

③ 135~136, 171

2—羟基—5—磺酸基苯基重氮氨基偶氮苯

光度法测定微量 Ni(II) 的研究

金文斌, 孙嘉彦, 陈华军, 殷小琴, 杭凌云, 陈友琴

(江苏省南通职业大学 化工系, 江苏 南通 226007)

X 532.02

摘 要: 2—羟基—5—磺酸基苯基重氮氨基偶氮苯与 Ni(II) 在 OP 存在下, 于 pH=10 的硼砂缓冲溶液中形成 2:1 红色络合物, $\lambda_{\max}=530\text{ nm}$, $\epsilon=6.0\times 10^4\text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$, Ni(II) 含量在 0~0.24 mg/L 符合比耳定律。用于电镀废水中镍的测定, 结果满意。

关键词: 2—羟基—5—磺酸基苯基重氮氨基偶氮苯; Ni(II); 分光光度法

废水监测, 镍, 电镀

中图分类号: X830.2

文献标识码: A

文章编号: 1007-1504(2000)03-0135-02

Study on the Colour Reaction of Nickel (II) with a Chromogenic Reagent 2-Hydroxyl-5-Sulfobenzendiazoaminoazobenzene

Jin Wenbin, Sun Jiayan, Chen Huajun, Yin Xiaoqin, Hang Lingyun, Chen Youqin (Nantong Vocational university, Nantong Jiangsu 226007)

Abstract: A method for the spectrophotometric determination of nickel (II) using 2-hydroxyl-5-sulfobenzendiazoaminoazobenzene is proposed. In buffer solution ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{--NaOH}$) of pH10.0 in the presence of emulsifier op, nickel (II) with the reagent form a stable red complex in which the molar ratio of Ni:R is 1:2. The complex exhibits maximum absorption at 530 nm with a molar absorptivity of $5.83\times 10^4\text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$. Beer's law is obeyed in the range of the 0~0.24 mg/L. The method has been applied to determine micromount nickel (II) in electrodeposited effluent with satisfactory results.

Key words: 2-hydroxyl-5-sulfobenzendiazoaminoazobenzene; Nickel; Colour reaction

采用苯基重氮氨基偶氮苯及其衍生物邻羧基苯基重氮氨基偶氮苯为显色剂测定镍已有报道^[1,2]。本文对其另一衍生物 2—羟基—5—磺酸基苯基重氮氨基偶氮苯(HS-DDA)与镍反应进行了研究, 结果表明, 此显色反应的灵敏度较高(摩尔吸光系数达 $6.0\times 10^4\text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$), 体系的选择性和稳定性较好, 可用于电镀废水中镍的测定。

1 主要仪器与试剂

722 型光栅分光光度计(上海第三分析仪器厂), 1 cm 比色皿。

镍标准溶液: 5 mg/L, 1 mg/L。硼砂缓冲液(pH=10)。2%乳化剂(OP)溶剂。HS-DDA: 0.05%乙醇溶液。

收稿日期: 1999-11-15

作者简介: 金文斌(1965-), 男, 江苏南通人, 讲师, 学士, 主要从事分析化学教学与研究工作。

2 试验方法

加 5 μg 镍标准溶液于 25 ml 量瓶中,加 5 ml 硼砂缓冲液,5 ml OP 溶液,2.5 ml HS-DDA 溶液,每加一试剂均需摇匀,以水定容,摇匀,放置 30 min,以试剂空白为参比,用 1 cm 比色皿,于 530 nm 处测定吸光度。

3 结果与讨论

3.1 吸收曲线

Ni 与 HS-DDA 在 OP 存在下形成红色络合物,最大吸收波长为 530 nm,HS-DDA 最大吸收波长为 440 nm, $\Delta\lambda = 90 \text{ nm}$ 。

3.2 表面活性剂的选择

试验了 OP、吐温 80、吐温 20、平平加等非离子表面活性剂的增溶增敏效果,以 OP 为最佳,其用量为 4.0~6.0 ml,吸光度最大且基本不变,本文选用 5.0 ml。

3.3 酸度的影响

显色反应需在 pH 为 9.8~10.2 碱性介质中进行,本文选用 pH=10 的硼砂缓冲溶液,其用量在 4.0~7.0 ml 吸光度恒定,本文选用 5.0 ml。

3.4 显色剂用量

HS-DDA 在 2.0~3.0 ml 时,吸光度最大且恒定,本文选用 2.5 ml。

3.5 显色反应速度与稳定性

室温下,加入显色剂 20 min 后吸光度达到最大,24 h 后吸光度略有下降。

3.6 络合物组成的测定

用摩尔比法及等摩尔系列法测得络合物组成为 $\text{Ni}:\text{HS-DDA}=1:2$ 。

3.7 工作曲线

镍量在 0~0.24 mg/L 符合比耳定律,线性回归方程 $A = 0.1130c + 0.0186$,回归系数 $r = 0.9994$,按线性回归方程计算表观摩尔吸光系数 $\epsilon = 6.0 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

3.8 共存离子的影响

镍含量为 5 μg 时,相对误差小于 $\pm 5\%$,共存离子允许量(以 μg 计)为: Cr^{6+} (1 000); Ca^{2+} 、 Sr^{2+} 、 Ba^{2+} (500); Mg^{2+} (200); Cu^{2+} (不加硫脲为 2 μg ,加 1 ml 硫脲为 40 μg); Fe^{3+} (1,加 1 ml 1%NaF 为 30); Al^{3+} (10); F^- 、 Cl^- (4 000); CO_3^{2-} 、 NO_3^- (1 000)。

4 Ni(Ⅰ)的测定

取南通自来水 100 ml 浓缩至 10 ml,按实验方法显色;南通电镀厂电镀废水可根据 Ni(Ⅱ)含量,取适量试液按实验方法显色,实验结果见表 1。

(下转第 171 页)

在中央政府的领导下,加大天然林保护工程实施力度,在北方地区采取“退耕还林、封山绿化、个体承包”的政策措施。由国家无偿向农民提供粮食和苗木,对陡峭耕地也有计划分步骤地退耕还草,坚持“全面规划,分步实施,突出重点”,因地制宜,分类指导,做到生态效应和经济效益相统一。同时,政府在制定措施时,应切实结合当地的实际利益,以有利于工作进一步合理、有效地开展。

4.4 国际合作,共同治理环境

北京等地发生的严重沙尘暴天气其实不过是全球环境恶化、温室效应加剧的一个缩影。在北京沙尘暴发生同期,意大利中南部同样遭到了北非沙尘暴的袭击,狂风连根拔起大树,罗马街头白色的大理石雕塑变成了“出土文物”,两股龙卷风也光临了美国德克萨斯州。种种事实表明,沙尘暴问题不仅仅关系到一个地区或国家,加强国际合作,共同治理环境是很必要也很重要的。

若能有效切实地实施这些措施,沙尘暴等恶劣的环境现象将会得到明显地改善。

参考文献:

- [1] 黄维,牛耘. 西北地区沙尘暴的危害及对策[J]. 干旱区资源与环境,1998,12(3):83—88.
- [2] 张宁,倾继祖,黄维,等. 沙尘暴对大气背景值的影响及遥感技术应用研究[J]. 甘肃环境研究与监测,1997,10(3):14—19.
- [3] 隋玉柱,张建明. 气候变暖条件下中国西北地区地理环境演变趋势初探[J]. 宁夏大学学报(自然科学版),1999,20(2):142—144.
- [4] 高尚武,王葆芳,朱灵益,等. 中国沙质荒漠化工地监测评价指标体系[J]. 林业学报,1998,34(2):1—10.
- [5] 孙兆文. 建设中国北方生态屏障的一些思考[J]. 理论研究,1999,(2):4—9.

(上接第136页)

表1 分析结果

试 样	本法测得值 /mg · L ⁻¹	RSD /%	加入 Ni(Ⅱ) /μg	标准回收 /%	原子吸收法测得值 /mg · L ⁻¹
南通自来水	0.000	1.21	1.0	99	0.00
电镀废水	1.810	2.36	1.0	98	1.80

参考文献:

- [1] 潘教斐,叶红,杨利萍,等. 苯重氮氨基偶氮苯与镍显色反应的研究及其应用[J]. 分析试验室,1990,9(5):16.
- [2] 孙嘉彦,马建业,曹晓平,等. 邻羧基苯基重氮氨基偶氮苯光度法测定合金钢中镍[J]. 理化检验(化学分册),1995,31(4):240.