

微乳液为介质锌的 TLS 法测定

阎宏涛,田欣,魏永锋

(西北大学 化学系,陕西 西安 710069)

摘要:在微乳液(十六烷基三甲基溴化铵/正丁醇/正庚烷/水)介质中,进行了锌(Ⅱ)-锌试剂显色体系激光热透镜光谱法(TLS)测定锌的研究,并与在水介质中该体系锌的测定进行了比较。结果表明,以微乳液为介质进行锌的测定,具有灵敏度高,线性范围宽,检测下限低,抗干扰能力强等优点。应用该方法进行了镀锌废液中锌的测定,结果满意。

关键词:锌;锌试剂;微乳液;激光热透镜光谱法

中图分类号:O657.38 **文献标识码:**A **文章编号:**1000-274X(2001)01-0037-03

自从1958年Schulman等^[1]提出微乳液以来,已有许多研究报道^[2~4]。微乳液是由表面活性剂、助表面活性剂(通常为醇类)、油(非极性有机物,如脂肪烃)和水按适当比例组成透明的、各向同性的热力学稳定体系。由于助表面活性剂的加入,降低了油/水界面膜的流动性,使其界面张力降低和增溶能力增强。采用微乳液体系分光光度法的测定研究已有报道^[5~8]。

本文在阳离子型O/W微乳液(CTMAB/*n*-C₄H₉OH/*n*-C₇H₁₆/H₂O)介质, pH9 硼酸缓冲溶液中,进行了激光热透镜光谱法(TLS)测定锌的研究,并与该显色体系在水介质中锌的测定进行了对照。结果表明,微乳液介质中锌的测定,具有灵敏度高,线性范围宽,检测下限低,抗干扰能力强等优点。并应用该方法于镀锌废液中测定锌。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

激光热透镜光谱分析仪器装置同文献^[3],以He-Ne激光器为激光光源,输出束经调制聚焦后入射于样品池,产生热透镜效应。热透镜信号经光电器件接收,放大,显示读出。

752型紫外光栅分光光度计(上海第三分析仪器厂)

锌标准溶液(0.03 mg/mL):溶解0.0500 g金

属锌于0.8 mL体积比为1:1 HCl中,水稀释至100 mL,配制成0.50 mg/mL锌储备液。再依此溶液配制0.03 mg/mL锌标准溶液。

锌试剂溶液(0.09%):溶解0.09 g锌试剂于2.0 mL 1 mol/L NaOH中,水稀释至100 mL。

硼酸缓冲液(pH9):溶解18.5 g硼酸于10 mL 1 mol/L NaOH中,用水稀释至500 mL。

微乳液:以十六烷基三甲基溴化铵、正丁醇、正庚烷和水(质量比)按5:20:2:30配制。

实验所用试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水。

1.2 实验方法

1.2.1 微乳液介质中锌的测定 在10 mL容量瓶中,加入0.03 mg/mL锌标准溶液0.30 mL再依次分别加入0.60 mL锌试剂溶液,1.00 mL缓冲液,2.00 mL丙酮,2.50 mL微乳液,二次去离子水定容后,放置35 min。分别测定其吸收光谱和热透镜光谱信号强度。

1.2.2 水介质中锌的测定 除不加微乳液外,其余手续同上。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

实验中测定了锌与锌试剂显色体系在水及微乳液介质中的吸收光谱,如图1所示。水介质中,该显色体系最大吸收波长 λ_{max} 为620 nm, ϵ_{620} 为 $3.33 \times$

收稿日期:1999-03-01

作者简介:阎宏涛(1952-),男,陕西咸阳人,西北大学教授,博士生导师,从事光谱分析方面的研究。

$10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。在微乳液介质中,该有色配合物在溶液中具有良好的增溶作用,其吸收光谱发生红移, λ_{max} 为 635 nm。此波长更接近于所用 He-Ne 激光器的波长 ($\lambda = 632.8 \text{ nm}$), 并且在微乳液介质中光度分析的灵敏度也有提高, $\epsilon_{635} = 3.54 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

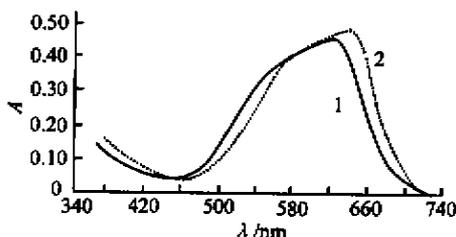


图 1 吸收光谱 ($c_m = 0.9 \mu\text{g/mL}$)

Fig. 1 Absorption Spectra

1 水介质; 2 微乳液介质

2.2 条件实验

2.2.1 微乳液用量的选择 实验微乳液加入量对激光热透镜信号强度的影响,如图 2 所示。结果表明,随着微乳液加入量的增加,热透镜信号迅速增大,达到 2.0 mL 后, TLS 信号基本保持不变。实验中选择微乳液用量为 2.5 mL。

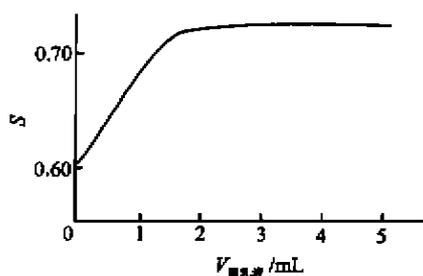


图 2 微乳液的用量

Fig. 2 The amount of microemulsion

2.2.2 锌试剂用量的选择 实验锌试剂加入量对激光热透镜信号的影响,如图 3 所示。由此可知在水和微乳液介质中,锌试剂用量分别在 0.40~0.80 mL 和 0.50~0.80 mL 范围内,热透镜信号强度达到最大且稳定。结果表明在微乳液介质中,热透镜信号明显大于以水为介质的热透镜信号强度。实验中选择加入 0.60 mL 锌试剂。

2.2.3 稳定性实验 实验考察了锌-锌试剂显色体系在水和微乳液介质中的稳定性,结果如图 4 所示。

室温下,在水介质中,显色体系吸光度随时间缓慢增加,24 min 后达到最大,随之又缓慢下降,30 min 后基本稳定,在 2h 内信号强度变化不大。然而,在微乳液介质中,5 min 即可达到稳定,在 2h 内信号强度基本不变。实验中选择显色时间为 35 min。

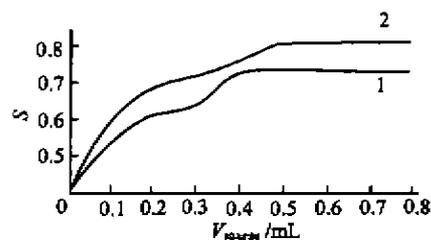


图 3 锌试剂的用量

Fig. 3 The amount of Zincon

1 水介质; 2 微乳液介质

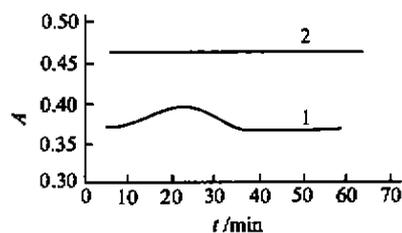


图 4 稳定性实验

Fig. 4 The experiment of stability

1 水介质; 2 微乳液介质

2.3 工作曲线

按照上述实验方法进行微乳液介质中锌的测定,并与水介质中的测定结果进行比较。结果表明,微乳液为介质,锌含量在 0.1~1.2 $\mu\text{g/mL}$ 范围内呈线性关系,线性方程为 $S = 0.354c + 6.0 \times 10^{-4}$ ($\mu\text{g/mL}$),相关系数为 0.9997,检测下限为 0.05 $\mu\text{g/mL}$ 。与水介质中分光光度法测定锌的结果相比较,微乳液介质中锌的测定,具有线性范围宽,检测下限低的优点。

2.4 干扰实验

当锌量为 0.6 $\mu\text{g/mL}$,相对误差在 $\pm 5\%$ 以内时,微乳液介质中质量为锌质量 1 倍的 Cu^{2+} , Mn^{2+} ; 3 倍的 Fe^{3+} ; 4 倍的 Ni^{2+} ; 6 倍的 Co^{2+} , Pb^{2+} ; 36 倍的 Al^{3+} ; 45 倍的 Cr^{3+} 和 60 倍的 Hg^{2+} 无干扰。在水介质中,这些物质对测定明显干扰,如同量的 Ni^{2+} , Co^{2+} , Pb^{2+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Hg^{2+} 均有干扰。由此可见,在微乳液介质中测定锌抗干扰能力明显高于

在水介质中测定锌。

2.5 镀锌废液中锌的测定

取镀锌废液 10.00 mL, 过滤。滤液用 5 mL 0.1% 双硫脲-四氯化碳溶液萃取后, 再用 5 mL (1:10) 盐酸反萃取。将水相移入 25 mL 容量瓶中, 加入 6 mL 4% 氢氧化钠中和过量的盐酸, 水定容。然后取该试样 2.00 mL, 按上述实验方法进行测定, 并且与分光光度法测定结果进行比较, 结果见表 1。

实验结果表明, 微乳液介质热透镜光谱法与分光光度法锌的测定结果基本一致, 并且具有检测下限低和抗干扰性强等优点, 适于痕量锌的分析测定。

参考文献:

- [1] SCHULMSN J H, STOECKENIUM W, PRINCE L M. Mechanism of formation and structure of microemulsions by electron microscopy[J]. J Phy Chem, 1959, 63(10): 1 677-1 680.
- [2] 陈宗洪, 郭 荣. 微乳液的微观结构[J]. 化学通报, 1994, (2): 22-25.
- [3] 罗庆尧, 邓延卓, 蔡汝秀, 等. 分光光度分析[M]. 北京: 科学出版社, 1990. 413.
- [4] 陈晓青, 徐 兵. 微乳液-SAF 体系测定 Cr(VI)[J]. 分析试验室, 1997, 16(6): 29-32.
- [5] 郭 荣, 朱霞石. 微乳液介质中硫氰酸铁(Ⅲ)的分光光度法[J]. 高等学校化学学报, 1987, 8(6): 508-510.
- [6] 朱霞石, 郭 荣. 微乳液对铝-镉天菁 S 导数分光光度分析的增敏作用[J]. 分析化学, 1996, 24(12): 1 469-1 470.
- [7] 朱霞石, 郭 荣, 石明亮. 非离子型微乳液对铜-镉天菁 S 分光光度分析的增敏作用[J]. 分析化学, 1993, 21(11): 1 276-1 278.
- [8] 朱霞石, 郭 荣. O/W 型微乳液的增敏作用 I. Mn(Ⅱ) PAN 的吸光光度测定[J]. 理化检验(化学分册), 1991, 27(10): 31-33.

(编 辑 杨丙雨)

The determination of zinc in the medium of micro-emulsion by TLS

YAN Hong-tao, TIAN Xin, WEI Yong-feng

(Department of Chemistry, Northwest University, Xi'an 710069, China)

Abstract: The cationic-microemulsion (CTMAB/*n*-C₄H₉OH/*n*-C₇H₁₆/H₂O) as a medium on the determination of Zn²⁺ was investigated by TLS (Thermal Lens Spectrometry). It is shown that the sensitivity of determination and the linear range in microemulsion solution was stronger than that in water solution, and it had more effective ability against some interference ions. The method has been applied in the determination of Zn²⁺ in wastewater with a satisfactory result.

Key words: thermal lens spectrometry; zinc; zincon; microemulsion

表 1 镀锌废液中锌的测定结果

Tab. 1 Determination results of Zn²⁺ in wastewater

测定方法	Zn ²⁺ /μg · mL ⁻¹	平均 Zn ²⁺ 量/ μg · mL ⁻¹
分光光度法	3.75, 3.88, 3.50,	3.71
	3.63, 3.75, 3.75	
热透镜法 (微乳液介质)	3.88, 3.88, 3.50,	3.75
	3.50, 3.88, 3.88	