

用 Triton X-100 及 PAN 光度联合测定水中微量锌和镍*

汤 桂 娜

(中国科学院长春应用化学研究所)

目前已有采用 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚 (PAN) 分光光度法分别测定微量锌和镍的报道, 灵敏度虽较双硫脲测锌及丁二肟测镍的方法高, 但仍需用氰化钾等试剂和有机溶剂萃取, 操作复杂, 且有害于工作人员的健康。

我们在前人^[1-4]及我们过去工作^[5]的基础上, 分别进行了借非离子型表面活性剂 Triton X-100 胶束增溶 Zn-PAN 及 Ni-PAN 络合物, 进而测定锌及镍的条件试验, 并根据 Ni-PAN 及 Zn-PAN 络合物对 EDTA 稳定性的差异, 拟定了在同一水溶液中直接联合测定水中微量锌和镍的方法。方法灵敏度高($\epsilon_{567}^{\text{Ni}} = 3.6 \times 10^4$, $\epsilon_{552}^{\text{Zn}} = 4.4 \times 10^4$), 操作简单, 不需分离, 节省试剂、人力和时间。经过对自来水及污染水的分析, 获得满意结果。

一、主要试剂

β -巯基丙酸铵 (β -DTCPA) (按文献 [6] 方法自行合成) 溶液: 4%; Triton X-100: 20% 溶液; 氯化铵-氢氧化铵缓冲溶液: pH 8.7 (1M); PAN: 0.1% 乙醇溶液; 锌、镍标准溶液: 按常规方法配制。

二、条件试验

(1) 试验方法: 在 25 毫升容量瓶中, 加入锌(镍)标准溶液, 加入 5% 柠檬酸钠溶液 1 毫升, 用稀氨水和稀盐酸调节至溶液恰呈酸性, 加入 pH = 8.7 的缓冲溶液 5 毫升, 20% Triton X-100 溶液 2 毫升, PAN (0.1%) 乙醇溶液 2.0 毫升, 加水至刻度, 摇匀, 放置 20 分钟。(对镍则需放置 1 小时) 用 2 厘米

比色皿对试剂空白测量吸光度。

(2) 吸收曲线: 按上述手续, 分别作锌及镍的吸收曲线, 结果如图 1。锌-PAN 络合物的最大吸收波长在 552 毫微米, 镍-PAN 络合物的最大吸收波长在 567 毫微米。

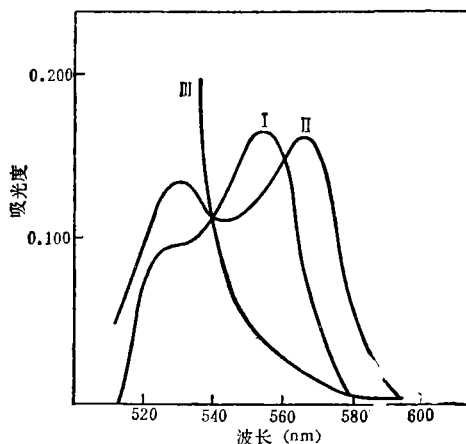


图 1 吸收曲线

I——Zn-PAN 对试剂空白 II——Ni-PAN 对试剂空白
III——试剂对水 UV-200 分光光度计, 1 厘米比色皿。

(3) pH 的影响: 试验表明: 锌-PAN 络合物在 pH 8.3-10.0 恒定。镍-PAN 络合物在 pH 4.0-10.0 恒定^[5], 我们采用 pH 8.7。

(4) 络合物的形成时间: 试验表明在有隐蔽剂 (β -DTCPA 及六偏磷酸钠等) 存在下, 锌-PAN 络合物在室温条件下需 20 分钟方可形成完全。镍-PAN 络合物在室温下需 50 分钟, 才可以发色完全。但在沸水浴加热时, 镍-PAN 络合物只需要 2 分钟就可以形成完全, 由于在加热情况下, 影响 β -DTCPA 的隐蔽效果, 因此我们在测定时, 采用了室温放置

* 本文曾在 1980 年中国化学会分析化学论文报告会上报告。

1 小时的操作步骤。

(5) 络合物的稳定性: (1) 不论锌或镍的 PAN 络合物, 在 16 小时内都稳定。 (2) 当加入 0.10M EDTA 溶液 0.5 毫升时, 锌-PAN 络合物很快被分解, 而镍-PAN 络合物不被分解。

(6) 干扰离子的隐蔽: 在上述条件下, 铜、钴、铁、锰、锡、锑、铅干扰测定, 我们选择了不同的隐蔽剂, 对上述干扰离子的试验结果如下: (1) Cu(II)0.050 (毫克, 以下同), Co(II)0.005, Cd(II)0.070 的干扰可以加入 4% β -DTCPA 溶液 1—3 毫升隐蔽。 (2) Fe(III)0.050, Mn(II)0.030, Sn(IV)0.050, Sb(III)0.050, Pb(II)0.050, 可用 5% 六偏磷酸钠溶液 1—3 毫升隐蔽。 Fe(II) 需用过硫酸铵氧化为 Fe(III)。 锌对镍的干扰可在 Ni-PAN 络合物形成后, 加入 EDTA 溶液消除。 镍对锌的干扰可在镍和锌的 PAN 络合物形成后, 加入 EDTA 溶液, 使 Zn-PAN 络合物分解, 以此为参比溶液来测定分解前溶液的吸光度, 求得锌的含量。

三、工作曲线

(1) 镍工作曲线: 在 50 毫升容量瓶中, 分别加入 2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 微克镍标准溶液, 加入 0.2 毫克过硫酸铵, 3 毫升 5% 柠檬酸钠溶液, 3 毫升 5% 六偏磷酸钠溶液, 调节溶液恰呈酸性, 加入 5 毫升缓冲溶液, 2

毫升 Triton X-100 溶液, 3 毫升 β -DTCPA 溶液, 2.0 毫升 PAN 乙醇溶液, 放置 1 小时后, 加入 0.5 毫升 0.10M EDTA 溶液, 稀释至刻度, 摇匀。 放置 20 分钟, 在 72 型分光光度计上对相应的试剂空白, 用 2 厘米液槽, 在 567 毫微米测量吸光度。

(2) 锌工作曲线: 取锌标准溶液, 同上操作, 在加入 PAN 溶液之后, 稀释至刻度, 摇匀, 倒出小部分显色液于烘干的比色皿中, 于剩余的显色液中, 加入 0.10M EDTA 溶液 0.5 毫升, 摇匀, 放置 20 分钟, 以此作参比溶液, 于 552 毫微米, 测定未加 EDTA 的显色液, 按所测出的吸光度减去同样操作的试剂空白的吸光度, 绘制工作曲线(见图 2)。

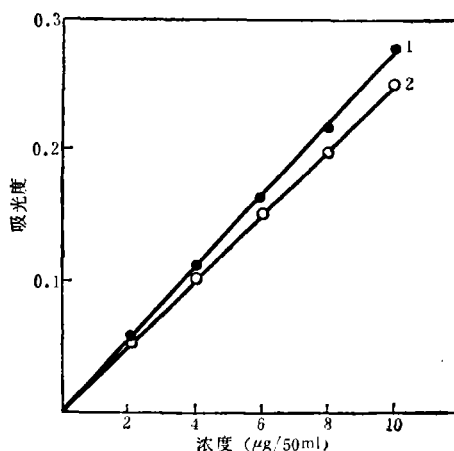


图 2 工作曲线

1. 锌的工作曲线。 2. 镍的工作曲线。
72 型分光光度计 2 厘米液槽。

表 1 联合测定样品分析结果

自 来 水	锌测得结果	μg	0.7, 0.8, 0.5, 0.6, 0.6	平均 0.6	标准偏差 $S = 0.03$
		mg/l	0.04, 0.04, 0.03, 0.03, 0.03	平均 0.03	$S = 0.004$
	镍测得结果	μg	0.4, 0.6, 0.4, 0.4, 0.3	平均 0.4	标准偏差 $S = 0.11$
		mg/l	0.02, 0.03, 0.02, 0.02, 0.02	平均 0.02	$S = 0.005$
南 湖 污 染 水	锌测得结果	μg	<0.2, <0.2	平均 <0.2	
		mg/l	<0.01, <0.01	平均 <0.01	
	镍测得结果	μg	1.2, 1.1	平均 1.2	
		mg/l	0.06, 0.06	平均 0.06	

四、样品分析及加入实验

(1) 分别取自来水及长春市南湖污水各 20 毫升, 按上述工作曲线操作发色测定, 然后以试剂空白为参比, 在 552 毫微米测定样品溶液的吸光度为 A_1 。(2) 以加 EDTA 后

的试剂空白为参比, 在 552 毫微米测定加 EDTA 分解络合物后的样品溶液得吸光度为 A_2 。 A_1-A_2 即为锌含量的吸光度。见表 1。

(2) 在上述水样中, 加入锌、镍标准溶液进行加入回收试验, 结果见表 2。

本文承汪炳武同志提出有益意见, 特此致谢。

表 2 回收试验结果

样品名称	锌			镍		
	加入 (μg)	回收 (μg) [*]	回收率 (%)	加入 (μg)	回收 (μg) [*]	回收率 (%)
自 来 水	1.0	0.9	90	1.0	1.1	110
	2.0	2.2	110	2.0	2.2	110
	2.0	2.2	110	2.0	2.3	115
	5.0	5.0	100	5.0	5.0	100
	5.0	5.0	100	5.0	5.2	104
南湖 污水	5.0	4.6	92	5.0	5.2	104
	5.0	4.8	96	5.0	5.0	100

* 扣除样品中锌、镍含量。

参 考 文 献

- [1] 渡辺寛人等, 分析化学(日), **23**, 4, 396, (1974).
- [2] 石井秀树等, 分析化学(日), **26**, 2, 86, (1977).
- [3] 吴 诚、华咏苾、诸杏君, 理化检验(化学分册) **2**, 6, (1978).
- [4] 境 幸夫, 分析化学(日), **28**, 1, 10, (1979).
- [5] 袁秀顺, 王保宁, 汤桂娜, 原子能科学技术, **12**, 1047, (1965).
- [6] E. Russeva and O. Budevsky, *Talanta*, **20**, 12, 1329, (1973).

检测空间悬浮粒子场的全息照相术——QX-1 型 激光全息滴谱记录仪

唐继荣 聂书玉 叶仁清

(北京药物化学研究所)

在环境科学、大气科学和云雾物理研究中, 许多场合都需要进行空间悬浮粒子场(雾、烟及空气污染物等)样品采集和测量。以往应用的采样和测量方法都不同程度地改变和破坏了原始粒子场的空间和时间分布状态, 甚至有些场合则根本无法采样和测量。本文描述的 QX-1 型激光全息滴谱记录仪是一种采样和测量合一的空间悬浮粒子场测试仪。它不仅可以拍摄和记录空气中悬浮和作快速运动的(固、液)气溶胶粒子, 而且也能拍摄和记录液体中各种悬浮和运动粒子。将记录的全息片用激光再现测量, 不仅可以获得粒子大小、浓度和质量(重量)分布, 而且可以

获得粒子运动速度和空间坐标位置。

一、仪器原理、性能和结构

为适应野外和现场拍摄各种样品的使用要求, 实现仪器的小型化和轻便化, 本机巧妙地采用了同轴全息光路设计原理: 即对整个采样体积而言, 可以认为形成近场全息图; 而对于单个粒子而言, 由于其线度很小, 全息图就处在远场区。于是讨厌的共轭孪生象实际上就变成了叠加在单个粒子再现实象上的一个近乎均匀的背景光。这样一来, 不仅精减了仪器机构, 而且提高了成象质量。

QX-1 型激光全息滴谱记录仪由光学系