



苦胺酸偶氮变色酸光度法测定硝酸镍中痕量

潘教麦 黄 芳

(华东师范大学化学系,上海 200062)

摘要 研究了苦胺酸偶氮变色酸与钴显色反应的条件。在氨性条件下,试剂与钴发生显色反应,最大吸收波长为645 nm,摩尔吸光系数为 2.65×10^4 L/(mol·cm),钴含量在0~20 μg/25 mL内符合比尔定律。在以大量基体元素打底的情况下,不需另加任何其它掩蔽剂,可直接测定硝酸镍中的痕量钴。

关键词 苦胺酸偶氮变色酸 分光光度法 钴

用亚硝基红盐测定^[1]大量镍中微量钴,所形成的络合物稳定性不甚理想,且操作比较繁琐。用镉试剂2 B^[2]、P-NPAQ^[3]、邻硝基苯基荧光酮^[4]、邻氯苯基荧光酮^[5]、5-(4-硝基苯偶氮)-8-氨基喹啉^[6]来测定钴,体系中镍允许量不高,需加掩蔽剂或用离子交换树脂进行分离来消除其干扰,从而使实验过程过于繁琐。经研究发现,苦胺酸偶氮变色酸^[7]与钴的显色体系中,Fe³⁺、Al³⁺、Cr³⁺等常见离子允许量较大,3倍的镍不干扰测定,当样品中镍含量较高时,可用镍基打底法来进行测定。本实验在氨性条件下进行,所形成络合物的最大吸收波长位于645 nm,摩尔吸光系数为 2.56×10^4 L/(mol·cm),钴含量在0~20 μg/25 mL内符合比尔定律。用于实际样品分析,结果满意。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

分光光度计:721型;

钴标准溶液:10 μg/mL;

镍基体溶液:1 mg/mL;

酒石酸钾钠溶液:10%;

氨水:6 mol/L;

苦胺酸偶氮变色酸溶液:0.02%。

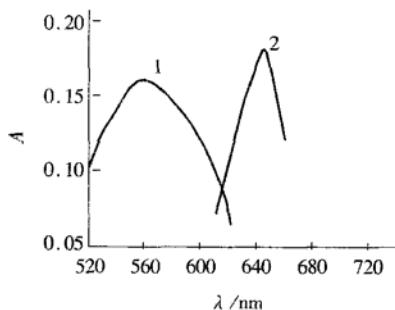
1.2 试验方法

移取10 μg 钴标准溶液于25 mL容量瓶中,加5 mL酒石酸钾钠溶液,5 mL氨水,摇匀后加5 mL苦胺酸偶氮变色酸溶液,用水稀释至刻度。用1 cm比色皿,于645 nm波长处以相应的试剂空白作参比,测吸光度。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

吸收光谱如图1所示。由图1可见,在试验条件下,试剂最大吸收位于560 nm处,络合物的最大



1 - 试剂(水参比);2 - 络合物(试剂空白为参比)

图1 吸收光谱

吸收位于645 nm处,对比度为85 nm,试验中选用645 nm为测定波长。

2.2 显色剂用量的影响

试验条件下,对苦胺酸偶氮变色酸用量作了试验。结果表明,试剂用量在3~7 mL之间,吸光度达到最大且恒定,试验中选用5 mL。

2.3 氨水用量的影响

6 mol/L氨水在1~10 mL范围内吸光度基本不变,本试验选用5 mL。

2.4 比尔定律范围

试验条件下,钴量在0~20 μg/25 mL范围内符合比尔定律。

2.5 共存离子的影响

取10 μg Co²⁺按试验方法查看了共存离子的影响,测定误差小于±5%时,以下离子的共存允许量(以mg计)为:NH₄⁺(100),K⁺(210),Na⁺(140),Al³⁺(20),Sr²⁺、Fe³⁺(5),Ca²⁺、Pb²⁺(4),Li⁺、U⁶⁺(2),Ba²⁺、Bi³⁺、Cr³⁺、Ti⁴⁺、Mn²⁺、Cd²⁺,La³⁺(1),Sc³⁺(0.5),Zn²⁺(0.1),Ni²⁺(0.03),氨基乙酸(750),酒石酸钾钠(3000),草酸(500),PO₄³⁻(150)。



由于 Ni^{2+} 共存允许量不是很高,为此,我们采用一定量的 Ni^{2+} 打底的方法来消除 Ni^{2+} 的影响。试验表明,当含一定量钴的试液中 Ni^{2+} 含量为 100 ~ 1000 μg 时,吸光度基本不变,见表 1,因而可以以 500 μg 镍离子显色后为参比来消除镍的影响,见表 2。

表 1 Ni^{2+} 的影响情况(10 μg Co^{2+})

$\text{Ni}^{2+}/\mu\text{g}$	0	70	100	500	1000
吸光度 A	0.174	0.236	0.244	0.245	0.243

表 2 Ni^{2+} 影响的消除情况(以 500 μg Ni^{2+} 显色后为参比测吸光度)

$\text{Ni}^{2+}/\mu\text{g}$	$\text{Co}^{2+}/\mu\text{g}$				
	5	10	15	20	25
100	0.097	0.172	0.247	0.318	0.381
500	0.096	0.174	0.246	0.319	0.372
1000	0.096	0.169	0.242	0.312	0.370

由表 2 可见,当以 500 μg Ni^{2+} 显色后为参比,含钴试液中镍含量在 100 ~ 1000 μg 范围内变化时,一定量钴的吸光度基本不变,且钴量在 0 ~ 20 μg 范围内线性关系良好,因而在测试时,以 500 μg Ni^{2+} 显色后为参比,试样溶液中的镍含量控制在 100 ~ 1000 μg 之间,然后显色,测量吸光度。

3 试样分析

3.1 工作曲线的制备

准确移取 5, 10, 15, 20, 25 μg 钴置于 25 mL 容量瓶中,加入 100 ~ 1000 μg Ni^{2+} (为提高准确度,此时 Ni^{2+} 含量可尽可能与试样溶液中 Ni^{2+} 含量接近),按

试验方法显色,以 500 μg Ni^{2+} 显色后为参比,在 645 nm 处测定吸光度,绘制工作曲线。

3.2 硝酸镍中钴的测定

准确称取 247.6 mg 硝酸镍晶体于 50 mL 烧杯中,加水溶解后移入 50 mL 容量瓶中,定容。移取一定量的上述试液置于 25 mL 容量瓶中,按试验方法显色,以 500 μg Ni^{2+} 显色后为参比,用 1 cm 比色皿于 645 nm 处测定吸光度,结果见表 3。

表 3 分析结果

样品	本法测钴量/%	回 收 试 验		
		加入量/ μg	测得量/ μg	回收率/%
1	1.02	5.0	5.2	104
2	0.48	5.0	4.9	98

参考文献

- 第一机械工业部上海材料研究所.金属材料化学分析方法.北京:机械工业出版社,1982.420
- 蔡耀中,等.以镉试剂 2B-Triton X-100 分光光度法测定微量钴.化学试剂,1991,13(3):176
- 王玉枝,等.P-NPAQ-Triton X-100 析相法测定痕量钴.痕量分析,1991,7(1):61
- 夏道沛,等.钴与邻硝基苯基荧光酮、CPB、乳化剂 OP 的显色反应.冶金分析,1992,12(2):10
- 曹小安,等.邻氯苯基荧光酮——表面活性剂光度法测定钴.南昌大学学报,1993,17(2):61
- 桂素萍,等.新试剂 5-(4-硝基苯基偶氮)-8-氨基喹啉与钴的显色反应研究.云南化工,1991,(4):32
- 潘教麦,等.苦胺酸偶氮变色酸与钴显色反应的研究及应用.冶金分析,1991,11(1):11

SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF TRACE COBALT IN NICKLE NITRATE WITH PICRAMAZOCHROM

Pan Jiaomai, Huang Fang

(Department of chemistry, East China Normal University, Shanghai 200062)

ABSTRACT The color reaction of Co with the reagent picramazochrom has been studied. In ammoniated medium, the reagent forms with Co a stable complex exhibiting a maximum absorption at 645 nm. The molar absorptivity of the complex is $2.56 \times 10^4 \text{ L/(mol}\cdot\text{cm)}$. Beer's law is obeyed for 0 ~ 20 $\mu\text{g}/25 \text{ mL}$. It can be used for the determination of trace amount of Co in nickle nitrate without adding any masking agent, the presence of large amount of matrix elements is tolerated.

KEYWORDS picramazochrom, spectrophotometry, cobalt

实验室进口酸度计电极替代问题的探讨

作为酸度计损耗性配件的电极,由于性能变差或损坏,一时买不到与原仪器配套的产品,或者由于进口电极价格太高(约为国产电极的 20 倍)实验室难以接受,而使许多进口酸度计处于闲置状态。

如何采用价廉质优的国产电极替代进口电极,使被闲置的仪器得到利用,对此丁海铭从输入阻抗、输入电流等方面

探讨了可行性、方法及注意事项。认为可以依据 JJG 119-84 实验室酸度计检定规程,经过计量部门的检定,确定其输入阻抗、输入电流、零电位 pH 值及配接电极转换器时的输入阻抗、输入电流,用一定的方法进行电极的替代。实践证明,此法简单易行,值得推广。

摘自《计量与测试技术》1999(2):22