

## 铬、镍、铜、磷、氰现场快速检测

王亮<sup>1</sup>, 唐基禄<sup>2</sup>

(1. 贵州大学科技学院通信工程系, 贵州 贵阳 550025; 2. 深圳市华磊实业有限公司, 广东 深圳 518105)

**[摘要]** 为了快速检测废水中的铬、镍、铜、磷、氰等有害物质, 采用自制的一些化学试剂, 对  $\text{Cr}^{6+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{P}^{5+}$ 、 $\text{CN}^-$  在废水处理现场进行目视比色检测, 速度快, 能迅速判定废水中有害物质是否达到国家规定的排放标准, 检测结果合格达标即可排放, 省时、省费用、简捷方便、适宜工矿企业废水处理中有害元素  $\text{Cr}^{6+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{P}^{5+}$ 、 $\text{CN}^-$  的快速检测。

**[关键词]** 铬; 镍; 铜; 磷; 氰; 化学分析; 废水处理

**[中图分类号]** TG115

**[文献标识码]** B

**[文章编号]** 1001-3660(2008)03-0084-02

## Field Rapid Detection for Cr, Ni, Cu, P, Cyanide

WANG Liang<sup>1</sup>, TANG Ji-lu<sup>2</sup>

(1. Communication Engineering Department of Science and Technology College in Guizhou University, Guiyang 550025, China; 2. Shenzhen Hualei Industrial Co., Ltd, Shenzhen 518105, China)

**[Abstract]** Some of the patented chemical reagents were used for the purpose of field analysis of chrome, nickel, copper, phosphate, cyanides, etc in waster water. The main method is color measurement by visual, which can obtain the result very easy and quick. By the color contrast with the standard sample, we can determine whether the impurities in the water can disposal or not. This method is very suitable for field analysis of the factory or production line, which need to know the result promptly.

**[Key words]** Chrome; Nickel; Copper; Phosphate; Cyanides; Chemical analysis; Waster water treatment

## 0 引言

深圳某公司主要从事五金电镀、化学氧化、抛光、镀锌、镀金、镀银, 品种多、工艺复杂, 废水种类繁多, 在车间进行分管分流排放, 分而治之, 对铬、镍、铜、磷、氰各类废水处理后是否完全合格达标, 需要检测, 如果购买仪器, 像原子分光光度计等, 不仅仪器昂贵, 还要一个熟练操作人员, 检测时间长, 又要购买配套药剂, 每检测 1 项花费十几元, 如果购买现在市面上销售的各类检测试纸药剂, 测量范围宽, 准确度差, 一天检测十几项, 检测费用也不低。但现在环保要求越来越严格, 处理的各类废水必须合格达标才能排放, 不达标必须返回重新处理。废水连续处理瞬时变化大, 仪器不能及时检测出来, 影响处理加药剂, 在生产现场, 我们利用自配的药剂, 对铬、镍、铜、磷、氰进行快速检测, 只需几十秒或 3~5min, 一个项目就能检测出来, 时间短, 马上出结果, 可及时调整药液, 费用也不高, 成本低, 适合工矿企业现场监测。以下介绍铬、镍、铜、磷、氰的目视检测方法, 该方法快速、简捷、容易操作。

## 1 $\text{Cr}^{6+}$ 废水检测

### 1.1 应用试剂及标液配制

1)  $V(\text{H}_2\text{SO}_4):V(\text{H}_2\text{O})=1:1$  量取 100mL 的  $\text{H}_2\text{SO}_4$

(98%), 在搅拌下缓慢加入 100mL 水中, 冷却、移入试剂瓶中备用。

2)  $V(\text{H}_2\text{SO}_4):V(\text{H}_2\text{O})=1:1$  量取 100mL 的  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (85%), 加入 100mL 水中摇匀, 冷却、移入试剂瓶中备用。

3) 铬试剂 称取 0.2g 二苯氨基脲溶于 50mL 丙酮中, 加入纯水稀释 100mL, 移入棕色瓶中低温保存, 溶液变黄色不能用, 须另配。

4) 六价铬离子标液(目视比色操作熟练后可不必配) 称取基准试剂 0.2829g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (120℃干燥冷却至室温), 溶于纯水中移至 1L 容量瓶中, 稀释至刻线, 摇匀, 即得  $[\text{Cr}^{6+}]=100\text{mg/L}$  标准溶液。

(1) 吸取上述标液 5mL 于 1000mL 容量瓶中稀释至刻线, 摇匀, 即得  $[\text{Cr}^{6+}]=0.5\text{mg/L}$  标液。

(2) 吸取  $[\text{Cr}^{6+}]=100\text{mg/L}$  标液 10mL 于 1000mL 容量瓶中稀释至刻线, 摇匀, 即得  $[\text{Cr}^{6+}]=1\text{mg/L}$  的标液。

### 1.2 目视检测方法

取处理好的六价铬废水(若废水混浊可过滤或澄清)和  $[\text{Cr}^{6+}]=0.5\text{mg/L}$  标准溶液各 10mL 分别加入 25mL 比色管中, 各加入 5 滴  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  和  $\text{H}_2\text{O}$  的体积比为 1:1) 和 5 滴  $\text{H}_3\text{PO}_4$  ( $\text{H}_3\text{PO}_4$  和  $\text{H}_2\text{O}$  的体积比为 1:1) 摇匀, 再加入 10~15 滴铬试剂, 摇匀后静置 0.5~2min, 目视检测: 如废水试管的红颜色比  $[\text{Cr}^{6+}]=0.5\text{mg/L}$  标准颜色深(深红色), 说明  $\text{Cr}^{6+}$  超标, 须继续加药剂处理, 若颜色浅或无色, 表示  $[\text{Cr}^{6+}]\leq 0.5\text{mg/L}$ , 说明合格达标, 可排放<sup>[1]</sup>。

**[收稿日期]** 2008-03-07

**[作者简介]** 王亮(1986-), 男, 贵州凯里人, 本科, 研究废水处理, 中水回用。

## 2 镍废水检测

### 2.1 应用试剂及标液配制

1) 2mol/L 氨水 量取 133.3mL 浓氨水移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,移入棕色瓶中备用。

2) 镍试剂 称取 1g 丁二酮肟溶于 100mL 乙醇,摇匀,移入棕色瓶中。

3) 镍离子标准液 称取 1g 纯镍粉(99.99%)于 250℃ 干燥 2h,并冷却至室温溶于  $\text{HNO}_3$  ( $\text{HNO}_3$  和  $\text{H}_2\text{O}$  的体积比为 1:1) 中,移入 1000mL 容量瓶中稀释至刻度,摇匀即得  $[\text{Ni}^{2+}] = 1000\text{mg/L}$  标准液,吸取上述标准液 0.5mL 移入 1000mL 容量瓶中稀释至刻度,摇匀即得  $[\text{Ni}^{2+}] = 0.5\text{mg/L}$ ; 吸取  $[\text{Ni}^{2+}] = 1000\text{mg/L}$  标液 1mL 移入 1000mL 容量瓶中稀释至刻度,摇匀,即得  $[\text{Ni}^{2+}] = 1\text{mg/L}$ 。

### 2.2 镍目视检测方法

取  $[\text{Ni}^{2+}] = 1\text{mg/L}$  标液和废水样品(若废水混浊,应过滤或澄清)各 10mL 分别加入 25mL 比色管中,加入 1mL 氨水(质量浓度为 2mol/L)使溶液呈碱性,然后加入镍试剂 2~5 滴,如果废水样的红颜色比  $[\text{Ni}^{2+}] = 1\text{mg/L}$  标液的颜色浅或无色,表明废水  $[\text{Ni}^{2+}] < 1\text{mg/L}$ ,说明合格达标可排放,否则须继续加药处理,多次检测熟练后可不用与标液对照<sup>[1]</sup>。

## 3 铜废水检测

### 3.1 应用试剂及标液配制

1) 铜显色剂(HI 93702-0)

2) 铜离子标准溶液 称取已在 60℃ 干燥 2h,并冷却至室温的  $\text{AR CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  4.54g 溶于 100mL 纯水中移入 1000mL 容量瓶中摇匀稀释至刻度,则  $[\text{Cu}^{2+}] = 1000\text{mg/L}$  的标准液,吸取上述标液 1mL 于 1000mL 容量瓶中稀释至刻度,即得  $[\text{Cu}^{2+}] = 1\text{mg/L}$  的标液。

### 3.2 铜目视检测方法

取铜标液( $[\text{Cu}^{2+}] = 1\text{mg/L}$ )与废水样(若废水混浊,应过滤或澄清)各 10mL 分别加入 25mL 比色管中,加入铜显色剂(注:1 包药剂分为 5~8 份,每次加 1 份可节约使用)摇匀,0.5 min 后显橙红色,若废水样的红色比标准液浅或无色,表明  $[\text{Cu}^{2+}] < 1\text{mg/L}$  合格达标,可排放,若颜色深,说明超标,须继续处理。

## 4 含磷废水检测

### 4.1 应用试剂及标液配制

1)  $V(\text{H}_2\text{SO}_4):V(\text{H}_2\text{O}) = 1:1$  150mL 的  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (98%) 在搅拌下缓慢加入 150mL 水中,冷却移入试剂瓶中备用。

2) 10% 抗坏血酸溶液 称取 10g 抗坏血酸溶于少量水中,移入 100mL 容量瓶中摇匀加水稀释至刻度,装入棕色瓶中备用,该溶液冷藏可稳定几周,颜色变黄须重配。

3) 钼酸铵溶液 称取 13g 钼酸铵溶于 100mL 水中,称取

0.35g 酒石酸锑钾溶于 100mL 水中,在不断搅拌下,将钼酸铵溶液加入 300mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液中,再加入酒石酸锑钾溶液,摇匀,储存于棕色瓶中,冷藏备用。

4) 标准磷溶液 将 AR 磷酸二氢钾 ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) 于 110℃ 干燥 2h,称取 0.217g 溶于水中,移入 1000mL 容量瓶中,加入 5mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液 ( $\text{H}_2\text{SO}_4$  和  $\text{H}_2\text{O}$  的体积比为 1:1),用水稀释至刻度,摇匀,此时以磷酸盐计,含磷 50mg/L,再吸取标液 10mL 溶于水中,移入 500mL 容量瓶中稀释至刻度,此磷酸盐标准液按含磷计 1mg/L。

### 4.2 目视比色测磷

取 2 支 50mL 比色管分别加入废水样和标样各 25mL,再加 0.5mL 10% 抗坏血酸溶液,30s 后加入 2mL 钼酸铵溶液摇匀,放置 3~5min,比色观察,标液显淡蓝色,如废水样比标样色更蓝,说明磷超标,需继续加药剂处理,若废水样无色或比标样色更浅,说明废水合格达标,可排放<sup>[2]</sup>。

## 5 含氰废水检测

### 5.1 应用试剂及标液

1) 饱和溴水,36% 醋酸,吡啶直接使用。

2) 硫酸联胺溶液 称取 0.5g 硫酸联胺溶于 100mL 水中,移入棕色瓶中。

3) 联苯胺溶液 称取 0.5g 联苯胺溶于 50mL 乙醇中,移入棕色瓶中。

4) 氰标准液 称取 0.94g  $\text{NaCN}$  溶于 100mL 水中,加入 2 滴 100g/L  $\text{NaOH}$ ,在容量瓶中稀释至 1000mL 摇匀,即  $[\text{CN}^-] = 500\text{mg/L}$ ,吸取上述标液 1mL 移入 1000mL 容量瓶中稀释至刻度,摇匀即得  $[\text{CN}^-] = 0.5\text{mg/L}$  标准液。

### 5.2 目视比色测氰

取  $[\text{CN}^-] = 0.5\text{mg/L}$  标液与废水样品(若废水混浊,应过滤或澄清)各 10mL 分别加入 25mL 比色管中,在通风柜中加 36% 醋酸液 6 滴,使之呈酸性,加饱和溴水使溶液呈黄色,摇匀,放置 2~5min,滴加硫酸联胺 3 滴至黄色退去,加吡啶 10 滴,联苯胺 3 滴,生成红色有机染料表示有  $\text{CN}^-$  存在,如废水样比  $[\text{CN}^-] = 0.5\text{mg/L}$  标液颜色浅或无色,表明废水中  $\text{CN}^-$  浓度小于 0.5mg/L,可排放,如红色深表示废水不达标,须继续处理(注:检测时应在室温 23℃ 以下进行)。

## 6 结 语

铬、镍、铜、磷、氰废水处理是否合格达标,用自配的药水采用目视比色法,能快速准确地判断,合格可及时排放,不合格继续处理,检测方法快捷、准确、成本低、操作简单容易,完全适合工矿企业电镀等各类废水的临时检测,有较好环境效益和经济效益。

### [参 考 文 献]

- [1] 唐海峰. 含铬、磷、镍废水现场快速检测[J]. 电镀与精饰, 2005, 27(3): 47
- [2] 吴文. 印刷线路板电镀废水综合治理[J]. 表面技术, 2001, 30(4): 52-53