

5-Cl-PADAB 显色树脂相分光光度法测定微量 Co (II)*

刘颖 嘎日迪

(内蒙古师范大学化学系, 呼和浩特 010022)

冯丽娟

(内蒙古海拉尔市第二中学, 海拉尔市 021000)

摘要 研究了在 pH 7.60 的 $\text{KH}_2\text{PO}_4\text{-NaOH}$ 介质中, Co (I) 与 4-(5-氯-2-吡啶偶氮)-1,3-二氨基苯 (简称 5-Cl-PADAB) 生成有色配合物, 酸化后与强酸性阳离子交换树脂交换吸附, 进行树脂相分光光度法测定微量 Co (I) 的实验条件。最大吸收波长为 550nm, 表观摩尔吸光系数为 $4.7 \times 10^5 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$, Co (I) 含量在 $0 \sim 0.20 \text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 范围内符合比耳定律。此法用于天然水和维生素 B_{12} 中的 Co (I) 含量测定, 结果满意。

关键词 树脂相分光光度法 Co (I) 5-Cl-PADAB

钴是人体健康必不可少的微量元素之一。大量研究表明, 钴对铁的代谢、血红蛋白的合成、红细胞的发育成熟等均有重要的生理功能。特别是钴作为维生素 B_{12} 的主要有效成份及其它钴化合物的组成部分, 发挥着高效能的生血作用^[1]。因此, 研究测定微量钴的新方法在生命科学、药物和环境监测中有重要意义。文献[2~4]报道了 5-Cl-PADAB 可与 Co (I) 生成有色配合物, 本文在此基础上, 进一步研究了树脂相 Co (I) 与 5-Cl-PADAB 显色反应的实验条件。结果表明, 在 pH 7.60 的 $\text{KH}_2\text{PO}_4\text{-NaOH}$ 缓冲介质中, Co (I) 与 5-Cl-PADAB 可生成有色配合物, 再加入无机酸, 可形成颜色更深的紫红色配合物, 并可快速、定量地吸附在强酸性阳离子交换树脂上。据此, 本文确立了树脂相分光光度法测定微量 Co (I) 的新方法。本法灵敏度比水相^[3]高 4 倍, 用于内蒙古达赖湖水和维生素 B_{12} 中 Co (I) 的测定, 分析结果的准确度和精密度均较好。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

721 型分光光度计 (上海第三分析仪器厂);

ICPQ-1000 型多通道等离子体发射光谱仪 (日本岛津); pH S-3 数字式酸度计; 磁力搅拌器。

Co (I) 标准溶液: $1000 \text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$, 用纯金属钴配制, 用时稀释为 $10.0 \text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 工作液; 5-Cl-PADAB 溶液: 0.03% 的乙醇溶液; $\text{KH}_2\text{PO}_4\text{-NaOH}$ 缓冲溶液: pH 7.60; 强酸性阳离子交换树脂 (包头第三化工厂, 型号 001×7); 按常规方法处理, 备用; 磷酸: 1+1。

所用试剂均为分析纯, 实验用水为二次蒸馏水。

1.2 实验方法

准确移取 0.50ml 0.03% 5-Cl-PADAB 显色剂于 25ml 容量瓶中, 加入 5.00ml pH 7.60 的 $\text{KH}_2\text{PO}_4\text{-NaOH}$ 缓冲溶液, 用水定容至刻度, 摇匀。将该溶液倒入盛有 1.0000g 已吸附了一定量 Co (I) 工作液的强酸性阳离子交换树脂的 100ml 烧杯中, 搅拌吸附 10min, 加 2.00ml (1+1) 磷酸, 再搅拌 5min, 将交换吸附好的树脂浆装入 0.5cm 比色皿中, 以试剂空白树脂为参比, 在 550nm 波长处测定树脂相配合物的吸光度。

* 内蒙古师范大学青年科学基金资助项目

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

按实验方法,测定不同波长处有色配合物和试剂空白树脂相的吸光度,绘制吸收曲线,如图1所示。配合物树脂相的 λ_{\max} 为550nm,试剂空白树脂相的 λ_{\max} 为410nm,对比度 $\Delta\lambda$ 为140nm。本文选用550nm作测定波长。

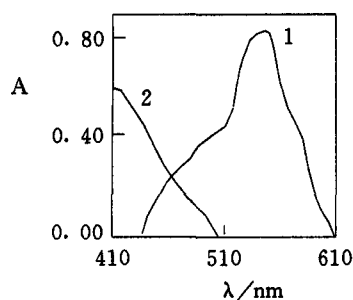


图1 吸收曲线

1. 配合物树脂相 (对试剂空白树脂相, 钴: $0.20\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$, b : 0.5cm)
2. 5-Cl-PADAB树脂相 (对空白树脂相, b : 0.5cm)

2.2 显色方式

试验表明,树脂先吸附 $\text{Co}(\text{I})$ 离子,然后再吸附显色剂和其它试剂,整个显色过程在树脂上进行,用这种方法测定 $\text{Co}(\text{I})$ 有色配合物树脂相的标准曲线,吸光度最大且线性关系良好。

2.3 显色酸度及酸化用量

试验表明,有色配合物在 $\text{pH} 7.00 \sim 8.00$ 范围内吸光度最大且恒定,本文选用 $\text{pH} 7.60$ 的 $\text{KH}_2\text{PO}_4 - \text{NaOH}$ 缓冲溶液 5.00ml ;试验表明,当显色反应完成后,加入高浓度无机酸,会使配合物颜色加深且快速定量地吸附于树脂上,本文选用 $(1+1)$ 磷酸 2.00ml 。

2.4 显色剂用量影响

试验表明,显色剂用量在 $0.40 \sim 1.00\text{ml}$ 时吸光度最大且恒定,本文选用 0.50ml 。

2.5 吸附平衡时间及配合物的稳定性

25ml 体积,显色剂与吸附了 $\text{Co}(\text{I})$ 离子的树脂混合后搅拌吸附 10min 即可吸着完全,配合物可稳定 8h 以上,且在磷酸介质中亦不分解。

2.6 标准曲线

$\text{Co}(\text{I})$ 浓度在 $0 \sim 0.2\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 范围内符合

比耳定律。标准曲线的线性回归方程为 $A = 3.9250C + 0.0030$ (C : $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$), 相关系数 $r = 0.9999$, 摩尔吸光系数 ϵ 为 $4.7 \times 10^5 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$, 比水相光度法的灵敏度 $\epsilon_{\text{水}} = 1.14 \times 10^5 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ [3] 提高4倍。

2.7 共存离子影响

文献 [3] 指出, $\text{Fe}(\text{II})$ 、 $\text{Fe}(\text{I})$ 、 $\text{Cu}(\text{I})$ 、 $\text{Cu}(\text{II})$ 、 $\text{Hg}(\text{I})$ 、 $\text{Ni}(\text{I})$ 、 $\text{Zn}(\text{I})$ 和 $\text{Co}(\text{I})$ 与5-Cl-PADAB生成有色配合物,大多数其它常见离子不发生颜色反应, $\text{Co}(\text{I})$ 配合物一旦生成,即不再分解,甚至在浓 H_2SO_4 中也是如此,故试剂成为测定 $\text{Co}(\text{I})$ 的高特效试剂。本文在显色体系中加入 $(1+1)$ 磷酸 2.00ml ,其它共存离子与5-Cl-PADAB生成的配合物均被分解,唯有 $\text{Co}(\text{I})$ 配合物稳定不分解,这样就消除了共存离子的干扰。

2.8 样品分析

2.8.1 水样测定

取内蒙古达赖湖水样 300ml ,加 2.0000g 强酸性阳离子交换树脂,搅拌 0.5h ,然后按实验方法加入显色剂和其它试剂进行测定,分析结果及加标回收率见表1。

表1 水样的分析结果及加标回收率

样品	ICP法 ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	本法测定值 ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	平均值 ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	
达赖湖水	0.0070	0.0068	0.0071	
		0.0069		
		0.0071		
		0.0072		
		0.0073		
样品	RSD (%)	加钴量 (μg)	回收钴量 (μg)	回收率 (%)
湖达水赖	3.0	1.0	0.95	96
		2.0	1.98	99
		3.0	3.06	102

2.8.2 VB_{12} 针剂测定

取两支维生素 B_{12} 针剂(江苏省江阴制药厂)倒入烧杯中,加入浓硝酸 5.00ml ,加热至无色,蒸干,冷却,用水溶解过滤,定容至 100ml 。取 10.00ml 该溶液,按实验方法测定,分析结果见表2。

表 2 VB₁₂中钴含量的分析结果

样品	ICP 法 (mg · L ⁻¹)	本法测定值 (mg · L ⁻¹)	平均值 (mg · L ⁻¹)	RSD (%)
VB ₁₂	0.360	0.357	0.364	1.5
		0.360		
		0.364		
		0.368		
		0.370		

参 考 文 献

[1] 孔祥瑞. 必需微量元素的营养、生理及临床意义.

合肥: 安徽科学技术出版社, 1982, 266

[2] 罗庆尧, 邓延倬. 分光光度分析. 北京: 科学出版社, 1992, 173, 198

[3] 程广禄, 上野景平, 今村寿明. 有机分析试剂手册. 北京: 地质出版社, 1985, 148

[4] 戚文彬, 张孙玮, 朱有瑜等. 分析化学(下册). 上海: 上海科学技术出版社, 1983, 258

Determination of Trace Co (II) with 5-Cl-PADAB by Resin-Phase Spectrophotometry

Liu Ying Ga Ridi¹

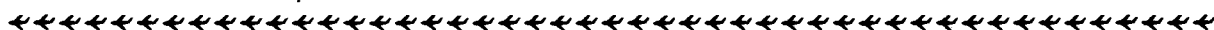
(Department of Chemistry, Inner Mongolia Normal University, Huhhot 010022)

Feng Lijuan

(The Second Middle School, HaiIaEr, Inner Mongolia, HaiIaEr 021000)

Abstract In the medium of pH 7.60 KH₂PO₄-NaOH, Co (II) with 5-Cl-PADAB formed a colored complex. After acidifying, the complex could be absorbed on the strong acid cation exchange resin quantitatively. The maximum absorption wavelength is at 550nm, with the apparent molar absorption coefficient of 4.7 × 10⁵L · mol⁻¹ · cm⁻¹. The Beer's law is obeyed for the concentration of Co (II) in the range of 0~0.2mg · L⁻¹. The proposed method has been applied to the determination of trace Co (II) in natural water and Vitamin B₁₂ with satisfactory results.

Key words Resin-phase spectrophotometry Co (II) 5-Cl-PADAB



YAG- II 型激光器控制电路检修一例

刘永文

(解放军第二〇六医院 通化 134001)

故障现象: 开机后, 按着操作顺序, 最后无论如何按动脚踏, 就是没有输出。

故障分析与排除: 开机后, 电源指示灯亮, 说明电源已接入机器, 按动电源开关, 继电器吸合, 电压表立刻指示到 220V, 再按动启动开关, 电压表又指示到 100V, 说明此时氩灯两端电压 100V 正常, 检查灯丝也已点亮, 说明灯丝良好。按动触发开关, 电流表指示为 8~10mA, 而导光束头部有光亮, 踏下脚踏开关, 电流表不变化,

则可判断故障在控制板的可控硅的控制部分的电路, 经测量桥式整流的 65V 电压正常。测量单结晶体管电压异常, 更换一只好的 BT33F 故障依旧。测量变压器初次级绕阻正常, 怀疑可控硅没有导通, 拆下可控硅, 经测量, 任两脚的阻值都为无穷大, 更换一支 20A 的可控硅后, 再按动脚踏开关, 导光束就有输出。使用一年后, 机器一直工作正常。