

HZ-HJ-SZ-0155

水质—硼的测定—姜黄素分光光度法

1 范围

本方法规定了测定水中硼的姜黄素分光光度法。

本方法适用于农田灌溉水质、地下水和城市污水中硼的测定。

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

20mg/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 100mg/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 600mg/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 600mg/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，生成被称为玫瑰花菁的络合物，该络合物可溶于乙醇或异丙醇中，在 540nm 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 1.18g/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 0.040g 粉末状姜黄素和 5.0g 草酸(3.3)溶于 80 mL 95% 的乙醇中(3.1)，加入 4.2mL 浓盐酸(3.2)，仔细观察，如有不溶物，可用滤纸过滤于 100mL 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(100.0mg/L)

称取 0.5716g 硼酸(H_3BO_3)，溶解于去离子水中，并稀释至 1000mL。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(1.00mg/L)

取 10.00mL 硼标准贮备液(3.5)于 1000mL 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 20mm 比色皿。

4.2 恒温水浴锅。

4.3 离心机。

4.4 蒸发皿，100~150mL，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 试样制备

样品采集于聚乙烯瓶中。密闭冷藏，可保存 1 个月。

清洁地面水或地下水可直接取 1.00mL 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 1.0mg/L，可稀释后再测定。

6 操作步骤

6.1 显色

吸取 1.00mL 水样于蒸发皿(4.4)中，加入 4.0mL 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 $55^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 水浴上蒸发至干，继续在水浴上保留 15min，取下蒸发皿，冷却至室温，用移液管准确加入 25.00mL 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 25mL 容量瓶中，用乙醇稀释至刻度，离心后备测。

6.2 测定

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

6.3 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。

6.4 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, 0.20mL 去离子水，使溶液总量为 1.00mL，加入 4.0mL 姜黄素—草酸溶液(3.4)，以下操作按 6.1 及 6.2 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 结果计算

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 0.450mg/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 准确性

回收率为 91.8%~109%。

9 参考文献

HJ/T 49—1999。

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 1.3cm。

A1.2 强酸性阳离子交换树脂。

A1.3 硝酸 3mol/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 10cm 左右阳离子交换树脂。

用去离子水清洗数次后，用 100 mL 3mol/L 硝酸，以每分钟 2mL 流速通过阳离子交换柱。然后用去离子水仍以每分钟 2mL 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 25.00mL 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 50mL 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。