

# 5-H-酸偶氮若丹宁分光光度法 测定痕量银的研究

崔永春<sup>①</sup> 余云雪 晏春丽 朱纪专

(昆明师范高等专科学校化学系 昆明市昆师路 2 号 650031)

**摘要** 在 pH=7.0 的 NH<sub>4</sub>Ac 缓冲介质中, CTMAB 存在下, 新试剂 5-H-酸偶氮若丹宁(HAR)与银的显色反应生成 2:1 紫色稳定络合物,  $\lambda_{\max}=580\text{nm}$ ,  $\epsilon=1.43\times 10^4\text{L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ , 银含量在 0—40 $\mu\text{g}$ /25mL 范围内符合比耳定律。方法用于定影液、滇池湖水中微量银的测定, 结果令人满意。

**关键词** 5-H-酸偶氮若丹宁, 银, 分光光度法。

中图分类号: O657.32

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2007)04-0646-03

## 1 前言

若丹宁类试剂是一类很有价值的优良显色剂, 已用于多种贵金属元素的测定<sup>[1-3]</sup>。国内外有不少该类试剂的研究报道<sup>[4-6]</sup>, 但是 5-H-酸偶氮若丹宁(HAR)与贵金属元素的显色作用, 目前国内还很少见到报道。由于该类试剂具有灵敏度高, 选择性好, 能简便、快速测定多种贵金属元素的特点, 我们利用了新试剂 HAR(见图 1), 研究了其和 Ag<sup>+</sup> 的显色反应, 建立了一种测定银的新方法, 方法用于定影液、滇池湖水中银的测定, 结果令人满意。

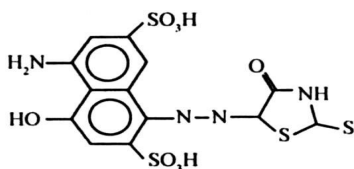


图 1 5-H-酸偶氮若丹宁(HAR)

## 2 实验部分

### 2.1 主要仪器和试剂

723 型分光光度计(北京瑞利分析仪器公司)。

银标准溶液: 按常规方法配成含 Ag<sup>+</sup> 1.0mg·mL<sup>-1</sup> 的储备液, 使用时稀释成含 Ag<sup>+</sup> 10 $\mu\text{g}$ ·mL<sup>-1</sup> 的标准工作液; HAR 水溶液: 0.05%;

乙酸铵缓冲液: 按常规方法配制, 用 pH 计校准至 pH7.0; CTMAB: 1%, 用蒸馏水配制。

### 2.2 实验方法

于 25mL 比色管中, 依次加入 10 $\mu\text{g}$  银标准液 1mL、乙酸铵缓冲液 2mL、CTMAB 溶液 2mL、

<sup>①</sup> 联系人: 电话: (0871) 2975637; E-mail: hjssmail@sina.com

作者简介: 崔永春(1963—), 女, 河北省冀州市人, 硕士, 副教授, 主要从事分析化学方面的研究工作。

收稿日期: 2006-12-29; 接受日期: 2007-04-17

HAR 溶液 3mL, 用水稀释到刻度, 摇匀, 用 1cm 比色皿, 以试剂空白为参比, 于 580nm 处测定吸光度。

### 3 结果与讨论

#### 3.1 吸收光谱

试剂空白最大吸收波长为 530nm, HAR-Ag<sup>+</sup> 络合物最大吸收波长为 580nm, 络合物与试剂的对比度为 50nm。

#### 3.2 介质的选择和用量

体系试验了 pH4.5 的 NaAc-HAc 缓冲溶液、HCl(1+1)、H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>、pH=7.0 的 NH<sub>4</sub>Ac 缓冲溶液, 其中以 pH7.0 的乙酸铵缓冲溶液显色效果最好, 所以实验选用了 pH7.0 的乙酸铵缓冲溶液控制酸度, 用量为 2mL。

#### 3.3 表面活性剂的作用

试验了吐温-20, 吐温-60, 吐温-80, 乳化剂-OP, CTMAB 和 SDS 等一些常见表面活性剂对显色反应的增效作用, 以 CTMAB 效果最佳, 1% CTMAB 用量在 2—5mL 内吸光度稳定, 实验选用 3mL。

#### 3.4 显色剂的用量

试验表明, 0.05% HAR 用量 1—4mL 均有较好的效果, 实验选用 3mL。

#### 3.5 显色温度及体系的稳定性

体系在室温下即可显色, 吸光度瞬间即可达到稳定, 体系至少可稳定 2h。

#### 3.6 络合物的组成

用等摩尔连续变化法和平衡移动法测得摩尔比 Ag<sup>+</sup> : HAR = 1 : 2。

#### 3.7 校准曲线

在实验选定的条件下, 银量在 0—40 μg/25mL 范围内符合比耳定律(见图 1), 线性回归方程为  $A = -0.0095 + 0.0401C$  (μg/25mL),  $r = 0.9995$ , 由回归方程可算出摩尔吸光系数  $\epsilon = 1.43 \times 10^4$  L · mol<sup>-1</sup> · cm<sup>-1</sup>。

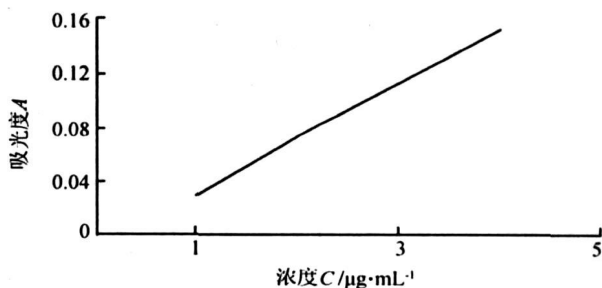


图 2 Ag<sup>+</sup>-HAR 校准曲线图

#### 3.8 共存离子的影响

对于 10μg Ag<sup>+</sup>, 相对误差为 ±5%, 下列

离子(mg) 不干扰测定: K<sup>+</sup>、Na<sup>+</sup>、Ca<sup>2+</sup>、NH<sub>4</sub><sup>+</sup> (10); PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、Mg<sup>2+</sup>、Al<sup>3+</sup>、B(III)、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>、V(V) (2); Fe<sup>3+</sup>、Co<sup>2+</sup>、Ni<sup>2+</sup>、Mo(VI)、Zn<sup>2+</sup>、SiO<sub>3</sub><sup>2-</sup> (0.5); W(VI)、Cr<sup>3+</sup>、Pb<sup>2+</sup>、Ti(IV)、Mn<sup>2+</sup>、Cd<sup>2+</sup>、Sn(VI)、As(V) (0.01); Cu<sup>2+</sup>、Au(III) (0.005); Pd<sup>2+</sup> (0.002); 环己二胺四乙酸(DCTA) (20); Au(III)、Pd<sup>2+</sup> 的干扰可用 DCTA 掩蔽, 加入 1mL 1% 的 DCTA 可使 Au(III) 和 Pd<sup>2+</sup> 的允许量提高到 0.2mg; Cu<sup>2+</sup> 的干扰可用柠檬酸三钠掩蔽, 方法具有一定的选择性。

#### 3.9 样品分析

准确量取 25mL 定影液或水样加浓 HNO<sub>3</sub> 消解, 蒸发至近干。加 10mL 水和 2 滴浓 HNO<sub>3</sub>, 加热

至沸。冷却后,移入 50mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

分别取 2mL 的制备液置于 25mL 比色管中,用  $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$  NaOH 调溶液 pH 至近中性后,按实验方法进行样品吸光度的测定,并计算出废水中 Ag 的含量,结果见表 1。

表 1 样品中银含量的测定结果

样品	测得值 ( $\mu\text{g}/25\text{mL}$ )	平均值 ( $\mu\text{g}/25\text{mL}$ )	RSD (%)	加标量 ( $\mu\text{g}/25\text{mL}$ )	测定总量 ( $\mu\text{g}/25\text{mL}$ )	回收率 (%)
显影液	2.13、2.08、2.20、2.13、1.93	2.09	4.8	2.00	4.03	97.0—99.9
定影液	13.92、14.32、13.92、14.12、14.32	14.12	1.4	20.00	34.47	100.4—101.8
滇池湖水	2.66、2.66、2.55、2.66、2.50	2.61	2.9	3.00	5.65	98.0—103

## 参考文献

- [1] 高小茵,胡秋芬,杨光宇等.对磺酸基苯亚甲基硫代若丹宁固相萃取光度法测定金的研究[J].分析试验室,2005,24(10):67—70.
- [2] 李明,林洪,杨艳等.2-羟基萘-1-亚甲基若丹宁固相萃取光度法测定环境样品中铅[J].冶金分析,2006,26(1):21—24.
- [3] 高小茵,黄齐林,胡秋芬等.对磺酸基苯亚甲基硫代若丹宁固相萃取光度法测定环境样品中铅[J].冶金分析,2005,25(5):1—4.
- [4] 杨亚玲,杨光宇,尹家元等.氯磺酰偶氮硫代若丹宁与银显色反应的研究及应用[J].理化检验(化学分册),2000,36(4):157—158.
- [5] 汤峨,黄章杰,段德良等.5-(4-氨基)苯叉若丹宁光度法测定银[J].冶金分析,2000,20(5):19—21.
- [6] 王琳,胡秋芬,杨光宇等.对磺酸基苯亚甲基若丹宁固相萃取光度法测定银[J].光谱学与光谱分析,2004,24(2):187—189.

## Study on Spectrophotometric Determination of silver with 5-(H-Acidazo)-Rhodanine

CUI Yong-Chun YU Yun-Xue YAN Chun-Li ZHU Ji-Zhuan  
(Department of Chemistry, Kunming Teacher's College, Kunming 650031, P. R. China)

**Abstract** The color reaction of silver ion with 5-(H-acidazo)-rhodanine (HAR) in the presence of pH 7.0  $\text{NH}_4\text{Ac}$  solution in the presence of CTMAB forms a stable 2:1 complex with molar absorptivity of  $1.02 \times 10^4 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$  at 580nm. Beer's law is obeyed in the range of 0—40 $\mu\text{g}/25\text{mL}$ . This method can be applied to the determination of silver in fixation solution and lake water with good results.

**Key words** 5-(H-Acidazo)-Rhodanine, Silver, Spectrophotometry.

### 招聘启事

## 本刊招聘编辑 1 名

因工作需要,本刊招聘编辑 1 名,条件如下:

1. 大学化学或物理学本科(含以上,包括同等学力)毕业,成绩良好;
2. 身体健康,不吸烟,不喝烈性酒;对人诚实、守信、和善;
3. 工作认真负责,任劳任怨,不计较报酬(本刊给予月薪为 1200—2000 元,提供住房),勤奋,节俭,热爱科学,愿为《光谱实验室》期刊事业奋斗不息;
4. 不限户口,性别,年龄,民族,党派,信仰,是否有残疾(身残志坚者优先)等。

有意者,请将本人简历及学历复印件寄至北京市学院南路 76 号 35 楼 204 室《光谱实验室》编辑部,邮编:100081;电邮:gpsys@263.net,勿访。

《光谱实验室》编辑部