绿色即为终点。记录下标准溶液的用量。

用水代替试液，按同样操作方法制备空白溶液并滴定之。从试液的标准溶液的用量中扣除空白试验品的用量。

7 结果的表示

浸出液中总铬浓度 c 按下式计算：

式中： T —— 硫酸亚铁铵的滴定度， mg/mL 。

V_1 ——滴定消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的量 mL。

V——滴定吸取的浸出液体积, mL

8 精密度和准确度

室内对总铬浓度为 196.5 mg/L 的铬渣浸出液, 6 次平行测定的相对标准偏差为 0.34%; 总铬含量为 5.895 μg 的浸出液双样, 加入 5.00 μg 的标样, 回收率为 99.8% 和 100.4%。

附录 A
注意事项
(参考件)

- A1 器皿不能用含铬的溶液洗涤。
- A2 加过硫酸铵煮沸后若溶液不变红,即二价锰没氧化成七价锰,说明三价铬没有全部氧化成六价铬(因锰比铬的氧化势高)使结果偏低。若发生此现象,取下三角瓶稍冷后再加入稍许过硫酸铵煮沸变红。当过硫酸铵加量不足时,溶液不能由绿色变为红色,说明三价铬没有被氧化。
- A3 于煮沸液中加入氯化钠是为了还原生成的 HMnO_4 ,对铬酸不起分解作用。氯化钠的加入量不能过多。煮沸时间要适当控制,时间太短氧化剂未除尽使结果偏高,时间太长溶液体积少,酸度高,使部分六价铬被还原,使结果偏低。
- A4 铬指示剂具有还原性,滴定时不宜多加,空白及各个试液的加入量应一致。
- A5 钒共存时,测定结果可用系数(1%钒相当于0.34%铬)换算,扣除钒的量。

注:浸出液的制备方法,参见 GB/T 15555.1—1995《固体废物 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法》中的附录 B。

附加说明:

本标准由国家环保局科技标准司提出。
本标准由中国环境监测总站负责解释。
本标准主要起草人王素芳、苏华青、邢书才。
本标准委托中国环境监测总站负责起草。