

1,9-二(4-安替比林偶氮)嘌呤酮与钯的显色反应及其用于光度法测定钯

丁荫祥

王尊本

(福建省龙岩师范高等专科学校化学系, 龙岩 364000) (厦门大学化学系, 厦门 361005)

1 引言

新合成的试剂 1,9-二[4-安替比林偶氮]嘌呤酮(BAPD), 在 $\text{pH} = 4.50$ 的 HAc-NaAc 缓冲溶液中与 Pd(II) 生成稳定的红色络合物, 其 $\lambda_{\text{max}} = 510 \text{ nm}$, 钯含量在 $0.12 \sim 2.4 \text{ mg/L}$ 范围内与吸光度呈线性关系。据此建立了测定 Pd(II) 的分析方法, 并应用于电镀液和镀层中钯含量的测定。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂 DU-7 HS 型分光光度计(美国 Beckman 公司); 760 CRT 型紫外-可见分光光度计(上海第三分析仪器厂); HM-20E 型酸度计(日本 TOA 公司)。钯标准溶液: 称取 $\text{Pd}(\text{NH}_3)_2\text{Cl}_2$ (A.R.) 0.4967 g , 用 10 mL 3 mol/L 氨水溶解后配成 1.0 g/L 的 Pd(II) 标准储备溶液 250 mL 。由此再配制含 Pd(II) 20 mg/L 的标准使用溶液。 0.03% 的 BAPD 溶液: 用 95% 乙醇(A.R.) 配制。 $\text{pH} 4.5$ 的 HAc-NaAc 缓冲溶液: 于 1.0 mol/L HAc 溶液中加入适量 NaAc 固体, 在酸度计上调至 pH 为 4.50 。水为二次去离子水。

2.2 实验方法 于 25 mL 容量瓶中加入一定量 20 mg/L 的 Pd(II) 标准使用溶液和 3.0 mL $\text{pH} 4.5$ 的 HAc-NaAc 缓冲溶液, 再加入 2.0 mL BAPD 溶液, 用水定容。在沸水浴中加热 $1.5 \sim 3 \text{ min}$ 后迅速流水冷却。在 510 nm 处, 以试剂空白为参比, 用 1 cm 比色皿测量吸光度。

3 结果与讨论

3.1 条件试验 (1) 介质酸度的选择 实验表明当介质为 $\text{pH} 4.5$ 的 HAc-NaAc 缓冲溶液时, 溶液的吸光度最大。(2) BAPD 用量及显色时间的选择 实验表明, BAPD 用量为 $2.0 \sim 3.0 \text{ mL}$ 时吸光度最大, 本文选用 2.0 mL 。采用沸水浴加热可缩短显色时间。络合物吸光度在 20 min 内保持稳定。本文采用沸水浴加热 $1.5 \sim 3 \text{ min}$ 后流水冷却, 在 5 min 内测定。

3.2 干扰试验 电镀液中除含有钯外, 还含有一些 NH_4^+ 、柠檬酸根及有机物添加剂。实验结果表明, 这些物质对测定结果均无影响。而由于电镀层的基体是不锈钢, 测电镀层时只须剥下镀层溶解即可, 故不存在干扰离子。

3.3 工作曲线 Pd(II) 含量在 $0.12 \sim 2.4 \text{ mg/L}$ 之间工作曲线线性良好。其拟合方程为 $A = 0.00929C(25 \text{ mL 中 } \mu\text{g 数}) + 0.00502$; 相关系数 $r = 0.9994$ 。本方法测定钯的检测限为 $6.4 \mu\text{g/L}$ 。

3.4 络合物的组成测定 经采用等摩尔连续变化法和摩尔比法测定, BAPD 与 Pd(II) 形成的络合物的组成为 BAPD: Pd = 2:1。

3.5 样品分析 移取 1.00 mL 待测电镀液于 50 mL 容量瓶中, 用二次去离子水定容。再将上述溶液稀释 10 倍, 即得待测电镀液试样溶液。根据电镀液的大约浓度, 取出一定量的待测液, 按照实验方法平行测定 5 次, 测得 1[#] 电镀液样品的钯含量为 0.07537 mol/L , 相对标准偏差为 0.5% ; 2[#] 电镀液样品的钯含量为 0.1954 mol/L , 相对标准偏差为 0.3% 。回收率为 $96.8\% \sim 102.9\%$ 。另外, 从不锈钢基体上剥下电镀层, 洗净、烘干, 准确称重后放入小烧杯中, 加入 3.0 mL 6.0 mol/L 的盐酸, 再滴加 10 滴浓硝酸, 加热溶解后, 3[#] 电镀层样品稀释 25×50 倍, 4[#] 电镀层样品稀释 50×50 倍, 即得待测电镀层试样溶液。取 1.00 mL 待测液, 按照实验方法进行 5 次平行测定, 测得 3[#] 电镀层样品的钯含量为 84.64% , 相对标准偏差为 0.7% ; 4[#] 电镀层样品的钯含量为 90.91% , 相对标准偏差为 0.4% 。回收率为 $101.0\% \sim 101.4\%$ 。