

UDC 628.19 : 543.06
Z 16



中华人民共和国国家标准

GB 11902—89

水质 硒的测定 2,3-二氨基萘荧光法

Water quality—Determination of selenium—Diaminonaphthalene fluorometric method

1989-12-25 发布

1990-07-01 实施

国家技术监督局发布

中华人民共和国国家标准

GB 11902—89

水质 硒的测定 2,3-二氨基萘荧光法

Water quality—Determination of selenium—Diaminonaphthalene fluorometric method

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

水样经混合酸液消解,再经盐酸还原,然后测定硒浓度,他包括无机的六价和四价硒,以及低价硒(系指四价以下的无机和有机硒)。

1.2 适用范围

本标准适用于各种清洁水、生活污水及某些工业废水(见附录 A)。

水中一般常见的阴、阳离子不干扰硒的测定。铜、铁、铝等重金属离子及大量氧化物对测定硒有干扰,可用 EDTA 及盐酸羟胺消除。在本法测定条件下,硒含量为 0.05 μg 时,30 μg 砷、钴、铬;5 μg 镉;20 μg 镍;27 μg 铝;35 μg 铜;40 μg 锰;50 μg 铅、锌;100 μg 铁、钒等不干扰。

本法最低检出量为 0.005 μg 硒,取 20 mL 水样测定,硒的最低检出浓度为 0.25 μg/L。

2 原理

2,3-二氨基萘在 pH1.5~2.0 溶液中,选择性地与四价硒离子反应生成 4,5-苯并基硒脑(4,5-benzopiaselenol)绿色荧光物质,被环己烷萃取。所产生的荧光强度与四价硒含量成正比。水样经硝酸-高氯酸混合酸液消解,将四价以下的无机和有机硒氧化为四价硒,再经盐酸消解将六价硒还原为四价硒,然后测定总硒含量。

3 试剂

除另有说明外,分析中使用蒸馏水及去离子水及公认的分析纯试剂。

3.1 蒸馏水及去离子水,电阻率在 500 000Ω·cm(25℃)以上。

3.2 环己烷(C₆H₁₂),不得含荧光杂质。不纯时需重蒸馏,收集 80~81℃馏分,使用过的环己烷可重蒸后用。

3.3 硝酸(HNO₃),密度(ρ_{20})为 1.4 g/mL,优级纯。

3.4 高氯酸(HClO₄),密度(ρ_{20})为 1.68 g/mL,优级纯。

3.5 硝酸-高氯酸混合酸液,1+1(V/V)。

3.6 盐酸(HCl),密度(ρ_{20})为 1.18 g/mL,优级纯。

3.7 盐酸溶液,1+4(V/V)。

3.8 盐酸溶液,约 0.1 mol/L:将 8.4 mL 盐酸(3.6),用水(3.1)稀释至 1 000 mL。

3.9 氨水(NH₃+H₂O),密度(ρ_{20})为 0.9 g/mL,优级纯。

3.10 氨水溶液,1+1(V/V)。

3.11 甲酚红溶液,0.2 g/L:将 20 mg 甲酚红(C₂₂H₁₈O₅S)溶于少量水中加 1 滴氨水(3.9),使完全溶解,加水(3.1)稀释至 100 mL。