

ICS
D
备案号

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 742.2—200X

代替 MT/T 742.2-1997

煤矿水中六价铬的测定方法

Determination of chrominum(VI) in mine water

(报批稿)

200X—XX—XX 发布

200X—XX—XX 实施

国家安全生产监督管理总局 发布

前 言

本标准根据 GB/T1.1-2000《标准化工作导则》和 GB/T20001.4-2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》的规定，对 MT/T 742.2—1997《煤矿水中六价铬的测定方法》进行修订。

本标准从生效之日起代替 MT/T 742.2—1997《煤矿水中六价铬的测定方法》

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：重庆地质矿产研究院。

本标准主要起草人：李大华、许 玲、李玉芳、李金平。

本标准于 1997 年首次发布。

煤矿水中六价铬的测定方法

Determination of chromium(VI) in mine water

1 范围

本标准规定了用二苯基碳酰二肼分光光度法测定煤矿水中六价铬含量的测定方法。

本标准适用于煤矿水中六价铬含量的测定。本标准测定六价铬含量范围为 0.004 mg/L~1.000mg/L。

2 原理

在酸性溶液中，六价铬与二苯基碳酰二肼直接反应，形成水溶性的紫红色络合物，在波长 540nm 处测定其吸光度，求得六价铬的总量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 无水乙醇(GB 678)。

3.2 硫酸溶液 [$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}$]：取 100mL 硫酸(GB 625)在不断搅拌和冷却下，缓慢加入到 1700mL 水中，混匀。

3.3 二苯基碳酰二肼溶液：称取 0.5g 二苯基碳酰二肼($\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$) (HG/T 3)溶于 25mL 丙酮(GB/T 686)中，加入 25mL 水，混匀后贮于棕色玻璃瓶中于冷暗处保存。若该溶液已变棕色，应重新配制。

3.4 铬标准贮备溶液 (0.5 mg/mL)：准确称取于 105℃~110℃ 干燥至恒重的重铬酸钾(GB/T 642，优级纯)1.4145g，用水溶解，定容于 1000mL 容量瓶中。

3.5 铬标准溶液 (5 $\mu\text{g/mL}$)：准确吸取铬标准贮备液 (3.4) 10.0mL 定容于 1000mL 容量瓶中。现用现配。

4 仪器

4.1 分光光度计：波长准确度为 $\pm 3 \text{ nm}$ 。

4.2 分析天平：感量 0.1 mg。

5 分析步骤

5.1 做两份水样的重复测定。

5.1.1 用移液管准确吸取 25mL 水样于 50mL 容量瓶中,用水稀释至约 40 mL。

5.1.2 加入 2.5mL 硫酸溶液(3.2),再加入 1mL 二苯基碳酰二肼溶液(3.3)用水稀释至 50 mL,摇匀。放置 5min。

5.1.3 用 1cm 比色皿,在波长 540 nm 处,以标准系列 0 作参比,测定其吸光度。

5.1.4 水样空白试验:用移液管准确吸取 25 mL 水样于 100 mL 烧杯中,加入 2.5 mL 硫酸溶液,再加入 1 mL 乙醇(3.1),充分煮沸 5 min,溶液体积保持在 40 mL~45 mL,冷却后移入 50 mL 容量瓶中,以下按 5.1.2、5.1.3 操作。

5.2 标准曲线的绘制

5.2.1 用移液管分别准确吸取 0mL、1.0mL、2.0mL、3.0mL、4.0mL、5.0mL、6.0mL、7.0mL、8.0mL、9.0mL、10.0 mL 铬标准溶液(3.5)于 100mL 烧杯中,用水稀释至约 40mL,然后按 5.1.2、5.1.3 操作。其对应的铬的质量分别为 0 μ g、5 μ g、10 μ g、15 μ g、20 μ g、25 μ g、30 μ g、35 μ g、40 μ g、45 μ g、50 μ g。

5.2.2 以铬的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

6 结果计算

六价铬含量按式(1)计算:

$$Cr^{6+} = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

Cr^{6+} ——六价铬含量的数值,单位为毫克每升 (mg/L);

m ——水样的吸光度减去水样空白的吸光度后,由标准曲线查得的六价铬质量的数值,单位为微克 (μ g);

V ——所取水样体积的数值,单位为毫升 (mL)。

结果计算到小数点后 3 位,修约至 2 位。

7 精密度

煤矿水中六价铬测定的重复性限应符合表 1 规定。

表 1 煤矿水中六价铬测定的重复性限

$Cr_{(W)}$ /(mg/L)	绝对/(mg/L)	相对/%
≤ 0.1	≤ 0.01	
> 0.1		≤ 10