

应用瓦里安Cary 50分光光度计和多孔读数板 高效快速测定WEEE/RoHS六价铬

摘要

本文介绍了一种简单、快速测定低浓度六价铬的方法，此方法的优点在于：
分析速度快，60秒内可以分析96个样品。
制样、仪器操作简便。
与传统的LC-MS和ICP相比，仪器运行成本低。
每次分析微升级的样品就可以，分析费用低。

前言

六价铬的化合物广泛应用在不锈钢、染料、油漆、油墨、塑料、光敏化合物、防腐涂料等工业产品中，它们对环境有巨大的危害性，被认定为14种毒性最大的重金属之一，泄漏会对人体、动物、植物产生一系列的危害，所以监控六价铬化合物在环境中的含量非常必要。

新近公布的RoHS和WEEE指令中，应用如下方法测定六价铬：将六价铬化合物溶液在酸性溶剂中与二苯基卡巴阱（di phenyl carbohydrazide）发生选择性显色反应，生成紫红色络合物（1,5-di phenyl -carbohydrazine），然后用UV-VIS分析540nm附近产生最大吸收峰。

基于这一标准，我们用瓦里安公司的Cary 50紫外可见分光光度计配合多孔板在60秒内对96个样品进行了精确的测定。与传统方法例如LC-MS和ICP仪器运行涉及到高昂的样品制备和仪器运行费用相比，这一方法的优点在于简单、高速、自动、低成本，并且，投资在仪器购买上的成本也要低很多。

仪器

瓦里安Cary 50紫外可见分光光度计
瓦里安扫描型多孔板MPR

试剂

0.1mg/mL Cr(VI)：K₂Cr₂O₇事先干燥，然后将0.2828克K₂Cr₂O₇（AR级）用超纯水溶解到1L容量瓶中，定容。

1.0mg/L Cr(VI)：将10mL上述0.1mg/mL Cr(VI)溶液用超纯水稀释在1L容量瓶中，定容。

磷酸溶液：50 mL高浓度磷酸用超纯水稀释在1L容量瓶中，定容。

二苯基卡巴阱（diphenylcarbohydrazide）指示剂：将0.25 g 1,5-diphenylcarbohydrazide溶解在100 mL丙酮中，（此溶液置于棕色瓶中，在4℃下可以稳定一周）。

实验

用超纯水稀释1.0mg/L Cr(VI)标准溶液，得到五个浓度分别为0.1mg/L、0.2mg/L、0.3mg/L、0.4mg/L、0.5mg/L的标准溶液。

任意取些标准溶液的混合物作为未知样品。加入4%氢氧化钠和硫酸的混合物保存以防止干扰。

将50mL的标样或者待测样移入100mL容量瓶中，每个瓶中加入2.0 mL二苯基卡巴阱（di phenyl carbohydrazide）指示剂，混合物摇匀，最后，加入1mL磷酸，摇匀后静置10分钟以充分显色。

用多通道微量加液器（20-1000 μ l 容量）将300 μ l 铬溶液样品移入标准多孔板。用Cary 50多孔板测量系统测试540.9 nm下每个样品的吸光度值。未知样品的浓度在Wi nUV Microplate Reader software软件浓度测量的模式下测定。

结果

表1标出了浓度在0.1 - 0.5 mg/L的标准Cr(VI)溶液和显色剂混合物的扫描图叠加的效果。图中Cr(VI)的最大吸收在540.9nm。

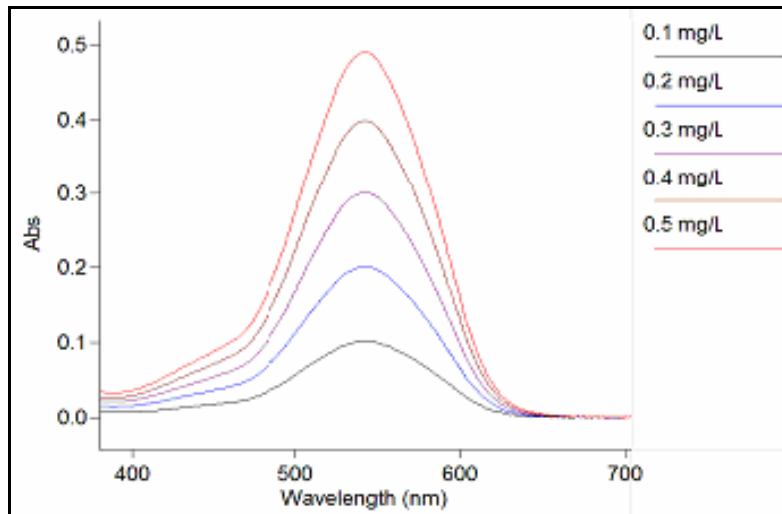
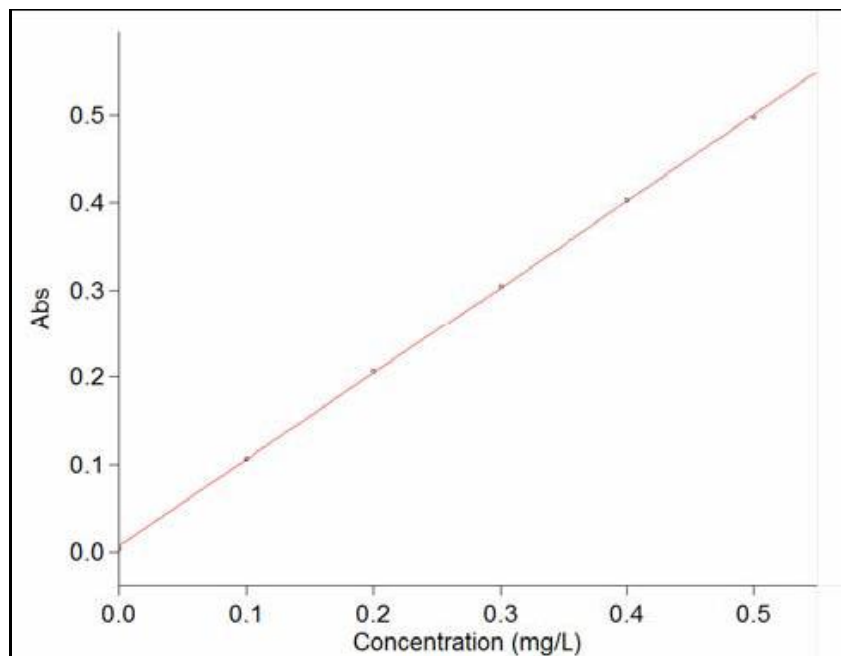


图1 标准Cr(VI)溶液的吸光度光谱

应用图1中标准Cr(VI)溶液（或者是其稀释的溶液）测试结果，建立工作曲线，测试未知浓度Cr(VI)溶液的结果总结如表1所示，标准工作曲线的线性如图2所示。

表1 未知样品测试结果 (Cr(VI)浓度在0.1-0.5 mg/L范围内)

Cr(VI) 浓度范围(mg/L)	0.1-0.5
分析样品数	84
测试时间(sec)	60
平均吸光度值	0.3083
重复性 (标准偏差)	±0.0031
%RSD	1.01%


 图2 标准六价铬溶液校正曲线 ($R^2 = 0.99985$)

结果与讨论

本文阐述了一种快速测定水溶液中低浓度六价铬溶液的方法,结果显示了非常好的线性、灵敏度和重复性。虽然所用到的仪器价格不是非常昂贵,但是却可以在几十秒钟内快速测定384个 μ L级样品中的六价铬,所以在测试样品任务比较繁重的公司以及希望节约测试费用的公司有着巨大的应用潜力,并且Cary 50 多孔板读数系统测试结果显示了非常好的相关性和重现性。

由于按照RoHS和WEEE指令测试相似浓度六价铬的工作越来越多,越来越重要,所以我们计划将这种简单高效的测试方法推广到测试其他有毒的环境污染物上面。

