

用新显色剂3-甲氧基-甲亚胺 H 光度测定海水中的硼

潘教麦 王芳 徐钟隽

(华东师范大学化学系 上海 200062)

摘要 采用新试剂3-甲氧基-甲亚胺 H 测定海水中的硼,加入 EDTA 和酒石酸掩蔽各种干扰离子,不须分离可直接测定,方法简便、快速、准确。

关键词 3-甲氧基-甲亚胺 H,硼,海水

海水、卤水中微量硼的测定方法很多,常用的有姜黄素法^[1]以及胭脂红法^[2],但这些方法往往操作比较烦琐,如须要过滤或者在浓硫酸中发色等。我们合成了新显色剂3-甲氧基-甲亚胺 H,并研究了它与硼的反应条件,在 pH5.7 的 HAC-NH⁴Ac 介质中,显色剂与硼较快形成2:1 的络合物,最大吸收波长为420nm,摩尔吸光系数为 $7.10 \times 10^3 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$ Sadell 灵敏度为0.001 $\mu\text{g/cm}^2$,硼量在0~35 $\mu\text{g}/25\text{ml}$ 范围内符合比耳定律。采用 EDTA 和酒石酸为联合掩蔽剂,海水中的其它阴、阳离子在一定的范围内均不干扰,可直接测定海水中的硼,方法快速、准确,操作简便,测得结果与 HPTA 法基本一致。

1 实验部分

1.1 试剂和仪器

1.1.1 标准硼溶液 称取基准四硼酸钠 0.882g,溶于100ml 容量瓶中,摇匀,此溶液1ml 含1.00mg 的硼,再稀释成10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的标准液。

1.1.2 乙酸-乙酸铵缓冲溶液 用1mol/L 的乙酸和1mol/L 的乙酸铵溶液配制,用 pH 计调节到 pH 为5.7左右。

1.1.3 3-甲氧基-甲亚胺 H 溶液 称0.9g 试剂用 NaOH 溶液溶解,再加入2g 抗坏血酸(保护亚胺基),用盐酸调节 pH 为6~7左右,稀释到100ml,贮存在塑料瓶中。EDTA 溶液:2%;酒石酸溶液:1%;721型分光光度计;PHSJ-222型 pH 计。

1.2 实验方法

取标准硼溶液(10 $\mu\text{g}/\text{ml}$)1ml 于25ml 容量瓶中,加入 EDTA 溶液(2%)2.5ml,酒石酸溶液(1%)1ml,乙酸-乙酸铵缓冲溶液5ml,再加入显色剂溶液(0.9%)5ml,放置40min 后,在420nm 处用1cm 比色皿测定吸光度。

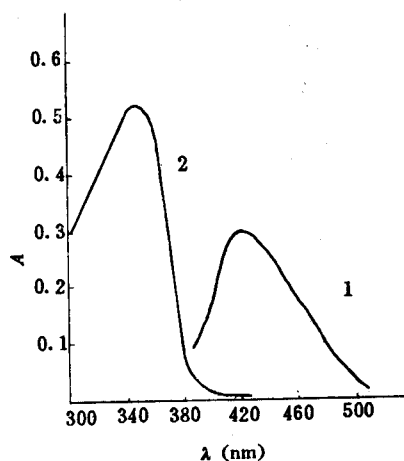


图1 吸收曲线

1 硼-显色剂络合物(以显色剂空白作参比 $C_{\text{显色剂}} = 1.70 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$); 2 显色剂(以水作参比, $C_{\text{显色剂}} = 1.70 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$)

Fig. 1 Absorption spectra

1 boron complex against reagent blank $C_{\text{R}} = 1.70 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$; 2 reagent blank against water $C_{\text{R}} = 1.70 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$

2 结果与讨论

2.1 络合物的吸收光谱 10 μg 的硼加入显色剂溶液发色后,在不同的波长下测定其吸

收稿日期 1992年12月4日

光度,其吸收峰见图1,本文选择420nm为测定波长。

表1 共存离子的影响(加入 $B^{3+} = 10\mu g$)

Tab. 1 Influence of foreign ions added $B^{3+} = 10\mu g$

干扰离子	加入量 (mg)	测得 B^{3+} (μg)	相对误差 (%)	干扰离子	加入量 (mg)	测得 B^{3+} (μg)	相对误差 (%)
Na^+	100.0	10.0	0	Fe^{3+}	1.0	10.5	5.0
K^+	100.0	10.1	1.0	Pb^{2+}	1.0	9.7	-3.0
Zn^{2+}	10.0	10.0	0.7	Al^{3+}	0.1	9.9	-1.0
Mg^{2+}	10.0	9.8	-2.0	Cr^{3+}	0.1	10.4	4.0
Ca^{2+}	10.0	9.0	-4.0	Ti^{4+}	0.05	10.4	4.0
Ba^{2+}	5.0	9.6	-4.0	F	50.0	10.5	5.0
Sr^{2+}	5.0	9.8	-2.0	Cl^-	150.0	10.0	0
Ni^{2+}	4.0	9.6	-4.0	Br^-	30.0	9.8	-2.0
Co^{2+}	2.0	9.9	-1.0	I^-	35.0	9.6	-4.0
Mn^{2+}	2.0	9.7	-3.0	NO_3^-	80.0	10.0	0
Cd^{2+}	2.0	9.6	-4	SO_4^{2-}	50.0	10.1	1.0
Cu^{2+}	1.0	10.3	3.0	$C_2O_4^{2-}$	100.0	10.2	2.0

表2 样品分析结果

Tab. 2 Results of analysis of sea water samples

样品	测定值 (mg/L)	平均值 (mg/L)	相对标准偏差 (%)	HPTA 法测得值 (mg/L)
海水1	4.02 4.15	4.12	1.5	4.24
	4.11×2 4.19			
海水2	4.05 4.14	4.05	1.6	4.16
	3.97 4.07 4.00			
海水3	3.95 4.00	4.03	1.9	3.95
	4.13 4.09 3.98			

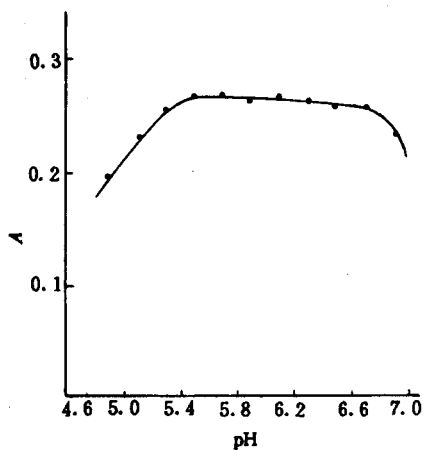


图2 pH 的影响

Fig. 2 Effect of pH on absorbance

2.2 酸度对显色反应的影响 按实验方法所确定的体系,在 pH 为 5.3~6.5 的乙酸-乙

酸铵缓冲溶液中,硼与显色剂生成的络合物吸光度最大且稳定,本文选取 pH 5.7 为测定酸度(见图2)。

2.3 各种试剂用量的影响 按实验方法所确定的体系,EDTA 溶液(2%)用量在 1~5ml,酒石酸溶液(1%)用量在 1~10ml,显色剂用量在 4~9ml 之间,络合物的吸光度最大且稳定,本文选用 EDTA 溶液 2.5ml,酒石酸溶液 1ml,显色剂溶液 5ml。

2.4 放置时间与温度的影响 实验表明,此反应体系温度越低,灵敏度越高,在 0~20°C 内络合物的吸光度较高,而温度对反应速度的影响不大,此体系须放置 40min 后完全发色,并在 6h 内基本保持不变。

2.5 络合物的组成 用等摩尔连续变重法(见斜率比法)测得络合物的组成比为:硼:显

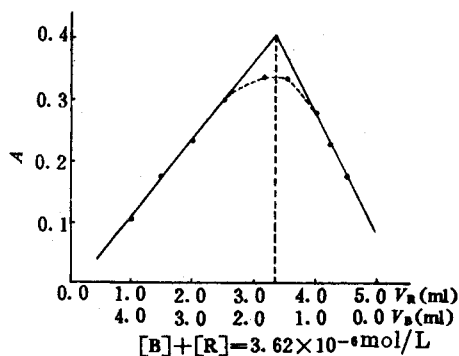


图3 等摩尔连续变更法测定络合物组成
Fig. 3 Determination of complex composition by continuous variations method

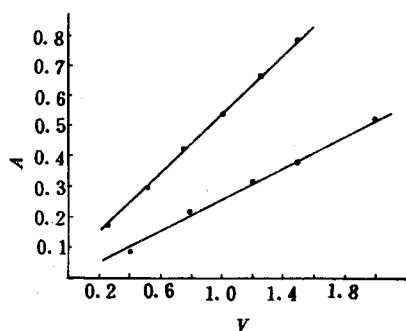


图4 斜率比法测定络合物组成
Fig. 4 Determination of complex composition by slope-ratio method

色剂=1:2,见图3和图4。

SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF BORON IN SEA WATER WITH 3-METHOXY-AZOMETHINEH

Pan Jiaomai, Wan Fang and Xu Zhongjuan
(Department of Chemistry, East China Normal University, Shanghai 200062)

Received: Dec. 4, 1992

Key Words: 3-methoxy-azomethine H, Boron, Sea Water

Abstract

The method for the determination of Boron in sea water by spectrophotometry with 3-methoxy-azomethine H is described in this paper. The new reagent is synthesized by the reaction of 3-methoxy-salicylaldehyde with H acid. Most of the accompanying ions do not interfere in the presence of EDTA and tartaric acid. The proposed method is simple, rapid and accurate.

2.6 干扰实验 按实验方法试验外来阴、阳离子对测定硼的影响结果见表1。

3 海水中硼的测定

3.1 工作曲线 取不同量的硼于25ml容量瓶中,按实验方法加入各种试剂,40min后测定吸光度,绘制工作曲线,硼量在0~35 $\mu\text{g}/25\text{ml}$ 范围内符合比耳定律,曲线不通过原点,直线部分线性回归方程为: $Y = 0.0550 + 0.0266X$ ($Y = \text{吸光度}, X = \mu\text{gB}^{3+}/25\text{ml}$),相关系数 $R = 0.9998$,表观摩尔吸光系数为 $7.19 \times 10^3 \text{L/mol} \cdot \text{cm}$,Sandell 灵敏度为 $0.0015 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。

3.2 样品的测定 取2ml海水按工作曲线步骤依次加入各种试剂,放置40min后,在420nm处测定吸光度,测得样品结果见表2。

参考文献

- [1] 李国珍、程德温,1986.海洋科学 10(3):27~30.
- [2] 中国科学院盐湖所,1973.卤水和盐的分析.科学出版社,第103页。