



中华人民共和国国家标准

GB/T 11902—1989

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

国家环境保护局 发布

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、钼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 $0.05 \mu\text{g}$ 时, $30 \mu\text{g}$ 砷、钴、铬; $5 \mu\text{g}$ 镉; $20 \mu\text{g}$ 镍; $27 \mu\text{g}$ 铍; $35 \mu\text{g}$ 铜; $40 \mu\text{g}$ 锰; $50 \mu\text{g}$ 铅、锌; $100 \mu\text{g}$ 铁、钒等不干扰。

本法最低检出量为 $0.005 \mu\text{g}$ 硒,取 20 mL 水样测定,硒的最低检出浓度为 $0.25 \mu\text{g/L}$ 。

2 原理

2,3-二氨基萘在 $\text{pH}1.5 \sim 2.0$ 溶液中,选择性地与四价硒离子反应生成 4,5-苯并苯硒脑(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 $500\ 000 \Omega \cdot \text{cm}$ (25 C) 以上。
- 3.2 环己烷(C_6H_{12}),不得含荧光杂质。不纯时需重蒸馏,收集 $80 \sim 81 \text{ C}$ 馏分,使用过的环己烷可重蒸后再用。
- 3.3 硝酸(HNO_3),密度(ρ_{20})为 1.4 g/mL ,优级纯。
- 3.4 高氯酸(HClO_4),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 $1\ 000 \text{ mL}$ 。
- 3.9 氨水($\text{NH}_3 + \text{H}_2\text{O}$),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($\text{C}_{22}\text{H}_{18}\text{O}_5\text{S}$)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 。