

巯基棉富集分离-胶束增溶分光光度 法测定痕量镍

苏剑雄 陈安子

(应用化学系)

摘要 本文在 $\text{pH}=5.6$ 、Tween 80和SDS存在下 $\text{Ni}(\text{II})$ 与5-Br-PADAP显色反应形成紫红色络合物,其最大吸收波长在 558nm 、 $\epsilon_{558}=1.16\times 10^5$, $\text{Ni}(\text{II})$ 含量 $0-0.36\mu\text{g}/\text{ml}$ 遵守比尔定律。常见的金属离子干扰用巯基棉分离,用于水库水痕量镍的测定,结果满意。

关键词 巯基棉、富集、分离、镍、分光光度测定

0 前言

目前,光度分析法在国内环保、冶金等部门仍是一种常用的检测手段。水中痕量镍的测定是环境背景值研究和环境监测的重要项目之一,其在水中含量极低,当前又缺乏高灵敏度的分析方法,一般需要富集后方可准确测定。常用的有蒸发浓缩、萃取和螯合树脂交换等方法,前二者浓缩倍数多在几十倍左右,很容易引入基体干扰和杂质,后者流速慢且解脱困难。巯基棉富集,是近几年发展起来的一种良好的固体吸附剂,具有吸附速度快,吸附量大,易于洗脱,富集倍数大,制备简单,易于保存等优点,克服了传统巯基试剂易分解、味臭等不足。本文在前人工作基础上^[1,2],采用混合表面活性剂,以提高体系的稳定性,并以巯基棉富集与分光光度法联用,在 $\text{pH}=5.6$ 时,以 $\text{Ni}(\text{II})$ -5-Br-PADAP-Tween80-SDS体系,分光光度测定痕量镍, $\lambda_{\text{max}}=558\text{nm}$, $\epsilon_{558}=1.16\times 10^5$,镍含量在 $0-0.36\mu\text{g}/\text{ml}$ 遵守比尔定律。方法简便,灵敏度高,准确度和稳定性好,目前未见报道。本方法用于水库水镍的测定,结果满意。

1 实验部分

1.1 主要试剂和仪器

(1) 镍标准溶液:称取 2.2392g $\text{NiSO}_4\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 于 500ml 容量瓶中,以水定容,摇匀,每 ml 含镍 1.0mg ,使用时再逐级稀释。(2) $\text{pH}=5.6$ 醋酸-醋酸钠缓冲液:分别配制 0.2mol/L

本文1989-09-08收到。

HAc和NaAc溶液, HAc : NaAc = 1.9 : 18.1的体积比配制, 在pHs-2型酸度计校正pH = 5.6。
 (3) 0.1% 5-Br-PADAP乙醇溶液: 称取0.5000g 5-Br-PADAP, 用无水乙醇溶解后, 转入500ml容量瓶中用无水乙醇稀释, 定容, 摇匀。
 (4) 5% (V/V) 吐温80 (即Tween80) 溶液 (化学纯); 0.1% (W/V) 十二烷基磺酸钠 (即SDS) 溶液 (化学纯)。
 (5) 0.0100mol/L HCl 溶液: 用常规酸碱滴定法标定。
 (6) 巯基棉的制备方法按文献[3]; 所用的水均为二次蒸馏水, 试剂规格除标明外均为分析纯。
 (7) 721型分光光度计; pHs-2型酸度计。

1.2 实验方法

1. 吸取5.0 μ g Ni(II)标准液于25ml容量瓶中, 加入0.2%对硝基酚指示剂1滴, 用稀氨水或稀盐酸调至溶液呈淡黄色, HAc-NaAc缓冲液5.0ml, 5%吐温80溶液3.0ml, 0.1% SDS溶液3.0ml, 0.1% 5-Br-PADAP乙醇溶液1.0ml, 用水定容, 摇匀, 放置10min后, 用1cm比色皿, 在波长558nm处, 以试剂空白作参比, 测量吸光度。

2. 巯基棉富集分离装置与操作: (1) 巯基棉交换管装置: 用内径6mm长约100—120mm玻璃管, 一端拉成细长约15mm, 口径约为1.5mm。内装0.1g 巯基棉, 松紧适度, 用橡皮管接在分液漏斗下端。(2) 吸取5 μ g Ni(II)标准液于烧杯中, 加入45ml水, 1% Na₂S₂O₃溶液1.0ml, 2% 酒石酸铵溶液4.0ml, 用稀氨水调至溶液pH值约为9, 加入pH=9的氨性缓冲液5.0ml, 作为待富集液。(3) 用水浸泡巯基棉*30min后, 以0.0100mol/L HCl 10ml分为二次各泡巯基棉5min后, 用少量水洗涤巯基棉至呈中性, 将上述待富集液转入分液漏斗中, 流速2—3ml/min, 交换完毕后, 用0.0100mol/L HCl 3.0ml洗脱巯基棉上吸附物, 控制流速2ml/min, 将洗脱液收集于25ml容量瓶中, 加入5%焦磷酸钠2.0ml, 按实验方法测量吸光度。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱 实验结果表明, 由图1可知, 在醋酸-醋酸钠缓冲液 pH = 5.6 条件下, 络合物对试剂空白的吸收光谱最大吸收波长为558nm处; 试剂对水的吸收光谱最大吸收波长为450nm处, 其显色对比度 ($\Delta\lambda$) 为108nm。

2.2 显色酸度的影响 实验表明, 在醋酸-醋酸钠缓冲液介质中, pH = 5.3—5.9, 络合物吸光度最大且稳定, pH值大时, 体系不稳定, 选用pH = 5.6作显色酸度。

2.3 酸度用量的影响 实验表明, pH = 5.6 的醋酸-醋酸钠缓冲液用量在3.5—6.0ml时, 络合物吸光

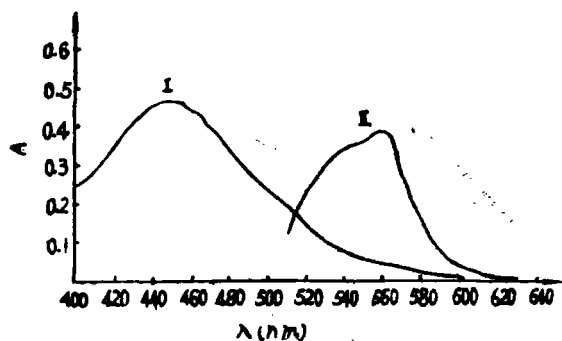


图1 吸收光谱

I——显色剂吸收光谱对水空白; II——络合物吸收光谱对试剂空白

*在巯基棉管中每加入一种溶液 (包括水) 之前, 都要用吸耳球将巯基棉挤干。

度恒定, 选用5.0ml.

2.4 显色剂用量的影响 0.1%5-Br-PADAP乙醇溶液用量在0.5—2.0ml吸光度最大且稳定, 选用1.0ml.

2.5 Tween80用量的影响 实验表明, 5% Tween80 溶液, 用量在 1.0—4.0ml 吸光度恒定, 选用3.0ml.

2.6 十二烷基磺酸钠用量的影响 实验表明, 0.1%SDS用量在 1.0—5.0ml 吸光度恒定, 选用3.0ml.

2.7 络合物的稳定性 实验表明, 在本体系中, 显色后 10min至 1h 内 显色体系吸光度恒定.

2.8 工作曲线和灵敏度 实验表明, 镍的浓度在 0—0.36 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 范围内遵守比耳定律, 表观摩尔吸光系数 $\epsilon_{558} = 1.16 \times 10^5$, 结果见图 2.

2.9 共存离子的影响与消除 有选择地对天然水中常见的有可能干扰的金属离子进行了试验, 按实验方法, 在 5 μg Ni(II)存在下, 以相对误差不超过 $\pm 5\%$ 为限, 经巯基棉分离后, 可允许 Cu(II), Pb(II), Cd(II), Mn(II)和 Ti(IV)各 5 μg , Al(III) 100 μg , SiO₂ 50 μg , Ca(II)和Mg(II)各 1.0mg, Zn(II) 5 μg (需加入 5%焦磷酸钠2ml), Fe(III) 10 μg .

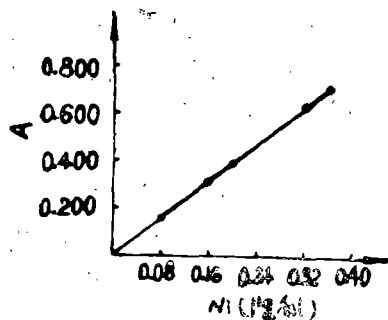


图2 镍工作曲线

3 应用实例 一水库水痕量镍的测定及回收率实验

3.1 水样处理 将水库水水样加盐酸酸化, 使 pH 值约为 1. 然后抽滤, 保存在冰箱冷藏室, 温度低于 10℃.

3.2 含镍量的测定 分别吸取经处理的水库水样 100ml (和 50ml) 若干份于烧杯中, 按实验方法经巯基棉富集分离后, 洗脱液收集于 25ml 容量瓶中, 以平行操作空白作参比, 进行吸光度测定, 结果见表 1.

表1 水库水痕量镍的测定及回收率实验

水样 ml	标准加 入镍 μg	平行样 份数	测得镍含量 μg	平均值 μg	平均回 收镍 μg	回收率 %	标准 偏差	变异系 数%
100*		7	1.03, 1.05, 1.03, 0.99	1.03			0.026	2.5
			1.07, 1.03, 1.01					
	5.0	5	5.42, 5.47, 5.45		4.94	98.2—		
			5.48, 5.43			99.4		
50	2.0	5	2.50, 2.51, 2.49		1.98	98—		
			2.47, 2.48			100		

*测含镍量时, 用3cm比色皿.

参 考 文 献

- [1] 魏复盛、曲培华、沈乃癸, PADAP卤代衍生物光度测定微量镍, 分析化学, 2 (1981), 179.
- [2] 朱玉瑞、魏复盛、沈乃癸, 5Br-PADAP Trilonx-100 分光光度法测定钢铁中镍, 理化检验, 19, 1 (1983), 18.
- [3] 苏剑雄、陈安子, 巯基棉富集分离-胶束增溶分光光度法测定海水中微量铜, 华侨大学学报 (自然科学版), 9, 2 (1988), 167.

Enrichment and Separation with Sulfhydryl Cotton -Determination of Trace Nickel by Micellar Solubilization Spectrophotometry

Su Jianxiong Chen Anzi

(Department of Applied Chemistry)

Abstract For the determination of trace nickel, the authors present a method of micellar solubilization spectrophotometry. The method is based on the formation of a red-violet complex by way of colour reaction of Ni(II) with 2-(5-Br-Pyridylazo)-5-diethylaminophenol, or 5-Br-PADAP for short, at pH 5.6 in the presence of a polysorbate and sodium dodecyl sulfonate. The complex gives its maximum absorbance at 558 nm as well as the molar absorptivity of 1.6×10^5 . Beer's law is obeyed by Ni(II) of 0-0.36 $\mu\text{g/ml}$. The interference of general metal ions can be eliminated by separation with sulfhydryl cotton. The method has been applied to determine trace Nickel in reservoir water with success.

Key words sulfhydryl cotton, concentration, isolation, Nickel, spectrophotometry