

文章编号: 1000-7571(2003)03-0012-02

# 微波消解-氯磺酚偶氮硫代若丹宁分光光度法测定催化剂中的铂

杨亚玲<sup>1\*</sup>, 孟冬玲<sup>1</sup>, 李晚谊<sup>2</sup>

(1. 昆明理工大学化学院, 云南昆明 650224; 2. 云南省农科院生物所, 云南昆明 650223)

**摘要:** 研究了用微波消解样品, 氯磺酚偶氮硫代若丹宁(HSCT)分光光度法测定催化剂中铂的方法。在盐酸介质中, HSCT与铂反应生成2:1稳定络合物,  $\lambda_{\max} = 540\text{nm}$ ,  $\epsilon = 6.15 \times 10^4$ 。在25mL溶液中, 铂质量在0~50 $\mu\text{g}$ 内符合比尔定律, 催化剂样品经微波消解后用分光光度法测定, 结果令人满意。

**关键词:** 氯磺酚偶氮硫代若丹宁; 铂; 光度法

中图分类号: O657.32 文献标识码: A

若丹宁类试剂是检测贵金属的优良显色剂, 目前已用于多种贵金属的测定<sup>[1-5]</sup>。但是硫代若丹宁类试剂的研究在国内报道较少, 我们曾经合成过氯磺酚偶氮硫代若丹宁[5-(2-羟基-4-磺氨基-5-氯苯-1-偶氮)-硫代若丹宁(HSCT)], 并研究过其和银显色反应<sup>[4]</sup>。但是该试剂用于铂的测定还未见报道过。我们研究了HSCT与铂的显色反应, 结合微波消解样品技术, 建立了一种测定铂的新方法。该方法用于催化剂中铂的测定, 结果令人满意。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器和试剂

721型分光光度计(上海第三分析仪器厂); WL-2150微波消化炉(上海飞跃分析仪器厂)。

铂标准储备液(GSBG6267-90): 10 mg/mL, 使用时稀释成10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准工作液; 盐酸溶液: 5+95; HSCT溶液: 按文献<sup>[1,3]</sup>类似的方法合成, 使用时用水配制成0.5g/L溶液。

### 1.2 实验方法

于25mL比色管中, 加入20 $\mu\text{g}$ 铂标准工作液, 5mL盐酸溶液, 3mL HSCT溶液, 用水稀释到刻度, 放置10min, 用1cm比色皿, 以试剂空白为参比, 于540nm处测定吸光度。

## 2 结果与讨论

### 2.1 吸收光谱

吸收曲线见图1, 显色体系最大吸收波长在

540nm, 而试剂空白最大吸收波长在460nm, 体系对比度较大。

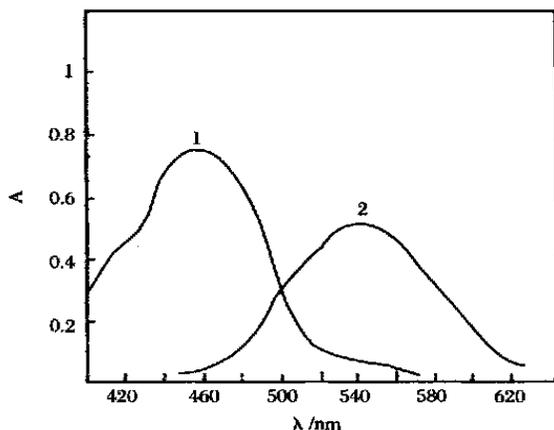


图1 吸收光谱

Fig 1 Absorption spectra

1. 试剂空白对蒸馏水; 2. 显色体系对试剂空白。

### 2.2 显色酸度

试验了体系在不同的盐酸、硫酸、硝酸、磷酸和高氯酸中对显色反应的影响, 结果表明以盐酸介质为最好, 故选用体积分数为5%盐酸控制酸度, 用量在3~6mL内吸光度最大且稳定, 选用加入5mL。

### 2.3 显色剂量

0.5g/L HSCT溶液用量在2~4mL内吸光度达最大且稳定, 选用3mL。

### 2.4 显色温度及体系的稳定性

体系在室温下迅速显色, 放置5min后吸光度可达到稳定, 显色完全后体系至少可稳定5h。

收稿日期: 2002-09-02

作者简介: 杨亚玲(1964-), 女(汉族), 云南昆明人, 副教授, 在读博士, 昆明理工大学教师, 从事分析化学方面研究, 发表论文30多篇。

### 2.5 工作曲线

在选定实验条件下,于25mL溶液中,铂质量在0~50μg内符合比尔定律,线性回归方程为: $A = 0.0184 + 0.0115c(\mu\text{g}/25\text{mL})$ ,  $r = 0.9998$ ,从回归方程可算出摩尔吸光系数  $\epsilon = 6.24 \times 10^4$ 。

### 2.6 共存离子的影响

对于10μg铂,相对误差为±5%,下列量(mg)离子不干扰测定:  $\text{K}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{NH}_4^+$  (10);  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ , B III,  $\text{SO}_4^{2-}$ , V V (2);  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ , Mo VI,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{SiO}_3^{2-}$  (0.5); W VI,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$ , Ti IV,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ , Sn IV,  $\text{Cu}^{2+}$ , As V (0.01); Au III (0.005);  $\text{Pd}^{2+}$  (0.002); 环己二胺四乙酸(DCTA) (20)。Au III,  $\text{Pd}^{2+}$  的干扰可用DCTA掩蔽,加入1mL 10g/L的DCTA溶液可使Au III和 $\text{Pd}^{2+}$ 的允许量提高到0.2mg,方法具有一定的选择性。

### 2.7 络合物组成

用摩尔比法和连续变化法测得络合物中HSCT与Pt II的摩尔比为2:1。

## 3 样品分析

准确称取0.1~0.2g铂催化剂(碳基体)于聚

四氟乙烯消化罐中,加入10mL王水,于微波消化炉中消解10min,取出后加入0.1g氯化钠,加热蒸发至近干,加入2mL盐酸( $\rho$ 约1.19g/mL),再次蒸到近干,重复2次,残渣用10mL盐酸(1+9)溶解,转入50mL的容量瓶中,用水稀释到刻度。取适当体积试液于25mL比色管中,按实验方法显色测定,结果见表1。

表1 样品中铂的分析结果

试样	测定值	推荐值	相对标准偏差	回收率
Sample	Found	Recommended	RSD(n=5)	Recovery
铂催化剂-1	2.40	2.35	1.1	96
铂催化剂-2	3.64	3.61	1.7	103

样品和推荐值由昆明贵金属研究所提供

### 参考文献:

- [1] 曾云鹤,张华山,陈震华. 现代化学试剂手册(四分册). 无机离子显色剂(第一版)[M]. 北京:化学工业出版社,1989. 740.
- [2] 张帆. 无机分析新有机试剂的合成[M]. 北京:海洋出版社,1984.
- [3] 王琳,杨光宇,尹家元,杨亚玲. 理化检验(化)[J],2000,36(3):116.
- [4] 杨亚玲,杨光宇,尹家元,徐其亨. 理化检验(化)[J],2000,36(4):157.
- [5] 段颖,吴瑞林,金娅秋. 冶金分析[J],2002,20(5):37.

### Determination of platinum by spectrophotometry with 5-(2-hydroxy-4-sulfo-5-chloropheno)-1-azo)-thiorhodanine after microwave digestion

YANG Ya-ling<sup>1</sup>, MEN Dong-ling<sup>1</sup>, LI Wan-yi<sup>2</sup>

(1. Biochemistry Institute, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650224, China;

2. Yunnan Institute of Agriculture, Kunming 650223, China)

**Abstract** A new method for spectrophotometric determination of platinum in catalyst with 5-(2-hydroxy-4-sulfo-5-chloropheno)-1-azo)-thiorhodanine(HSCT) after digesting sample with microwave was studied. In the presence of hydrochloric acid solution,HSCT reacts with platinum to form a stable 2:1 complex. The apparent molar absorptivity is  $6.15 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$  at 540 nm. Beer's law is obeyed in range of 0-50 μg/25mL. This method has been applied to the determination of platinum in catalyst, and good results were obtained.

**Key words:** 5-(2-hydroxy-4-sulfo-5-chloropheno)-1-azo)-thiorhodanine; platinum; spectrophotometry