

比浊法测定天然水中的锌

中山大学化学系水分析小组
广东省水产研究所资源研究室海洋组

水中微量锌常列为水质监测项目之一。测定方法目前常用比浊法^[1,2,3]和双硫脲比色法^[1,4,5]。双硫脲法对样品、试剂和仪器等条件要求较严格,测定方法不易掌握。亚铁氰化钾比浊法重现性差或标准系列的浊度差别不明显。为此,我们进行了比浊法的一些条件试验,克服了上述弱点,灵敏度可与双硫脲比色法相当,且较易于掌握。含微量铜少量铁的水样适用此法。

实 验 部 分

一、试剂和仪器

1. 标准锌溶液:称4.399克二级 $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$,溶于水配成1000毫升,即得含锌1毫克/毫升标准溶液。临用前用水稀释成含锌0.001毫克/毫升标准溶液。
2. 1:1盐酸:用二级浓HCl与等体积水配制。
3. 饱和氯化铵溶液:用二级 NH_4Cl 溶于水配制。
4. 亚硫酸钠溶液:称取1克二级 Na_2SO_3 ,溶于5毫升水中配成(临用前配制)。
5. 亚铁氰化钾溶液:称取10克二级 $K_4[Fe(CN)_6]$ 溶于100毫升水中配成。
6. 25毫升纳氏比色管若干支。比色管用后,均用50% HNO_3 浸泡。

实验全部使用重蒸水。

二、测定步骤

1. 取每毫升含1微克锌的标准溶液0.00, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00, 12.00毫升分别放入一系列比色管中,加水冲稀至25毫升。
2. 吸取25.0毫升水样于25毫升比色管中。
3. 向水样及硫酸锌标准溶液各管中加入2毫升饱和 NH_4Cl 溶液,1毫升1:1HCl及0.1毫升 Na_2SO_3 溶液,用底部带环状的玻棒上下搅拌30次,静置5分钟。
4. 向各管分别加入0.3毫升 $K_4[Fe(CN)_6]$ 溶液,用上述玻棒上下搅拌30次,静置15分钟,然后取水样与 $ZnSO_4$ 标准管在光管前目视比浊。

结 果 和 讨 论

一、改变沉淀剂加入的操作方式

我们试验了沿着比色管壁加入或用吸管垂直滴入沉淀剂，然后用比色管塞将管口塞紧，上下摇十次；用玻棒搅拌；或用水冲稀到20—25毫升后才加沉淀剂等多种方式，但对改善数据的重现性并不显著。说明重现性的好坏，不在于沉淀剂的加入方式。

二、 $K_4[Fe(CN)_6]$ 和 NH_4Cl 用量的试验

在一定的操作方式下，改变试剂的用量，试验结果列入表 I。

表 I：改变 NH_4Cl 、 $K_4[Fe(CN)_6]$ 用量的试验

NH_4Cl 用量	$K_4[Fe(CN)_6]$ 用量	现 象
0	1% 溶液 1 毫升	标准系列浊度差不明显
0	10% 溶液 1 毫升	6 微克以上浊度差不明显
0	10% 溶液 0.5 毫升	标准系列浊度差不明显
饱和液 2 毫升	10% 溶液 0.5 毫升	浊度差较上明显，但溶液易变蓝绿
1 克 NH_4Cl	10% 溶液 0.1 毫升	标准系列浊度差可辨别
饱和液 2 毫升	10% 溶液 0.2 毫升	标准系列浊度差较明显
饱和液 2 毫升	10% 溶液 0.3 毫升	标准系列浊度差最明显
饱和液 2 毫升	10% 溶液 0.4 毫升	标准系列浊度差不如上明显

结果表明：用饱和 NH_4Cl 2 毫升和 10% $K_4[Fe(CN)_6]$ 0.3 毫升得到标准系列的浊度差最大。在此条件下用 72 型分光光度计测定标准系列的光密度时（在 $500m\mu$ 下用 3cm 液槽对试剂空白测光密度）结果重现性好（见附表 I）。其他条件时重现性差，测得光密度值有反常现象。

表 I：锌标准系列的光密度*

光密度 标准系列号	锌 (微克)					
	2	4	6	8	10	12
1	0.007	0.013	0.020	0.023	0.025	0.028
2	0.005	0.013	0.015	0.020	0.024	0.027
3	0.008	0.014	0.018	0.022	0.026	0.027
4	0.006	0.014	0.015	0.020	0.024	0.020

* 表中数值已扣除试剂空白值 0—0.006

从表Ⅰ看出：用72型分光光度计测定结果的重现性基本良好。但曲线的斜率较小，而且在含锌量较高时不成直线，故用目视较好。

三、水样分析与回收率

取水样25毫升按上述步骤进行测定，并在一些水样中加入已知标准锌求回收率，结果表明（见表Ⅱ）回收率良好。水样稍有混浊时，比浊时可用比色管再装上水样放在标准系列之前或后，同时用另一比色管装上重蒸水放在水样之前或后来进行比较，较易辨别。

使用含杂质较多的 NH_4Cl 时，标准系列与水样的浊度加深，系列的浊度差不够明显。故宜选用试剂空白的光密度值为 ≤ 0.006 （用 $500\text{m}\mu$ 和 3cm 液槽）的合适试剂。

表Ⅱ：水样测定结果与回收率

水样号	加入锌量 (微克)	测得总锌量 (微克)	回收锌量 (微克)	回收率 %	水样含锌量 毫克/毫升
1	—	4.5	—	—	0.18
1	4	9	4.5	112%	—
2	—	1	—	—	0.04
2	4	5	4	100%	—
3	—	3	—	—	0.12
3	4	7	4	100%	—
4	—	0.25	—	—	0.01
5	—	10	—	—	0.40
6	—	20	—	—	0.80
7	—	25	—	—	1.00
8	—	43.75	—	—	1.75

参 考 资 料

- 〔1〕 中国医学科学院卫生研究所，《水质分析法》，人民卫生出版社，124页（1972）。
- 〔2〕 山东省卫生防疫站，《水质理化检验方法》。
- 〔3〕 广州市卫生防疫站，《水质理化检验》，127页（1973）
- 〔4〕 中国科学院青海盐湖研究所，《卤水和盐的分析方法》，科学出版社，100页（1973）。