

汞与溴代二甲氨基苯基荧光酮的多元配合物的光度研究及应用

姜洪波 张慧云 李应辉

(黑龙江绥化师范专科学校 绥化 152000)

摘要 本文研究了在表面活性剂存在下,汞与溴代二甲氨基苯基荧光酮(BDMAF)的显色反应。在 pH=10.5 的缓冲体系中, Hg(II) 与显色剂形成 1:3 稳定的紫红色配合物, 配合物的 $\lambda_{\text{max}}=560\text{nm}$, 其表观摩尔吸光系数为 $1.16 \times 10^5 \text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$, Hg(II) 含量在 $0\sim 30 \mu\text{g}/25\text{mL}$ 范围内符合比尔定律样品分析结果令人满意。

关键词 分光光度法 溴代二甲氨基苯基荧光酮 多元配合物 汞 废水

近年来荧光酮类试剂已用于分光光度分析¹⁻³, BDMAF 自合成以来用于 Al 等的测定⁴, 但以 BDMAF 为显色剂测定微量汞尚未见报道。本文系统地研究了在表面活性剂存在下, BDMAF 为显色剂光度法测定汞的可能性及在不同 pH 介质中反应的最佳条件, 建立在弱碱性介质中测定微量汞的新方法。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

723 型分光光度计(上海第三仪器厂); UV-240 型紫外分光光度计(日本岛津); PHS-3C 酸度计(上海雷磁仪器厂)。

汞标准溶液: 称取 0.1350gHgCl_2 于 50mL 烧杯中, 加水溶解后移入 100mL 容量瓶中, 用水稀至 100mL 按常规方法配制质量浓度为 $1\text{mg}/\text{mL}$ 储备液, 逐级稀释成 $10\mu\text{g}/\text{mL}$ 工作液; Tritonx-100 溶液: 质量浓度为 $20\text{g}/\text{L}$ 的水溶液; BDMAF: 质量浓度为 $1\text{g}/\text{L}$ 的乙醇溶液, 棕色瓶保存; 磺基水杨酸溶液: 质量浓度为 $20\text{g}/\text{L}$ 的水溶液; 缓冲溶液: pH=10.5 的 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 溶液; 其它试剂均为分析纯; 水为二次蒸馏水。

1.2 实验方法

准确移取一定量的汞标样于 25mL 容量瓶中, 依次加入 pH10.5 的 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液 3mL 质量浓度为 $20\text{g}/\text{L}$ 的 Tritonx-100 2.5mL , 质量浓度为 $1\text{g}/\text{L}$ 的 BDMAF-乙醇溶液 2mL , 质量浓度 $20\text{g}/\text{L}$ 的磺基水杨酸, 用水稀至刻度, 摇匀, 以试剂空白为参比, 用 1cm 比色皿于 560nm 波长处测其吸光度。

2 结果与讨论

2.1 试剂及配合物的吸收光谱

按实验方法显色并绘制 Hg(II)-BDMAF; Hg(II)-

-BDMAF-Tritonx-100; Hg(II)-BDMAF-磺基水杨酸; Hg(II)-BDMAF-磺基水杨酸-Tritonx-100 的吸收光谱图。在弱碱性介质中, 试剂的最大吸收波长在 520nm , 而四元体系的最大吸收在 560nm , 对比度 40nm , 四元体系存在(见图 1)。

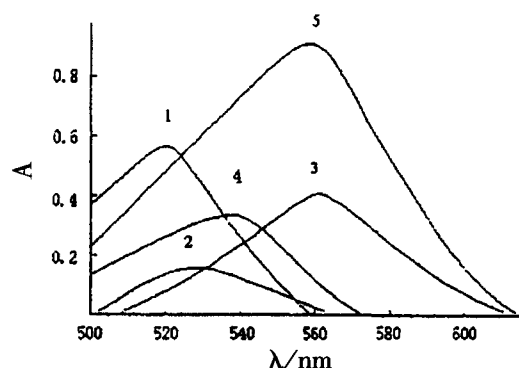


图 1 吸收光谱

1. 试剂对水(水参比)
2. Hg(II)-BDMAF
3. Hg(II)-BDMAF-Tritonx-100
4. Hg(II)-BDMAF-磺基水杨酸
5. Hg(II)-BDMAF-磺基水杨酸-Tritonx-100
- 2~5(试剂空白参比)

2.2 酸度的影响及缓冲体系的选择

按实验方法分别加入不同 pH 的缓冲溶液, 进行显色测定吸光度, 结果表明, pH8~11 时吸光度最大且恒定。比较了 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{-HCl}$; $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{-NaOH}$; $\text{NH}_3\text{-MH}_4\text{Cl}$; 乙醇胺-HCl 等缓冲体系, 结果发现在 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 介质中显色反应灵敏度最高, 吸光度最大, 稳定性好用量在 $2\sim 4\text{mL}$ 之间效果最好, 本文选 3mL 。

2.3 表面活性剂的选择及用量的影响

试验了 Tritonx-100; Tween-80; PO; 十二烷基硫酸钠(SDS)溴化十六烷基吡啶(CDB); 溴化十六烷基三甲烷(CTMAB); 十二烷基磺酸钠(SDSS)等对显色体

系的影响,结果表明在 Tritonx-100 的存在下,增敏效果最好,灵敏度最高,其适宜用量在 0.8~1.6mL,本实验选择 1.2mL。

2.4 第二配体的选择及用量

按实验方法比较抗坏血酸、 α -联吡啶, 磺基水杨酸, 氟化钠等试剂对显色体系的影响, 实验表明在磺基水杨酸的存在下, 吸光度过最大, 其适宜用量在 0.8~1.6mL, 本实验选 1.2mL。

2.5 显色剂用量的选择及配合物的稳定性

实验表明质量浓度为 1g/L 的显色剂用量在 10~3.0mL 范围内吸光高且稳定, 本实验选 2mL, 该体系在室温下能稳定 24h。

2.6 工作曲线

按实验方法显色并测量吸光度, 结果表明 Hg(II) 在 0~30 μ g/25mL 内符合比耳定律, 工作曲线的回归方程为 $A=0.0309C(\mu\text{g}/25\text{mL})+0.00949$ 线性相关系数 $\gamma=0.9992$, 配合物的表观吸光系数 $\epsilon_{560}=1.16\times 10^5 \text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ 。

2.7 配合物的组成

采用摩尔法、连续变化法和斜率比法对该组成成分进行测定, 测得 Hg(II):

BDMAF=1:3, 表现稳定常数为 $1\text{gK}=9.89$ 。

2.8 共存离子影响

按实验方法对于 Hg(II) 质量浓度 10 μ g/25mL 的显色体系为测定的相对误差在 $\pm 5\%$ 以内下列共存离子的允许量 (μg) 为单位: K^+ : Na^+ 、 NH_4^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 、(500) Ba^{2+} 、 Co^{2+} 、 Ti 、 Ni^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Cu^{2+} 、(400) Mn^{2+} 、 Cd^{2+} 、 As^{3+} 、 Cr^{3+} 、

(200) Bi^{3+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Al^{3+} (50)、 F^- 、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 、 NO_3^- (600)。

3 样品分析

3.1 取一定量的废水烧杯中加入 2mol/L 的 H_2SO_3 3mL、高锰酸钾 3 滴, 低温加热 1h, 稍冷后, 滴加盐酸羟胺, 低温加热 5min, 使过量的高锰酸钾还原。移取 5mL 处理的水样 25mL 于容量瓶中, 用质量浓度为 50g/L 的氨水调至中性, 按实验方法进行测定, 结果见表 1。

3.2 合成水样的制备 (按国家地面水质要求放大)

水样中含 Hg^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Co^{3+} 、 Cr^{3+} 各 0.2mg/L、 Fe^{3+} 、 Mn^{2+} 、 Cu^{2+} 各 0.5mg/L、 Zn^{2+} 、 Cd^{2+} 、 Pb^{2+} 各 1mg/L、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 各 50mg/L, 取 10mL 水样于容量瓶加入 2mL 质量浓度为 0.2g/L 三乙醇胺, 按实验方法进行测定(见表 1)。

表 1 水样中 Hg(II) 的分析结果

样品	本法测定结果 ($\mu\text{g}/\text{L}$)	加入量 (μg)	测定值 (μg)	回收率 (%)	KSD (%)
废水(1)	1.91	2.00	3.90	99.7	0.79
废水(2)	2.23	2.00	4.22	99.8	0.71
合成水样	1.00	2.00	3.01	100.30	0.53

参考文献

- 1 黄应平, 颜克美, 张华山, 何应律. 分析实验室. 2000, 19(2): 43
- 2 王泉花, 赵中一, 王鹏. 分析实验室. 1996, 15(5): 54
- 3 黄应平, 罗兴富, 张华山. 化学试剂. 1998, 20(2): 68
- 4 杨代菱, 姜洪波, 陈炜, 曾望珍. 分析实验室. 1996, 15(5): 6
- 5 华中师大, 东北师大, 陕西师大, 分析化学. 高等教育出版社. 1991: 126

Studies on multicomponent complex of mercury with Bromu=N. N-Dimethy-lanilinefluorone by spectrophotometry method

Jiang Hongbo Zhang Huiyun Li Yinghui

(Department of Chemistry, Suihua Teacher's School, Hei Longjiang Suihua 152000)

Abstract The colour reaction of Hg(II) with (BDMAF) has been investigated in presence of surface-tants, pH 0.5. The absorption Hg(II) with (BDMAF) to form a 1:3 stable red complex in the presence maximum is at 560 nm and the apparent molar absorptivity is $1.16\times 10^5 \text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$. Beer's law is obeyed in the range of 0~20 $\mu\text{g}/25 \text{ ml}$. The method is highly sensitive and selective. The method has been applied to the direct determination of mercury in water samples with satisfactory results.

Key words Spectrophotometry bro-mo-N.N-dimethylanilinefluorone Multicomponent complex Mercury Waste water

欢迎订阅

《现代仪器》杂志(原名《现代仪器使用与维修》)是由国家科技部主管, 中国科学器材进出口总公司主办的仪器专业刊物。2002 年被列入国家科技部中国科技论文统计源期刊(中国科技核心期刊)。双月刊, 单月出版, 国内邮发代号: 82-699, 订阅单本价: 30 元/年。