

HZ-HJ-SZ-0115

水质—铍的测定—活性炭吸附—铬天菁 S 光度法

1 范围

本方法测铍的检出限,直接显色测定为 0.001mg/L($A=0.010$),测定上限为 0.028mg/L,经活性炭富集,方法的检出限可达 0.0001mg/L(取水样量按 500mL 计)。

不经活性炭分离,在测定条件下,可允许 0.5mg 钙(II)、镁(II),0.3 mg 钴(II)、铅(II)、铝(III)、镉(II),0.1mg 镍(II)、铜(II)、钒(V),36 mg 氯离子,48 mg 硫酸根存在;用活性炭吸附分离,可允许 20mg 镁(II)、锌(II),15 mg 钴(II)、镍(II)、铅(II),10mg 钙(II)、镉(II)、钼(VI)、5mg 铁(III)、银(I),3 mg 铜(II)、铝(III)、砷(III),2mg 铬(III, VI)、1 mg 汞(II),0.5mg 钒(V)及 5 mg 磷酸根,0.05mg 氟离子存在。

2 原理

铍在碱性溶液中与铬天菁 S、氯化十六烷基吡啶(Cetyl pyridinium chloride, 缩写为 CPC)生成胶束络合物,以 EDTA 作掩蔽剂,用活性炭吸附分离富集。热盐酸将铍由活性炭上解吸,在 pH 为 5 的六次甲基四胺缓冲介质中,铬天菁 S、氯化十六烷基吡啶与铍生成蓝色络合物。该络合物的最大吸收波长在 618nm 处,其摩尔吸收系数为 9.0×10^4 。

3 试剂

3.1 盐酸(优级纯)。

3.2 粉状活性炭(分析纯)。

3.3 2mol/L 盐酸溶液:用优级纯盐酸稀释而成。

3.4 1+1 氨水。

3.5 0.1mol/L $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ 溶液。

3.6 硫酸镁溶液,50g/L。

3.7 铬天菁 S(CAS)溶液,1g/L。

3.8 氯化十六烷基吡啶(CPC)溶液,2.5g/L。

3.9 酚酞溶液:酒精溶液,1g/L。

3.10 氨缓冲溶液:每升溶液含氨水 230mL,氯化铵 83g(pH 约为 10)。

3.11 六次甲基四胺缓冲溶液:取 1 mol/L 的六次甲基四胺溶液用盐酸调 pH 为 5.0(酸度计校准)。

3.12 铍标准贮备溶液:在含有 2mL 硫酸的蒸馏水中溶解 19.656g 四水硫酸铍($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$),溶解后移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。此溶液每毫升含铍 1.000mg。取该贮备溶液稀释成含铍 0.10 μ g/mL 的标准溶液。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 抽气过滤装置。

5 试样制备

含铍适量且无干扰的清洁水样,可将其 pH 调至弱酸性后,直接显色测定。含大量有机物的水样采用硝酸—硫酸消解。有干扰或铍含量极低的水样,需按下法用活性炭分离富集后测定。

取适量水样(铍含量低于 0.7 μ g)置 250mL 烧杯中,如水样不够 100mL,加纯水至约 100mL。用盐酸或氨水将水样 pH 调至弱酸性,向水样中依次加入 $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ 溶液 2mL, CAS 溶液 2mL,氨缓冲溶液 5mL, CPC 溶液 1mL,搅匀。然后加入 150mg 活性炭,搅匀。放置 5~10min,以大约 10mL/min 的速度抽气过滤,弃去滤液。将 25mL 比色管放入抽滤瓶中,用 2mol/L 沸热盐酸 6mL 分 3 次滴加淋洗活性炭,少量水淋洗活性炭,每加一次后予以抽滤。取出比色管,

向管内加入酚酞溶液 1 滴，用 1+1 氨水中和至溶液显微红色，以 2mol/L 盐酸回滴至红色刚消失。

6 操作步骤

6.1 样品测定

于上述比色管中依次加入 $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ 溶液 1mL，硫酸镁溶液 0.5mL，CAS 溶液 0.5mL，六次甲基四胺缓冲液 5mL，CPC 溶液 0.5mL，沿比色管壁加水至刻度。在 60℃ 水浴中加热 5min，取出放置 30min。以相同步骤作空白试验，以空白试液为参比，用 20mm 比色皿在 618nm 处测量吸光度。

6.2 校准曲线

取铍标准溶液(0.10 μ g/mL)0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00mL，分别置于 250mL 烧杯中，加入 100mL 水，以下步骤按水样活性炭分离富集及显色测定方法进行。

7 结果计算

$$c_{\text{铍}} (\text{Be, mg/L}) = m/V$$

式中： m ——由校准曲线查得的铍量(μ g)；

V ——水样体积(mL)。

8 精密度和准确度

由蒸馏水配制的含铍 0.0140mg/L 的统一样品，经三个实验室分析，得室内相对标准偏差为 2.23%；室间相对标准偏差为 13.7%；相对误差为 0；加标回收率为 $103.2 \pm 5.1\%$ 。

本方法已用于含铍 0.0069~0.0071 mg/L 生产废水的测定，最大相对标准偏差为 7.2%；加标回收率范围为 92.5~97.3%。用于含铍 0.00095mg/L 的电镀废水测定，相对标准偏差为 19.2%；加标回收率为 95.7%。

注意事项：

(1) 为使铍能全部从活性炭上解脱下来，淋洗时，必须用煮沸的热盐酸。如盐酸温度下降，需及时加热至沸后再使用。

(2) 大量强酸阴离子存在，会对反应体系产生“盐效应”，引起吸光度的波动，降低精密度。因此，用盐酸淋洗活性炭时，对每一比色管中加入盐酸的量应尽量保持一致，以滴管逐滴加入为好。

(3) 为降低空白试验值，当六次甲基四胺试剂中含过多的氨时，需将试剂提纯或将其水溶液静置，使游离氨挥发后(至 pH8.5 以下)，再用盐酸调节 pH 配制缓冲溶液。

(4) 取样量达 400mL 时，仍可采用在 100mL 水内经活性炭吸附制作的校准曲线。

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. 134~136，中国环境科学出版社，北京，1997。