紫外分光光度计快速分析三价铬镀液中的三价铬

前言

三价铬镀液中三价铬的分析，目前采用硫代硫酸钠滴定法和亚铁滴定法。采用硫代硫酸钠滴定法时，用过氧化钠将三价铬氧化成六价铬，然后用碘化钾还原六价铬，再用硫代硫酸钠滴定单质碘，用过氧化钠氧化三价铬时，需煮沸20~30 min，消耗时间过长。采用亚铁滴定法时，以硝酸银作催化剂，用过硫酸铵将三价铬氧化成六价铬，然后用硫酸亚铁滴定六价铬，该方法也需要加热煮沸较长的时间。本文试验了三价铬镀液中三价铬的快速分析方法，用过硫酸铵氧化三价铬，用分光光度法测定六价铬的质量浓度。该方法，简单快速，试剂用量少，准确度平行性好。

1. 设备及试剂

LabTech UV BlueStarB 紫外分光光度计

LabTech HR200B 光波加热仪

过硫酸铵，AR

冰醋酸，AR

无水醋酸钠，AR

十二水合硫酸铬钾，AR

2. 测试过程

2.1 试剂配置

过硫酸铵溶液：50g/L 水溶液，现配现用

醋酸-醋酸钠缓冲液：冰醋酸 90mL/L，无水醋酸钠 130g/L

三价铬标准溶液：称取 2.884g 十二水合硫酸铬钾溶于 100mL 容量瓶中，该溶液含三价铬 3.00g/L

2.2 标样处理

- 1) 用移液管吸取三价铬标准溶液 0、1、2、3mL 于 4 只 100mL 容量瓶中；
- 2) 各加入 20mL 过硫酸铵溶液 (3.1)，加热沸腾 1~1.5min；
- 3) 用水冷却后加醋酸-醋酸钠缓冲液 10mL，加水稀释至刻度，摇匀得到不同质量浓度的标准溶液。

北京莱伯泰科仪器有限公司

地址：北京空港工业区

电话：010-80486450(总部)/64973119(市场)

传真：010-80486354(总部)/64974268(市场)

2.3 样品处理

- 1) 用移液管吸取 1mL 三价铬镀液于 100mL 容量瓶中;
- 2) 其余步骤同 3.2 的 2)、3), 最后得到一定质量浓度的样品液。

2.4 紫外分光光度法测定

1) 建立标准曲线: 用 1cm 比色皿, 以水作参比液, 在波长 430nm 处测定不同质量浓度三价铬标准溶液 (3.2) 的吸光度 A。以各标准溶液中三价铬的质量浓度位横坐标, 对应的吸光度为纵坐标做图, 得到标准曲线。

2) 样品测试: 用 1cm 比色皿, 以水作参比液, 在波长 430nm 处测定样品液的吸光度 A, 在标准曲线上查得三价铬的质量浓度 $c_{\text{样}}$ 。

2.5 计算

三价铬镀液中的三价铬质量浓度 = $c_{\text{样}} * 100 \text{ g/L}$

3. 测试结果

3.1 标准曲线

图 1 为三价铬标准溶液的质量浓度-吸光度 A 标准曲线。

方程: $A = -0.000647 + 4.610260 c_i$, 相关系数 $R = 0.999985$

图 1 标准曲线

北京莱伯泰科仪器有限公司

地 址: 北京空港工业区

电 话: 010-80486450(总部)/64973119(市场)

传 真: 010-80486354(总部)/64974268(市场)

3.2 样品测试结果

表1为4次样品测试的结果,镀液浓度在2.09~2.35g/L之间,4次平行试验的RSD=5.23%。

表1 样品测试结果

	1	2	3	4
样液浓度 g/L	0.209	0.0222	0.0232	0.0235
镀液浓度 g/L	2.09	2.22	2.32	2.35
RSD%	5.23%			

4. 结论

采用过硫酸铵氧化,紫外分光光度法检测进行三价铬的测定方法比常规的方法快速、简单、平行性好。

参考文献:

- 1、郭崇武. 三价铬镀液中三价铬的快速分析. 电镀与精饰. 2009, 31 (1): 41

撰稿人: 苏丽评