

## 火焰分光光度法测定卤水中的硼

目前硼的测定基本上采用酸碱容量法和亚甲胺—H酸比色法。为了提高结果的准确度和缩短分析流程,以适应卤水样高、中含量硼的测定,我们参考文献[1]研究了在空气—乙炔焰中用火焰分光光度法测定硼的各种适宜条件及分离干扰元素的方法,拟定出卤水样中硼的分析流程。此法操作简便,适用于含 $B_2O_3 \times x \times 100g/l$ 的测定。

### 仪器及试验

日立180—70型原子吸收分光光度计

树脂及交换柱: 743强酸性阳离子交换树脂60—80目(浙江余杭争光化工厂产)。使用上方呈杯

状的玻璃交换柱(全长18厘米,柱长11厘米,内径1厘米,下端毛细管内径0.2厘米;杯状部分长7厘米,内径4.5厘米)。

交换柱的制备: 按常规手续处理树脂,直至洗涤液中无 $K^+$ 、 $Na^+$ 为止。用蒸馏水洗至中性装柱。溶液通过交换柱的流速为3—4毫升/分。

用经40—50℃干燥过的优级纯硼酸溶于水配制成pH约为1(用1:4盐酸调节)的含 $B_2O_3$  10—100 ppm、50—500 ppm、500—5000 ppm三个含量范围的标准系列。

仪器最佳测量条件  
Working condition

| 条 件<br>$B_2O_3$<br>(ppm) | 增 益 | 空气流量                         | 乙炔流量                          | 光谱通带        | 燃烧器高度     | 波 长          |
|--------------------------|-----|------------------------------|-------------------------------|-------------|-----------|--------------|
| 10—100                   | 650 | 1.6<br>(Kg/cm <sup>2</sup> ) | 0.25<br>(Kg/cm <sup>2</sup> ) | 1.3<br>(nm) | 15<br>(格) | 5180<br>(Å°) |
| 50—500                   | 600 |                              |                               |             |           |              |
| 500—5000                 | 430 |                              |                               |             |           |              |

我们选择了波长5180 Å对测量硼的灵敏度最高。由于该波长离钾和钠的灵敏线较远,测定硼时对钾钠有较大的允许量。发现了在一定浓度的盐酸、硝酸和硫酸介质中测定硼的灵敏度比在水溶液中提高30%,试验表明以上三种酸的浓度范围为0.25—5%。在干扰离子试验中发现钾和钠的含量分别大于25 ppm时,需用743强酸性阳离子交换树脂除去。

### 分析手续

取卤水2—10 ml于100 ml烧杯中,用水稀至20 ml左右,加入一小块刚果红试纸,在不断摇动下滴加1:4盐酸直至试纸由红色变为兰紫色(此时溶液pH为1),用水移入容量瓶并稀至刻度摇匀。取部分溶液(约10毫升)上柱,待溶液全部流出后弃去,再取约20 ml溶液上柱,用干燥的小烧杯承接流出液。根据三氧化二硼的含量选用相应的测量条件与标准系列同时测量。依据浓度(ppm)—发射强度(格)曲线或用浓度直读法计算卤水样三氧化二硼

的含量。

用亚甲胺—H酸比色和酸碱容量法与本法进行了对照,三种方法的结果吻合较好,见下表。

结果对照  
Analytical results of  $B_2O_3$

| 样 号  | 方 法 | $B_2O_3$ 含 量 (g/l) |       |       |
|------|-----|--------------------|-------|-------|
|      |     | 火焰光度法              | 比 色 法 | 容 量 法 |
| 卤水—1 |     | 0.95               | 0.92  | 0.98  |
| —2   |     | 3.34               | 3.44  | 3.42  |
| —3   |     | 6.56               | 6.76  | 6.81  |
| —4   |     | 28.00              | 28.00 | 27.80 |

广东省地质矿产局第九实验室

陈玉兰 陈鸿辉