

硼酸锌中硼的快速测定

陈冰 彭奇均 陆晶
(化工系)

一、导 言

在硼酸盐中硼含量的测定中。由于重金属离子的干扰，以往通常采用使硼转变为硼酸甲酯来蒸馏分离或利用碳酸盐、硫化物沉淀分离金属离子等方法，消除金属离子的干扰。但是此类方法分离手续繁杂，样品分析时间冗长。^[1,2,3]

为使硼含量测定达到快、准的要求，我们选用8-羟基喹啉(简称OX)为掩蔽剂，在不分离金属离子的情况下，以氢氧化钠溶液为滴定剂，采用电位滴定法直接进行硼含量的测定。该法具有简单易行、快速准确之特点。

OX能与许多金属离子结合形成稳定络合物。此类络合物稳定常数大，能在较大pH范围内稳定存在^[5]。利用这种特性，选作为硼含量测定过程中重金属离子的掩蔽剂以消除干扰。

二、实 验

1. 仪器

ZD-2自动电位测定仪(上海雷磁仪器厂)

2. 试剂

氢氧化钠(A、R)，4%；盐酸(A、R) 6mol/l，0.1mol/l；氢氧化钠标准溶液(A、R) OX-乙醇溶液(A、R)；甘露醇(A、R)。

3. 分析方法

称取硼酸锌试样0.2000克，加入盐酸溶液(6mol/l)溶解样品，加水50毫升，用4%氢氧化钠溶液调节pH值为3~5，加入OX-乙醇溶液略过量，用氢氧化钠溶液滴定至pH值为7.0。加入甘露醇适量，用标准氢氧化钠溶液滴定至pH值为8.0，再加入1.0克甘露醇，此时若pH值下降则再用标准氢氧化钠滴定至pH值为8.0。反复进行上述操作直到pH值，在半分钟内稳定不变即为终点。

三、实验条件选择

1. 滴定起始pH值

硼酸锌用盐酸溶液溶解后，硼以硼酸形式存在。用碱中和过量的酸，则硼酸处于游离状态。由于硼酸电离常数甚小(5.7×10^{-10})^[6]，当用碱中和过量酸时，等当点前后pH值有一

本文1986年6月17日收到。

明显变化,由此可以确定起点 pH 值。

比较纯硼酸溶液和硼酸—OX—Zn 络合物混合溶液起点 pH 值突跃范围(见图 1),可看出后者 pH 值突跃范围较前者小,约在 6.0~8.0 之间,但二者皆含有相同的 pH 值突跃变化区间(约为 6.5~7.5 之间)。据此,可以确定滴定起点 pH 值为 7.0。加入 OX 的量不影响起点 pH 值确定。

2. 滴定终点 pH 值

游离硼酸加入甘露醇等强化剂后,其电离常数增大^[5],放出质子,可用标准氢氧化钠定量滴定。等当点前后体系 pH 值必有一明显突跃范围,由此可确定终点 pH 值,由图 2 可看出无论纯硼酸溶液或是混合溶液终点 pH 值皆为 8.0,说明 OX—Zn 络合物及 OX 的存在对滴定无影响。

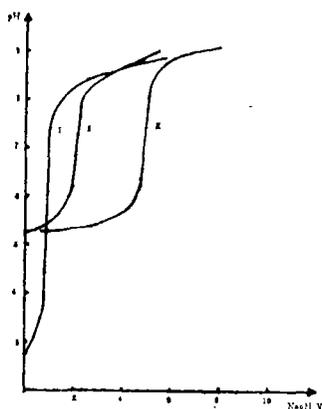


图 1 确定起点 pH 值滴定曲线

注: 曲线 I—纯硼酸溶液
曲线 II—加入 OX 和 Zn^{2+} ,
OX:Zn = 5:1 (摩尔比)
曲线 III—加入 OX 和 Zn^{2+} ,
OX:Zn = 11:1 (摩尔比)
(横坐标数值仅说明比例关系
不代表真实数值)

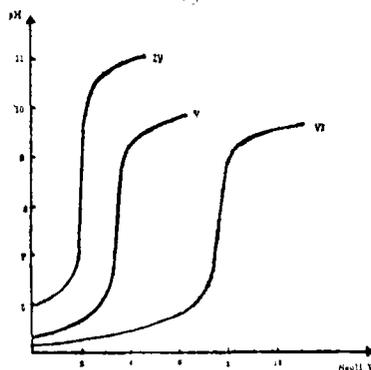
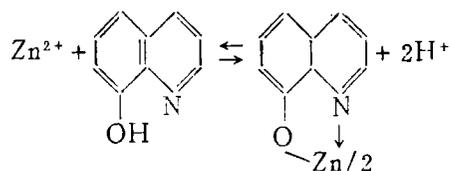


图 2 确定终点 pH 值滴定曲线

注: 曲线 IV—纯硼酸溶液
曲线 V—加入 OX 和 Zn^{2+} ,
OX:Zn = 5:1 (摩尔比)
曲线 VI—加入 OX 和 Zn^{2+} ,
OX:Zn = 11:1 (摩尔比)
(横坐标数值仅说明比
例关系不代表真实值)

3. OX 的加入量

在实验中发现,随着 OX 加入量不断增加, pH 呈下降趋势,然后达到某一稳定值。认为这是开始时 OX 与金属离子络合不断放出 H^+ ,从而使 pH 值下降。反应式如下:



当 Zn^{2+} 完全与 OX 形成络合物,则 pH 趋于稳定,由此推断:加入 OX 至 pH 值稳定不变则可认为 OX 已足量。

OX 可以固体形式直接加入,但因 OX 难溶于水,与金属离子络合达到平衡所需时间较

长。采用 OX—醇溶液则可解决上述问题。乙醇加入不影响测定。

四、结果分析

1) 为考核本法对分析结果的准确度, 在一定量的硼酸锌(无锡大众化工厂产品) 中加入标准硼酸(A、R)进行回收试验。结果见表 1

表 1 回收试验

试样重 (g)	0.4000	0.4000	0.4000	0.4000	0.4000	0.4000	0.4000
加入标准硼酸 (mg)	0	501.0	312.5	236.5	209.6	231.3	260.6
滴定标准硼酸所耗 0.1141MNaOH溶液体积 (ml)	0	70.88	44.28	33.53	29.66	32.83	36.93
测定硼酸含量 (mg)	0	500.0	312.4	236.7	209.2	231.6	260.5
回收率 (%)	0	99.81	99.97	100.08	99.83	100.13	99.97
平均误差 (%)	0.10						

为检验该方法测定结果的再现性, 采用纯硼酸(A、R)加入一定比例的氧化锌(A、R)进行 B_2O_3 含量测定。结果见表 2

表 2 精密度试验

编号	H_3BO_3 (mg)	ZnO (mg)	VNaOH (ml, 0.1076(M))	B_2O_3 (%)	个别测定量 偏差	标准偏差 (%)
1	202.1	100.0	30.40	56.34	0.03	0.070
2	243.3	100.1	36.66	56.44	0.13	
3	231.3	100.0	34.76	56.29	-0.02	
4	204.1	100.0	30.66	56.27	-0.04	
5	202.3	100.0	30.42	56.32	0.01	
6	210.7	50.0	31.65	56.26	-0.05	
7	224.7	50.0	33.81	56.36	0.05	
8	234.8	50.0	35.34	56.37	0.06	
9	213.9	50.0	32.14	56.28	-0.03	
10	234.1	50.0	35.12	56.19	-0.12	

试验结果表明, 所测数据吻合度好, 精密度符合要求。

2) 理论上凡是能与 OX 在较宽 pH 值范围内形成稳定络合物的重金属, 其硼酸盐都可上述方法进行硼含量的测定。因此, 我们对 Cu^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Al^{3+} 、 Bi^{3+} 、 Pb^{3+} 等金属离子存在下进行硼酸回收试验。结果令人满意。(见表 3)

表 3 各金属硼酸盐的回收试验

M^{n+}	加入硼酸 (mg)	标准氢氧化钠 体 积(ml) (0.1048M)	测定硼酸量 (mg)	回收率 (%)
Bi^{3+}	163.1	25.12	162.8	99.85
	163.0	25.15	163.0	99.91
Mn^{2+}	163.2	25.25	163.6	100.32
	163.1	25.12	162.8	99.85
Fe^{3+}	163.1	25.13	163.0	99.91
	163.1	25.18	163.2	100.04
Co^{2+}	163.2	25.25	163.6	100.32
	163.1	25.24	163.5	100.21
Pb^{2+}	163.1	25.12	162.8	99.85
	163.1	25.15	163.0	99.91
Al^{3+}	163.0	25.10	162.6	99.72
	163.1	25.17	163.1	100.00
Cu^{2+}	163.1	25.15	163.0	99.91
	163.1	25.12	162.8	99.85

五、讨 论

1) 本方法适用于硼的常规常量分析, 主要特点是快速、操作简便、结果可靠

2) 纯硼酸溶液和 OX—Zn 络合物混合溶液起始 pH 值突跃范围的差异(见图 1)初步认为是由于络合物的络合平衡以及过量 OX 微弱电离影响所致。具体原因有待进一步探讨

3) 本文主要以硼酸锌为例讨论了本方法的适用性。对其它重金属硼酸盐中硼含量测定的推广应用, 需要进一步实验验证

本项工作得到商少明同志大力协助, 在此深表谢意。

参 考 文 献

- [1] Kelly W. Margaret, Anal. Chem. Vol. 23, No. 9, p1335—1336 Sept. 1951
- [2] Blumenthal Herman, Anal. Chem., Vol. 23, No. 7, p. 992—994 July 1951
- [3] 冶金部钢铁研究总院编译, 《国外钢铁化学分析标准法》, 技术标准出版社, 1981
- [4] 张孙玮等编, 《有机试剂在分析化学中的应用》, 科学技术出版社, 1981
- [5] 华中师范学院等编, 《分析化学》, 高等教育出版社, p. 226, 1984

87005

硼镧锌中硼的快速测定《无锡轻工业学院学报》1987年,第6卷,

第1期

主题词 硼酸盐; 硼; 测定/硼酸铟; 硼酸甲脂; 8-羟基喹啉; 电

位测定

摘要 过度金属离子的存在对硼酸盐中硼的测定有干扰,以往标准硼酸甲酯蒸馏分离法存在时间冗长,操作繁杂等问题。本文提出一种简便易行的硼含量测定方法。该方法利用8-羟基喹啉掩蔽金属离子,在不分离金属离子条件下能够快速准确地测定硼含量的测定。

作者: 陈冰 彭奇均 陆晶

87007

芦笋生产线自动称量、加料与分选机的软硬件研制《无锡轻工业学

院学报》1987年,第6卷,第1期

主题词 石刁柏; 自动称量; 自动加料; 分选; 软件和硬件

摘要 本文介绍芦笋装罐前进行的自动称量、加料与分选的软硬件研制。尤其是软件编制的原则,软硬件的配合和实现整机协调工作的方法。可供其他物料(根状、块状、粒状甚至粉状)的自动称量加料与分选的软硬件研制时参考。

作者: 黄学祥 须文波

87006

混合油浓度在线检测装置的探讨《无锡轻工业学院学报》1987年,

第6卷,第1期

主题词 植物油; 自动检测; 仪表装置/在线检测装置

摘要 本文就浸出油厂混合油浓度在线检测装置进行了理论研究,同时,对装置结构、测读方法等作了全面考虑。它的主要特点是:原理和结构极其简单,价格十分便宜,量程范围较宽;精度能满足工艺要求;大小油厂均可应用。

作者: 陆纪功

87008

微机在纺织测试中的应用之二——织机动态织口位置的测试研讨

《无锡轻工业学院学报》1987年,第6卷,第1期

主题词 测试系统; 动态织口位置; 送经量; 卷取量

摘要 本文介绍采用光电变换装置与微机组成的测试系统,对动态织口位置、织物卷取量、送经量和主轴转角等的测试结果。着重讨论了动态织口位置变化规律,经纱张力与织口位置的关系;送经量、卷取量与织口位置的关系;停车时织口位置的变化等。有关测试装置及方法,可供老机改造、新机研制及引进设备的消化之参考。有关测试结果及研讨,可供织物形成理论研究与实际参考。

作者: 吕仕元

87008

APPLICATION OF MICROCOMPUTER in TEXTILE TESTING(II)

—The test and study on the position of cloth fell in the dynamic state
《Journal of the Wuxi Institute of Light Industry》Vol.6, No.1, 1987
SUBJECTWORDS the test system, the position of cloth fell in dynamic state, the amount of warp run-in, the amount of cloth take-up

ABSTRACT The test results of the position of cloth fell in dynamic state, the amount of cloth take-up and warp run-in, the angular rotation of main shaft etc, obtaining from the test system consisting of the photoelectric transmission and microcomputer are introduced, The variation law of the position of cloth fell in dynamic state, the relationship between the warp tension and the position of cloth fell, the relationship between the amount of warp run-in, cloth take-up and the position of cloth fell, and the variation of the position of cloth fell at the machine stalling are emphatically discussed. This testing equipment and method could be used for the reference in the remake of old machines, the development of new equipments and the digestion of import equipments, The test results and its discussions concerned could be used for the reference in the theoretical study and production,

Author, Lu Shryang

87007

THE DEVELOPMENT OF SOFTWARE and HARDWARE for AUTOMATIC WEIGHING, FEEDING and SEPERATING MACHINE of ASPARAGUS PRODUCTION LINE 《Journal of the Wuxi Institute of Light Industry》 Vol.6, No.1, 1987

SUBJECTWORDS asparagus, autoweighing autofeeding, seperating, software and hardware

ABSTRACT The development of software and hardware for automatic weighing, feeding and seperating machine before the asparagus canning, especially, the principle of software establishments, the coordination of software and hardware and the cooperation methods for whole machine are introduced. This paper can be used as a reference for treatment of other materials, (bar, cubes, granular and even powder).

Author, Huang Xuexiang, Xu Wenbo

87006

AN INVESTIGATION of ON-LINE MEASURING INSTRUMENTATION for BLEND OIL CONCENTRATION 《Journal of the Wuxi Institute of Light Industry》 Vol.6, No.1, 1987

SUBJECTWORDS vegetable oil, automatic detection, instrumentation/on line measuring instrumentation

ABSTRACT An on-line measuring instrumentation of blend oil concentration in the extracting oil factory is investigated in theory. In the meanwhile, its structure and the methodes of measuring and read out have also been considered over-all. Its main features can be summarized as follows: Both of the principle and the structure are very simple, The cost is very cheap, The measuring range is rather wide, The precision can meet the technological requirements. It is suitable for all oil factory, big or small.

Author, Lu Jigong

87005

THE QUICK DETERMINATION of BORON in ZINC BORATE 《Journal of the Wuxi Institute of Light Industry》 Vol.6, No.1, 1987

SUBJECTWORDS borates, boron, determination/zinc borate, methyl borate, 8-hydroxyquinoline

ABSTRACTS The determination of boron in borates can intered by the transition metal ions. It was found that the standard procedure of separating boron in the form of methyl borate by distillation was timeconsuming and complicated operation etc. A simple and convenient method for the determination of boron in borates is described. Using the 8-hydroxyquinoline to mask the metal ions, it is not necessary to separate the metal ions, the content of born in borates can be determined fast and accurately.

Author, Chen Bing, Peng Qijun, Lu Jinq