

剧烈振荡 5—10 分钟,静置分层。弃去水层后从上口将苯液倾注入吸收柱(切勿使水珠入柱),以约每分钟 2 毫升的流速流过管柱,流干后关闭活塞,立即加入 1% 氯化钠 4 毫升,1:1 硫酸 2 毫升,并用滴管吸吹使粉剂全部溶入汞蒸气发生器中。

2. 测定: 按一般测定系统装置。 吹气

5—15 分钟后加入氯化亚锡-氯化镉混合液 0.25 毫升,在测汞仪上试测,若读数高要继续吹气,直至读数接近或等于零。然后调节流速为 0.5 升/分,加入 45% 氢氧化钠 4 毫升,迅速盖严,测记最高读数。

样品经处理后,按上述方法进行测定。

天然水及污水中微量硼的快速测定

章竹君 耿 征 商寿岩 陆天庆

(陕西师范大学化学系)

(西安郊区环保办)

姜黄素是测定硼的最灵敏和可靠的试剂,它在硫酸-冰醋酸介质中同硼生成 1:2 的红色络合物,其组分为 $B(H_2A)_2 \cdot B(H_2A)_2$ 络离子必须在脱水的状态下,才能较快形成。当水的含量在 0.25 毫升以下时,反应速度降低不大;当含量大于 0.25 毫升时,反应速度迅速降低。因此在现行的各种方法中都要进行脱水操作。不管采用那一种脱水方法,操作要求严格,分析速度慢,易出很大偏差。

我们研究了有少量水(不大于 0.25 毫升)存在时在硫酸-冰醋酸介质中硼与姜黄素形成稳定络合物的条件。采用小体积显色,加入氟化钠掩蔽消除干扰的方法,快速测定了天然水及污水中的微量硼。此法的优点是灵敏度高,简便(不需脱水操作),快速和易于掌握。

一、仪器和试剂

1. 72 型分光光度计。

2. 标准硼溶液: 浓度为 1.00 毫升=100 毫克硼。应于聚乙烯塑料瓶中保存。

3. 姜黄-冰醋酸试剂: 溶解 0.25 克姜黄素于 200 毫升冰醋酸中,配成 0.125% 溶液。

4. 硫酸-冰醋酸溶液: 1:1(V)。

二、条件试验

1. 姜黄-冰醋酸试剂的用量

在 1.5 毫升硫酸-冰醋酸介质中,硼含量在 0.12 至 0.72 微克范围内,试剂用量低于 0.5 毫升时,显色不完全,从 0.5 毫升增至 2.5 毫升时,吸光度保持恒定,我们选择 1.0 毫升作为测定条件,此时姜黄素与硼的克分子比为 308:1 至 51.5:1。

2. 硫酸-冰醋酸溶液的用量

在小体积显色时,硫酸-冰醋酸溶液的用量对硼与姜黄素络合物的形成速度影响很大,特别是在有少量水存在时。为了加快反应速度,其用量要比脱水状态下的大些。实验证明,硼含量在 0.12—0.72 微克时使用 1.0 毫升姜黄-冰醋酸显色,当硫酸-冰醋酸用量在 1 毫升以下时,硼显色不完全,从 1 增至 3 毫升时,吸光度保持恒定。我们选择 1.5 毫升作为测定条件。

3. 显色温度

温度低于 40℃ 时显色不完全,高于 40℃ 姜黄素开始缓慢分解,50℃ 以后分解加剧,吸光度显著降低。我们选择 $40 \pm 3^\circ\text{C}$ 为测定条件。

4. 显色时间

在 40℃ 保温 30 分钟以上显色完全, 我们选择保温 40 分钟作为测定条件。

5. 络合物在乙醇溶液中的稳定性

硼-姜黄素络合物极易溶解于 95% 的乙醇或 50% 的丙酮溶液中, 它在乙醇溶液中稳定性很好, 在进行试验 3 小时内, 吸光度都没有明显的变化。但由于乙醇易挥发, 测定过程中容器一定要加盖。

6. 氟化钠对硼的掩蔽作用

在 40℃ 20 分钟内硼与氟离子能形成十分稳定的 BF_4^- 络离子, 它能完全掩蔽硼与姜黄素的显色反应。利用这一性质可以消除许多金属离子的干扰, 可免去硼的分离操作。

7. 干扰

用氟化钠掩蔽, 150 毫克的钙、镁; 2.5 毫克的铜、锌、铁、镉; 5 毫克的镍、铝、锰、磷酸根; 3 毫克的钴; 2 毫克的汞、银、砷; 0.1 毫克的铅; 1.5 毫克的钒、铬和 0.5 毫克的氰根均不干扰。少量有机物对测定无影响。氟离子超过 0.05 毫克, 硝酸盐氮超过 0.3 毫克均干扰测定。

三、天然水和污水分析

取 1—10 毫升水样(硼含量为 0.5—60 毫克/升)于 25 毫升容量瓶中。硼含量太低时

可以多取水样加 5 毫升 2% 氢氧化钠, 然后蒸发至约 10 毫升, 再用 1:1 硫酸中和后移入 25 毫升容量瓶中; 硼量太高时, 则应先稀释。再加入 12 毫升 1:1 硫酸, 用蒸馏水冲至刻度, 摇匀。同时配制试剂空白溶液。

分别移取两份试样溶液和一份试剂空白溶液在三个 30 毫升聚乙烯塑料杯中, 在其中一份试样溶液中加入 0.1 毫升 4% 氟化钠溶液, 然后各加入 1 毫升姜黄-冰醋酸试剂, 1.5 毫升硫酸-冰醋酸溶液, 小心混匀, 盖上盖子, 放在保温 $40^\circ \pm 3^\circ\text{C}$ 的干燥箱中保温 40 分钟进行小体积显色。取出后加入 10 毫升 95% 乙醇, 搅拌使硼姜黄络合物溶解, 5 分钟后, 以加氟化钠的溶液作参比, 在 555 毫微米用 0.5 厘米比色槽分别测定试样溶液和试剂空白溶液的吸光度。扣除试剂空白后, 在工作曲线上查出硼含量。

天然水中共存元素含量很少, 可以免去氟化钠参比溶液, 直接以试剂空白溶液作参比, 测量试样溶液的吸光度。

绘制工作曲线时, 分别移取 0、1、2、3、4、5、6 毫升标准溶液 (1 毫升 = 10 微克硼) 和 12 毫升 1:1 硫酸, 用蒸馏水冲至 25 毫升。再分别移取 0.3 毫升上述各溶液于 7 个聚乙烯塑料杯中, 按前述方法显色后测量吸光度。

水中微量硒的氢化-分光快速测定法

谢 玉 祥

(冶金工业部广东有色金属研究院监测组)

关于微量硒的测定方法已有很多报导, 有用原子吸收、原子荧光、X 光荧光、气相色谱、极谱等。但目前一般多采用硒试剂比色法, 该法流程长、繁琐, 且硒试剂对人体有害。

本文探索了一种新的测定硒的方法。本

法预先使硒还原生成硒化氢, 用钼酸铵吸收后形成一种稳定的蓝色络合物。此法灵敏度较高, 测定手续简便快速, 适应于一般水质和工业废水中微量硒的测定, 测量范围硒为 0.003—60 微克 (100 毫升水样), 相对标准