

用新显色剂的分光光度法测定海水、 氯化钠和氯化钾中的微量钙*

程 德 温

(江苏省海水综合利用研究所)

偶氮双安替比林是钙的灵敏显色剂。华东师大化学系合成了间磺酸基偶氮安替比林,并用于铁矿石中微量钙的测定,获得了良好的效果。我们采用他们合成的具有相同特性的间氯偶氮安替比林,测定了海水、氯化钠和氯化钾等样中的微量钙,亦获得满意的结果。该法灵敏度高、稳定性好、速度快,适于微量钙的大批样的测定。

一、仪器和试剂

1. 仪器: 72型分光光度计; 1cm比色皿。

2. 试剂: (1) 间氯偶氮安替比林0.06%、称0.3g试剂于烧杯中,加适量水,加5%氢氧化钠溶液5mL,溶解后稀至500mL体积,过滤。

(2) 钙标准溶液, 1mL = 0.01mg钙。(3) 三乙醇胺-酒石酸掩蔽剂, 0.5—1%的水溶液。

(4) 氢氧化钠溶液, 0.5N。

二、测定步骤

1. 标准曲线的绘制: 移取钙标准溶液1.0mL、2.0mL、3.0mL和4.0mL于25mL比色管中,加水至5mL体积,加三乙醇胺-酒石酸掩蔽剂1mL,加0.5N氢氧化钠溶液6mL,加间氯偶氮安替比林溶液5mL(每加一种试剂需摇匀),以水稀至刻度、混匀,立即在72型分光光度计上以1cm比色皿,在620nm波长处以零点作参比测定吸光度。

2. 海水中钙的测定: 吸取10mL海水于500mL容量瓶中,以水稀至刻度,混匀,吸取

表1 测定钙的精密度

序 号	海 水 1106 (g/L)	氯化钾 (%)		氯化钠 (%)
		1 号	2 号	
1	0.380	0.018	0.163	0.034
2	0.360	0.020	0.163	0.035
3	0.360	0.021	0.170	0.038
4	0.365	0.020	0.167	0.033
5	0.365	0.018	0.150	0.036
6	0.370	0.018	0.153	0.038
7	0.375	0.020	0.150	0.037
8	0.360	0.020	0.153	0.035
9	0.360	0.021	0.150	0.037
10	0.370	0.020	0.150	0.034
11	0.365	0.020	0.150	0.036
12	0.355	0.021	0.150	0.038
平 均 值	0.365	0.020	0.160	0.036
标准偏差	0.0067	0.001	0.0085	0.0017
变动系数 (%)	1.8	5.0	5.5	4.7

5mL 试液于25mL比色管中,以下步骤同标准曲线的绘制。

3. 氯化钠、氯化钾中钙的测定: 根据钙的含量称取一定量的样品溶于100mL容量瓶中(如混浊需于过滤)。吸取5mL试液(含0.01—0.04mg钙)于25mL比色管中,以下步骤同标准曲线的绘制。

* 华东师范大学化学系为试验提供氯偶氮安替比林试剂,在此表示谢意。

表 2 标准曲线的稳定性

时 间 (年.月.日)	标准曲线(E)				平均K值 (mg/吸光度)	摩尔吸光系数 (L/mol.cm)
	0.01	0.02	0.03	0.04		
85.8.21	0.18	0.35	0.48	0.56	0.062	1.6×10^4
22	0.17	0.32	0.42	0.51	0.073	1.4×10^4
23	0.15	0.29	0.39	0.47	0.075	1.3×10^4
24	0.14	0.265	0.36	0.43	0.081	1.2×10^4
26	0.13	0.24	0.335	0.40	0.088	1.1×10^4
28	0.10	0.19	0.29	0.38	0.104	1.0×10^4

三、结果与讨论

1. 测定钙的精密度试验: 按测定步骤测定了海水、氯化钠和氯化钾中的钙, 其精密度如表 1。

从表 1 可以看出, 测定钙的标准偏差较低, 变动系数(相对标准偏差)在 6% 以下, 说明方法的精密度较高。

2. 标准曲线的稳定性: 一次配制的显色剂在 8 天中做了 6 条标准曲线, 其稳定性见表 2。

从表 2 可以看出, 标准曲线的平均 K 值随时间的延长而升高, 其摩尔吸光系数随时间的延长而降低, 说明显色剂的灵敏度随着时间的延长而降低。因此在测定样品时一定要带标准曲线, 而且在夏天配制的显色剂不要超过 7 天。

3. 本法与其它方法的比较: 本法的 12 次平均值与其它方法进行了对照, 如表 3。

从表 3 中可以看出, 本法测得的海水、氯化钾、氯化钠中的钙与 EDTA 法与原子吸收法相近, 说明方法的准确度较高。

间氯偶氮安替比林试剂在 $\text{pH} > 13$ 的氢氧化钠介质中与钙形成蓝色络合物, 镁不干扰测定, 样品中的微量重金属离子在 1mL 三乙醇胺-酒石酸溶液掩蔽下也不干扰测定。它与间磺酸

表 3 本法与其它方法的比较¹⁾

测定方法	海 水 1106 (g/L)	氯化钾 (%)		氯化钠 (%)
		1 号	2 号	
本 法	0.365	0.020	0.16	0.036
EDTA 法	0.366	0.020	0.16	0.036
原子吸收法		0.021	0.16	0.035

1) 1 号、2 号氯化钾中钙的含量系化工部化工矿山设计研究院标准化室制定的, 测定精密度试验的平均值。氯化钠原子吸收法测定数据系本所张惠敏同志测定

基偶氮安替比林测定钙的灵敏度相近。

《淡水渔业》已改为 国内外公开发行

《淡水渔业》是中国水产学会主办、由中国水产科学研究院长江水产研究所编辑的中级科技刊物, 主要登载科研报告、生产经验及综述评论等, 并提供国内外最新水产科技信息。

经国家科委批准, 本刊已改为国内外公开发行, 自 1987 年起, 每期由原来的 44 页增至 48 页。欢迎各科研、教学和生产单位的读者到当地邮局(所)订阅。

《淡水渔业》编辑部