

(III) 的黄色褪尽, 加 0.05% 偶氮胂 III 1.00 毫升. 用 721 型光度计, 波长 660nm, 以试剂空白作参比, 测吸光度. 取 0.0、0.2、0.5……8.0 微克铀, 加去离子水至 200 毫升, 按上述操作, 绘制工作曲线.

讨论: (1) 无掩蔽剂时, 树脂吸附铀的最佳 pH 值为 2.0—4.8; 有 DTPA 或 CyDTA 时, pH 值为 2.0—4.2. 在此 pH 范围, 4—8 克湿树脂对 200 毫升水样中 100 微克的铀的吸附率大于 96%. (2) 4—5% 碳酸铵溶液 15 毫升, 可完全解吸 8 克树脂中的铀. (3) 静置吸附经 8 小时, 吸附仍不完全; 以 1500rpm 搅拌, 则 3 分钟后铀即被定量吸附. (4) 存在于水样中的常见离子均无干扰, 唯钼正干扰; 若在吸附铀时, 于水样中加入氟化钠 4 毫克, 则水中钼小于 5ppb 时不干扰. (5) 铀 (IV)—偶氮胂 III 能瞬间充分显色, 色泽可稳定 50 分钟, 故加入显色剂后应从速测定.

(中南三〇一大队实验室 吴铁民 供稿)

氧化锌富集——Ag-DDTC 比色法测定水中痕量砷

Ag-DDTC 比色法已广泛用于水中砷的测定. 由于该方法的灵敏度所限, 不适于砷含量在 20ppb 以下的水样分析. 本文在前人^[1]的基础上, 用氧化锌作载体共沉淀富集水中痕量砷, 然后用 Ag-DDTC 比色法进行测定. 此法分离操作简单, 沉淀容易过滤洗涤, 回收率高, 适用于河水、饮用水中痕量砷的测定. 最低检出限可到 0.5ppb, 相对标准偏差 10%.

试验表明: (1) 用氧化锌富集, 五价砷比三价砷共沉淀完全, 因此, 在共沉淀前用高锰酸钾氧化, 使砷全部转为五价. (2) 在 500—1000 毫升试液中, 加入 300—400 毫克氧化锌, 足以使 5 微克砷共沉淀完全. (3) 溶液的

pH 值在 2—6 范围内, 不影响砷的回收率, 我们选用 pH3—4, 以甲基橙为指示剂, 将试液调至橙色后再加氧化锌. (4) 氧化锌加入试液后, 用电动搅拌器搅拌五分钟, 可将砷捕集完全. (5) 温度在 5—50℃ 时, 砷的共沉淀完全, 高于 50℃ 砷的回收率降低. (6) 共沉淀时溶液的体积在 500—1000 毫升时, 1—5 微克砷的共沉淀完全. (7) 砷共沉淀后不必陈化, 可立即过滤, 也可静置一段时间后弃去大部分清液再过滤. (8) Co^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Hg^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Sb^{3+} 、 Bi^{3+} 等离子的存在, 使砷的共沉淀回收率降低, 但可加入适量 0.2M EDTA 消除其影响. (9) 于 500—1000 毫升天然水中加入 0.5—6 微克的砷, 回收率达 95% 左右.

分析方法: 取一定量水 (500—2000 毫升) 于烧杯中, 加浓硝酸使其浓度约为 0.2%. 加热, 滴加 0.3% KMnO_4 , 使溶液呈稳定红色且煮沸不退, 然后滴加 3% H_2O_2 使红色消退. 冷却至 50℃ 以下, 加 0.2M EDTA (每一升水加 6 毫升), 加 2—3 滴甲基橙指示剂 (此时为红色), 用 1:1 NH_3 将溶液调至橙色. 加 400 毫克氧化锌粉, 用电动搅拌器搅拌 5 分钟, 用快速定量滤纸过滤, 用水洗涤烧杯及滤纸, 弃去滤液. 用 60 毫升 2.2N H_2SO_4 热溶液溶解沉淀, 置于 100 毫升锥瓶中 (AsH_3 发生瓶), 加 15% KI 5 毫升, 40% SnCl_2 (浓盐酸溶液) 3 毫升, 放置 15 分钟, 加无砷锌 3 克还原, 用 5 毫升吸收液 (0.25 克 Ag-DDTC 溶于 100 毫升氯仿中, 加 1.8 毫升三乙基胺) 吸收 AsH_3 , 于 535nm 波长处以试剂空白作参比, 用 1 厘米比色皿测定. 若砷量低于 1 微克, 可用 6 毫升吸收液吸收, 用 5 厘米小体积比色皿测定.

参 考 文 献

- [1] 平出、正孝、田中、诚一、水池敦, 分析化学(日) 29(2), 102—106, (1980).

(武汉大学化学系 刘全璐 供稿)