

实验9 六价铬的测定—二苯碳酰二肼分光光度法

1. 目的要求

- (1) 掌握分光光度法测定六价铬的原理和方法；
- (2) 学会分光光度法吸收曲线的测绘和测量波长的选择；
- (3) 掌握曲线法的实验技术。仪器与试剂。

2. 仪器与试剂

- (1) 仪器 分光光度计，50mL比色管(或容量瓶)，吸量管等。
- (2) 试剂

① 六价铬标准贮备溶液：称取0.1414g预先在105~110℃干燥2h的 $K_2Cr_2O_7$ (优级纯)，用水溶解后，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。引起此溶液每mL含 $50.0\mu gCr^{6+}$ 。

② 六价铬标准溶液：吸取5.00mL铬贮备溶液至250mL容量瓶中，加水稀释至标线，摇匀，此溶液每mL含 $1.0050.0\mu gCr^{6+}$ ，临用时配制。

③ 二苯碳酰二肼溶液：称取0.20g二苯碳酰二肼于100mL95%的乙醇中，一面搅拌，一面加入400mL(1+9) H_2SO_4 。于棕色瓶中置冰箱内可保存半月。颜色变深不能使用。

注意事项：

所用玻璃仪器要求内壁光滑，不能用铬酸洗液浸泡，可用合成洗涤剂洗后再用浓 H_2SO_4 洗涤，然后依次用自开水、蒸馏水淋洗干净。

3. 实验步骤

(1) 取干净的50mL比色管7支，向其中一支加入50.0mL被测水样(Cr^{6+} 含量高时，应少取水样，加蒸馏水至50mL)，其余6支(分别编号)依次加入 Cr^{6+} 标准溶液0.00，0.50，1.00，3.00，5.00，7.00mL，加水至标线。

(2) 向各比色管均加2.50mL二苯碳酰二肼溶液，立即混匀，放置10min。

(3) 测绘吸收曲线并选择测量波长 选择加有5.00mL铬标准溶液的显色溶液

及试剂空白溶液，分别盛于 1cm 比色皿中，放置于仪器中比色架上。按仪器使用方法操作，以试剂空白作参比，以 460~560nm 间，每隔 10nm 测量一次吸光度 A (注意：每改变一次波长均需用参比溶液调吸光度 A=0.000)。以波长为横坐标，相应的吸光度 A 为纵坐标，绘制吸收曲线。选择最大吸收波长作为本实验的测量波长。

(4) 在选定波长下，用 1cm 比色皿，以试剂空白作参比，测定各自的吸光度 A。

(5) 标准曲线的绘制 以铬的浓度为横坐标，对应的吸光度 A 为纵坐标，绘制标准曲线。

(6) 数据处理

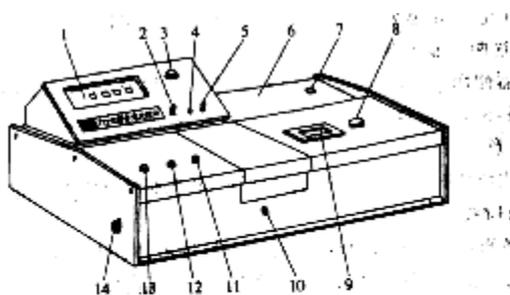
① 标准曲线法 根据水样测量的吸光度 A，从标准曲线查得水样对应的含铬量，并计算出水样中 Cr^{6+} 的含量。

② 用最小二乘法求出一元线性回归方程及相关系数。

$$A=a+bc(\mu\text{g}/50\text{mL})$$

根据水样的吸光度 $A_{\text{样}}$ ，可求得 $c_{\text{样}}$ ，再计算出水中 Cr^{6+} 的含量。

4. 722 型分光光度计的使用方法



722 型光度计外形

1. 数字显示器 2. 吸光度调零旋钮 3. 选择开关 4. 吸光度调斜率电位器 5. 浓度旋钮 6. 光室 7. 电源开关 8. 波长手轮
9. 波长刻度窗 10. 试样架拉子 11. 100%T 旋钮 12. 0%T 旋钮 13. 灵敏度调节钮 14. 干燥器

灵敏度置于“1”，选择开关置于“T”，按下开关调所需波长，预热 5~10min，开盖调“0%T”显示“00.0”，闭盖(盛参比)调“100%T”显示“110.0”(若显示不到 100.0，增大灵敏度)，选择开关置于“A”，显示“.000”(若不是，调 A 旋钮，使其显示“.000”)，然后将试样拉入光路，此时显示值为试样的吸光度。

注意事项：

(1) 本法选用于测定较清洁水中 Cr^{6+} 的含量，如果水样有色及浑浊时，可采用活性炭吸附法或沉淀分离法进行预处理。

(2) Cr^{6+} 与二苯碳酰二肼反应时，显色酸度一般控制在 $c_{1/2\text{H}_2\text{SO}_4} = 0.05 \sim 0.3 \text{ mol/L}$ 以 0.2 mol/L 时显色最好。显色前，水样应调至中性。显色时，温度和放置时间对显色有影响，在温度 15°C ， $5 \sim 10 \text{ min}$ 时颜色即稳定。

思考题

1. 试由标准曲线的斜率求出 Cr^{6+} 与二苯碳酰二肼配合物的摩尔吸光系数，你的计算值与文献值 $4 \times 10^4 \text{ L}/(\text{cm} \cdot \text{mol})$ 是否一致？若有差别，请作出解释。
2. 本实验中哪些溶液的量取需要准确？哪些不必要很准确？
3. 使用分光光度计应注意什么问题？比色皿透光面为什么一定要干净？