

HJ

国家环境保护总局标准

HJ/T 49—1999

水质 硼的测定 姜黄素分光光度法

Water quality—Determination of boron curcumin—
spectrophotometric method

1999-08-18 发布

2000-01-01 实施

国家环境保护总局 发布

国家环境保护总局标准

水质 硼的测定 姜黄素分光光度法

HJ/T 49—1999

Water quality—Determination of boron curcumin—
spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

1.1 本标准规定了测定水中硼的姜黄素分光光度法。

本标准适用于农田灌溉水质、地下水和城市污水中硼的测定。

1.2 测定范围

试样体积为 1.0 ml, 用 20 mm 比色皿时, 最低检测浓度为 0.02 mg/L, 测定上限浓度为 1.0 mg/L。

1.3 干扰及消除

20 mg/L 以下的硝酸盐氮不干扰测定。

当钙和镁浓度 (以 CaCO_3 计) 超过 100 mg/L 时, 在 95% 的乙醇中生成沉淀产生干扰, 将显色后的溶液离心分离后测定。水样中即使有 600 mg/L 的 CaCO_3 也不干扰测定。若将原水样通过强酸性的阳离子交换树脂, 本法可用于 600 mg/L 以上硬度水中硼的测定。

2 原理

含硼水样在酸性条件下, 与姜黄素共同蒸发, 生成被称为玫瑰花萹苷的络合物, 该络合物可溶于乙醇或异丙醇中, 在 540 nm 处有最大吸收峰, 其颜色深度与硼的含量成正比。

3 试剂

3.1 乙醇 ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$): 95%, 分析纯。

3.2 盐酸 (HCl): 密度为 1.18 g/ml, 分析纯。

3.3 草酸 ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$): 分析纯。

3.4 姜黄素—草酸溶液

称取 0.040 g 粉末状姜黄素和 5.0 g 草酸 (3.3) 溶于 80 ml 95% 的乙醇中 (3.1), 加入 4.2 ml 浓盐酸 (3.2), 仔细观察, 如有不溶物, 可用滤纸过滤于 100 ml 容量瓶中, 并用 95% 乙醇稀释至刻度。此试剂用时配制, 也可贮存在 4℃ 冷藏箱中, 但最长不超过 1 周。

3.5 硼标准贮备液 (100.0 mg/L)

称取 0.5716 g 硼酸 (H_3BO_3), 溶解于去离子水中, 并稀释至 1 000 ml。硼酸应保存于密封的瓶中, 防止大气中水分进入, 配制时直接取用。

3.6 硼标准使用溶液 (1.00 mg/L)

取 10.00 ml 硼标准贮备液 (3.5) 于 1 000 ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度。

4 仪器

本试验所用器皿应选用无硼玻璃、聚乙烯或其他无硼材料。

4.1 分光光度计，带 20 mm 比色皿。

4.2 恒温水浴锅。

4.3 离心机

4.4 蒸发皿，100~150 ml，瓷、铂或其他无硼材料均可。选用蒸发皿大小、形状及厚度均应一致。若选用瓷蒸发皿时，表面釉质应光泽良好。

5 样品采集与贮存

样品采集于聚乙烯瓶中。密闭冷藏，可保存 1 个月。

6 步骤

6.1 样品预处理：清洁地面水或地下水可直接取 1.00 ml 水样测定。

浑浊水样可用滤纸过滤后测定。若水样含硼量大于 1.0 ml/L，可稀释后再测定。

6.2 显色

吸取 1.00 ml 水样于蒸发皿（4.4）中，加入 4.0 ml 姜黄素—草酸溶液（3.4），轻轻转动蒸发皿使其混合均匀。将蒸发皿置于 $55\text{C} \pm 3\text{C}$ 水浴上蒸发至干，继续在水浴上保留 15 min，取下蒸发皿，冷却至室温，用移液管准确加入 25.00 ml 95% 乙醇（3.1），用聚乙烯棒搅拌，使红色化合物完全溶解，离心后测定；或用少量乙醇溶解后，转入 25 ml 容量瓶中，用乙醇稀释至刻度，离心后备测。

6.3 测定

用 20 mm 比色皿，于波长 540 nm 处，以去离子水为参比，测定吸光度。

6.4 空白试验

用与试料相同体积的去离子水代替试料，以下步骤同 6.2 及 6.3。

6.5 校准曲线的绘制

向一系列与样品测定相同的蒸发皿（4.4）中，分别加入 0.20, 0.40, 0.60, 0.80, 1.00 ml 硼标准使用液（3.6），并分别加入 0.80, 0.60, 0.40, 0.20 ml 去离子水，使溶液总量为 1.00 ml，加入 4.0 ml 姜黄素—草酸溶液（3.4），以下操作按 6.2 及 6.3 条件进行。绘制校准曲线，或求出回归方程。

注：1. 样品蒸发时蒸发皿底部一定要浸入水面下。

2. 蒸发皿取下后，应擦干底部的水迹。如不能及时测定，放入干燥器中，可放置 48 个小时。

3. 用乙醇溶解后的样品，应立即测定，否则由于乙醇的蒸发损失，使样品测定结果偏高。如不能及时测定，可将其转入干燥的具塞容器中，至少可稳定 6 个小时。

7 结果表示

硼含量 C (mg/L) 按下式计算：

$$C = \frac{m}{v}$$

式中： m ——由校准曲线查得或由回归方程计算得试料硼量， μg ；

v ——所取试样体积，ml。

8 精密度和准确度

5 个实验室测定含硼量为 0.450 mg/L 的统一水样。

8.1 重复性

实验室内相对标准偏差 3.3%。

8.2 再现性

实验室间相对标准偏差 5.3%。

8.3 准确度

回收率为 91.8%~109%。

附 录 A

(标准的附录)

去除高硬度干扰操作步骤

A1 仪器及试剂

A1.1 离子交换柱，长 50 cm，内径 1.3 cm。

A1.2 强酸性阳离子交换树脂。

A1.3 硝酸 3 mol/L。

A2 阳离子交换柱的制备和清洗

在离子交换柱底部先填入少量玻璃纤维，再加入 10 cm 左右阳离子交换树脂。

用去离子水清洗数次后，用 100 ml 3 mol/L 硝酸，以每分钟 2 ml 流速通过阳离子交换柱。然后用去离子水仍以每分钟 2 ml 流速冲洗柱子，至流出液 pH 为 5~7。

用后的离子交换柱按上述步骤处理以备下次再用。

A3 试样处理

移取 25.00 ml 水样，调整流速为每秒 2 滴左右通过阳离子交换树脂柱，将流出液收集于 50 ml 容量瓶中，用去离子水淋洗交换柱至流出液达到刻度，摇匀后备用。

附加说明：

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准由农业部环保科研监测所和保定市环境监测站负责起草。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。