

## HZ-HJ-SZ-0146

### 水质—硼的测定—甲亚胺-H 酸光度法

#### 1 范围

本方法的检出浓度为 0.03mg/L，测定上限为 5.0mg/L(相当于 10.0mg/L  $\text{HBO}_2$ )。可用于饮用水、地面水中硼的测定。

锡、碲、汞与显色试剂生成白色沉淀，铝、铍、钛、锆、钒、镓、钼(VI)生成黄色；铜、铬生成棕黄色；铁(III)、铁(II)均对测定有干扰，可用 EDTA 加以掩蔽；钾、钠的存在会减缓反应的速度，但可延长反应时间，在 6h 后再进行测定而消除干扰。

#### 2 原理

在 pH5.2 的盐酸和乙酸铵缓冲溶液中，硼与甲亚胺-H 酸生成可溶于水的甲亚胺 H-硼酸棕黄色化合物，其最大吸收波长在 410~420nm 处。由于显色速度慢，6h 后发色完全，该化合物在 30h 内稳定(其摩尔吸光系数  $\varepsilon = 6 \times 10^3$ )。

#### 3 试剂

3.1 乙酸铵水溶液，500g/L。

3.2 1+4 盐酸溶液。

3.3 EDTA 饱和溶液。

3.4 硼标准贮备溶液：准确称取 1.4111g 硼酸( $\text{H}_3\text{BO}_3$ )溶于去离子水中，转入 1000mL 容量瓶中并稀释至标线，此溶液每毫升含 1.00mg 的  $\text{HBO}_2$ 。

标准使用溶液由上述标准贮备溶液稀释 100 倍后，即得每毫升含  $\text{HBO}_2$  为 0.010mg 的标准溶液，最后转移至聚乙烯瓶中贮存备用。

3.5 甲亚胺-H 酸显色剂的配制：准确称取 0.50g 甲亚胺-H 酸和 2g 抗坏血酸溶于 100mL 去离子水中，现用现配。

#### 4 仪器

4.1 分光光度计，10mm 比色皿。

4.2 具塞比色管：50mL 一组或 50mL 容量瓶。

#### 5 试样制备

对于含硼量为 0.10~1.0mg/L 的水样，取 1.00mL，若水样含硼量过高，则应先行稀释。若含硼量过低，可吸取较多的水样，移入蒸发皿中，加少许饱和氢氧化钙溶液，使之呈碱性后，在水浴上蒸发至干。加入适当体积(例如 5mL)的 0.1mol/L 盐酸溶液使溶解，吸取 1.00mL 进行测定。若水样浑浊，可过滤之。

#### 6 操作步骤

##### 6.1 样品测定

6.1.1 显色：取澄清水样 25mL 于 50mL 比色管中，分别加入 0.50mL EDTA 饱和溶液，2.5mL 盐酸溶液(1+4)，5.0mL 乙酸铵溶液(3.1)。摇匀后，准确加入 6.00mL 甲亚胺-H 酸显色剂，摇匀并用去离子水稀释至标线，摇匀。

6.1.2 测量：静置暗处 6h 后，用 10mm 比色皿，于 420nm 波长处，以空白试验溶液作参比，测定吸光度。

##### 6.2 校准曲线的绘制

准确移取每毫升含 0.010mg  $\text{HBO}_2$  的标准溶液 0、0.50、1.00、3.00、5.00、7.00、11.00、15.00、20.00、25.00mL，分别移入 50mL 比色管中，用去离子水稀释至 25mL，以下按样品测定步骤进行显色和测量。

#### 7 结果计算

$$c_{\text{硼}} (\text{HBO}_2, \text{mg/L}) = m \times 1000 / V$$

式中： $m$ ——由校准曲线查得的  $\text{HBO}_2$  量(mg)；

$V$ ——水样体积(mL)。

## 8 精密度和准确度

用蒸馏水配制的含  $\text{HBO}_2$  0.90mg/L 的统一样品，经五个实验室分析。得室内相对标准偏差为 3.60%；室间相对标准偏差为 3.62%；相对误差为-1.66%，加标回收率为  $97.6 \pm 10.3\%$ 。

注意事项：

- (1) pH 对显色反应有影响，适宜的 pH 范围在 5.2~5.8。
- (2) 显色剂甲亚胺-H 酸易氧化，故应保存在有塑料压盖的棕色瓶中。试剂现用现配，同时加入抗坏血酸防止氧化。
- (3) 当  $\text{HBO}_2$  浓度在 6.0mg/L 时，在 50mL 试液中加入 6.0mL 的显色剂是最佳的络合比。
- (4) 硬质玻璃中常含有硼，试样的预处理和显色操作不能用玻璃器皿。所使用的玻璃器皿不应与试样溶液作长时间接触。用其他玻璃器皿时，应先进行全程序空白试验，用扣除空白的方法以消除玻璃器皿的影响。
- (5) 配制试剂用的水均需用石英蒸馏器重蒸馏过的水或用去离子水。

## 9 参考文献

《水和废水监测分析方法》编委会编，水和废水监测分析方法（第三版），pp. 338~340，中国环境科学出版社，北京，1997。

## 附录： 甲亚胺-H 酸的合成

称取 18g H-酸钠 $[\text{C}_{10}\text{H}_4\text{NH}_2\text{OH}(\text{SO}_3\text{Na})_2]$ ，溶于 1000mL 去离子水中，可稍加热助溶。用 20%的氢氧化钠溶液中和，至刚果红试纸由蓝变红，如有不溶物立即过滤。向滤液中加入 15mL 浓盐酸和 20g 水杨醛(A.R, Salicyldehyde  $\text{C}_6\text{H}_4\text{OHCHO}$ )，机械搅拌 2h(或放磨口瓶中激烈振荡)，放置并不断搅拌，约在第三天才开始析出沉淀，约一个星期左右方能完毕，滤取沉淀(抽滤)。用无水乙醇多次洗涤、抽滤，直至桔红色絮状沉淀物滤干，于烘箱中低温烘干(80~90℃)，避光保存于阴凉干燥处。