

ICS  
D  
备案号

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 742.1—200X

代替 MT/T 742.1-1997

# 煤矿水中总铬的测定方法

Determination of total chromium 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/T 1.1-2000《标准化工作导则》和 GB/T 20001.4-2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》的规定，对 MT/T 742.1—1997《煤矿水中总铬的测定方法》进行修订。

本标准从生效之日起代替 MT/T 742.1—1997《煤矿水中总铬的测定方法》

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、李玉芳、许 玲、杨 洁。

本标准于 1997 年首次发布。

# 煤矿水中总铬的测定方法

Determination of total chromium in mine water

## 1 范围

本标准规定了用二苯基碳酰二肼比色法测定煤矿水中总铬含量的测定方法。

本标准适用于煤矿水中总铬含量的测定，本标准测定总铬含量的范围是 0.004 mg/L~1.000 mg/L。

## 2 原理

在酸性溶液中，水样中的三价铬被高锰酸钾氧化成六价铬。六价铬与二苯基碳酰二肼反应生成水溶性的紫红色络合物，于波长 540 nm 处测定其吸光度，求得铬的总量。

## 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 高锰酸钾溶液(3g/L)：称取 3 g 高锰酸钾(GB/T 643)，定容于 1000mL 水中。

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

3.4 叠氮化钠溶液：称取 5g 叠氮化钠( $\text{NaN}_3$ ) (化学纯)溶于 100mL 水中，摇匀。

注：叠氮化钠是易爆危险品。

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

3.6 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，用适量水溶解，定容于 1000mL 容量瓶中。

3.7 铬标准溶液(5 μg/mL)：准确吸取铬标准贮备液(3.6) 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±3nm。

4.2 分析天平：感量 0.1mg。

## 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 50mL 水样于 100mL 烧杯中。

5.1.2 加 2.5mL 硫酸溶液 (3.3)，缓慢加入 10 滴高锰酸钾溶液 (3.2)，置于电热板上加热煮沸。如微红色消失，再补加数滴高锰酸钾溶液，煮沸 5min，反复进行此操作，直至微红色不再消失为止。

5.1.3 为了分解过量的高锰酸钾，趁热逐滴加入叠氮化钠溶液 (3.4)，摇匀，至微红色消失后再煮沸约 2 min。溶液冷却后移入 50mL 容量瓶中，用水调节体积至 40mL~45mL。

5.1.4 加入 1mL 二苯基碳酰二肼溶液 (3.5)，用水稀释至刻度，摇匀。放置 5min。

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

5.1.6 水样空白试验：用移液管准确吸取 50mL 水样于 100 mL 烧杯中，加 2.5mL 硫酸溶液 (3.3)，再加入 1mL 乙醇 (3.1)，煮沸 5min，取下冷却后移入 50mL 容量瓶中，用水调节体积至 40 mL~45 mL。以下按 5.1.4 及 5.1.5 处理。

5.2 标准曲线的绘制

5.2.1 用移液管分别准确吸取 0mL、2.0mL、4.0mL、6.0mL、8.0mL、10.0mL 铬标准溶液 (3.7) 于 100 mL 烧杯中，用水稀释至约 50mL，然后按 5.1.2~5.1.5 操作。其对应的铬的质量分别为 0 μg、10 μg、20 μg、30 μg、40 μg、50 μg。

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

总铬含量按式 (1) 计算：

$$C_{r_t} = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$C_{r_t}$ ——总铬含量的数值，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，由标准曲线上查得的相应的总铬的质量的数值，单位为微克 (μg)；

$V$  ——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

煤矿水中总铬测定的重复性限应符合表 1 规定。

表 1 煤矿水中总铬测定的重复性限

$C_{r_i}/(\text{mg/L})$	绝对/ $(\text{mg/L})$	相对/%
$\leq 0.1$	$\leq 0.01$	
$> 0.1$		$\leq 10$