

光度法测定浮法玻璃下表面渗锡

郝晓光 王安亭 白晓华

(洛阳理工学院环境与化学工程系 河南省洛阳市洛龙区王城大道 90 号 471023)

摘 要 研究了用二溴苯基羟基荧光酮比色法测定浮法玻璃下表面渗锡的反应条件。在 0.2 mol/L 盐酸介质中, OP 乳化剂(聚乙二醇对异辛基苯基醚)存在时, 锡与该试剂形成橘黄色螯合物, 最大吸收波长 513 nm , 表观摩尔吸光系数为 $1.20 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$, 锡的质量浓度在 $0 \sim 8 \mu\text{g}/25 \text{ mL}$ 范围内符合比耳定律。反应选择性好, 不经分离直接测定浮法玻璃下表面渗锡。回收率试验在 $93.01\% \sim 106.85\%$ 之间。

关键词 浮法玻璃; 锡; 分光光度法

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2009)03-0535-03

1 前言

浮法玻璃在成型过程中经过锡槽从而使下表面粘锡。本法用空心钻头取下一定面积的浮法玻璃后, 用石蜡将玻璃上表面封闭, 将下表面浸在 HF 溶液中, 使下表面的粘锡进入溶液, 然后用本法进行测定, 并对结果进行换算。单位为: $\mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$ 。

2 实验部分

2.1 试剂与仪器

锡标准溶液^[1]: 称取纯锡 0.1000 g , 加入 5 mL 浓盐酸加热溶解, 溶解完全后, 用 2 mol/L 盐酸稀释至 1000 mL 。吸取 2.5 mL 于 250 mL 容量瓶中, 用 1 mol/L 盐酸稀释刻度, 摇匀, 此溶液为 $1 \mu\text{g}/\text{mL}$ 。

二溴苯基羟基荧光酮溶液: 称取 0.0500 g 该试剂, 加入 250 mL 乙醇溶解, 用水稀释至 500 mL , 摇匀。其质量浓度为 0.1 g/L 。

OP 乳化剂溶液: 配制成其质量浓度为 50 g/L 的水溶液。

盐酸溶液: 5.0 mol/L ; 2.0 mol/L ; 1.0 mol/L ; 实验用水为蒸馏水。

WFZ800-D2 紫外可见分光光度计(北京第二分析仪器厂)。

2.2 试验方法

2.2.1 校准曲线制作

分别移取 $1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0 \text{ mL}$ $1 \mu\text{g}/\text{mL}$ 锡标准溶液于 25 mL 容量瓶中, 依次加入 1.0 mL 5 mol/L 盐酸溶液, 3.0 mL 50 g/L 的 OP 乳化剂溶液, 再加入 5 mL 0.1 g/L 的二溴苯基羟基荧光酮溶液, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀, 以相应试剂空白为参比, 用 1 cm 比色皿在 513 nm 处测量吸光度, 以试剂空白为参比测定吸光度, 绘制校准曲线如图 1。

联系人, 手机: (0)13613896919; E-mail: baixiaohuali@126.com

作者简介: 白晓华(1966—), 女, 河南省南阳市人, 高级工程师, 学士学位, 主要从事硅酸盐研究工作。

收稿日期: 2008-05-30; 接受日期: 2009-02-20

2.2.2 样品溶液的制备

用空心钻头钻取 1cm^2 的浮法玻璃样品^[2], 用石蜡密封非锡面, 浸入氢氟酸(1+1)溶液中, 20min 后取出玻璃样品, 残液转入 60mL 铂金皿中, 再滴加 5 滴 H_2SO_4 和 10mL HF (优级纯) 在砂浴上蒸干, 用 1.0mL 5mol/L 盐酸加热溶解至清亮, 冷却至室温, 转入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 待用。

2.2.3 样品的测定^[3]

移取一定量 2.2.2 中的样品溶液于 25mL 容量瓶中, 依次加入 1.0mL 5mol/L 盐酸溶液, 3.0mL 50g/L 的 OP 溶液, 再加入 5mL 0.1g/L 的二溴苯基羟基荧光酮溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀, 以相应试剂空白为参比, 用 1cm 比色皿在 513nm 处测量吸光度。在 2.2.1 中的校准曲线上查得含锡量, 并转化成单位面积含锡量。

3 结果与讨论^[4]

3.1 吸收峰的测定

取 4mL 锡标液, 按 2.2.1 中的步骤配制成显色溶液, 测定在不同波长下的吸收值。根据试验结果, 所形成的螯合物在 513nm 处有最大吸收(如图 2)。本文校准曲线制作和样品测定均采用 513nm 的吸收峰。

3.2 酸性体系的选择

通过试验发现在 HCl H_2SO_4 体系中, Sn 与二溴苯基羟基荧光酮溶液都能形成橘黄色络合物。由于在 H_2SO_4 体系中玻璃样品不易溶解, 故选用 HCl 体系。

3.3 酸度的选择

显色反应适应酸度范围广。在 0.05—0.30mol/L 酸度范围内吸光度变化小, 稳定且高。本文选用 0.20mol/L 的盐酸。

3.4 OP 乳化剂溶液用量

OP 乳化剂溶液用量太少溶液混浊, 用量太多, 吸光度下降。锡与二溴苯基羟基荧光酮生成橘黄色络合物时, 加入表面活性剂的作用是为了增加反应的灵敏度, 当 OP 用量在 3—5mL 时, 吸光度稳定且高。本文选用 3.0mL 50g/L 的 OP 乳化剂溶液。

3.5 显色剂用量

试验表明, 当显色剂用量为 4—6mL 时, 吸光度不变。用量过多, 吸光度下降。本文选用 5mL。

3.6 配合物稳定时间

按 3.5 中的显色剂用量加入后, 经过 2min 显色完全, 2h 内吸光度稳定且不变。本文选用显色时间为 20min。

3.7 校准曲线

按试验 2.2.1 所确定的体系。加入不同量的锡标准溶液, 以试剂空白为参比绘制校准曲线如图 1。经试验, 锡量在 0—8 $\mu\text{g}/25\text{mL}$ 范围内符合比耳定律, 回归方程 $y = 0.0603x - 0.0284$; 式中:

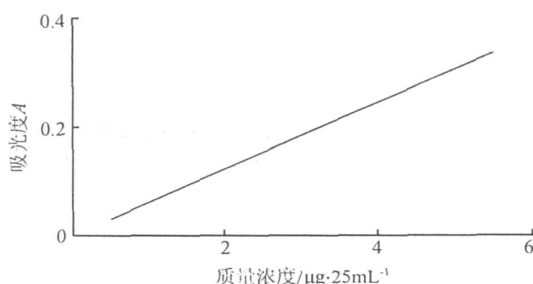


图 1 校准曲线

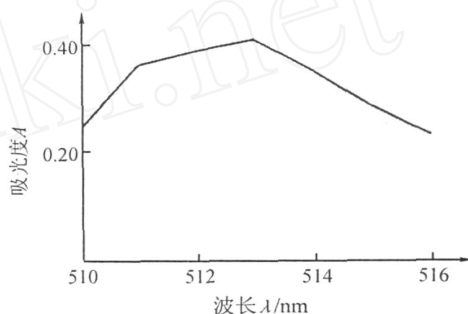


图 2 络合物在不同波长下的吸收曲线

y——吸光度, x——锡质量浓度($\mu\text{g}/25\text{mL}$), 相关系数 $r=0.9974$ 。

3.8 共存元素的影响

在 25mL 含锡 $4\mu\text{g}$ 的溶液中加入不同量的共存元素, 按操作步骤测定。结果表明, 玻璃中常见的 Ca 、 Mg 、 Fe 、 Al 、 Si 、 K 、 Na 离子均不干扰测定, 仅铅、铋对反应有干扰^[5]。当铅含量达 $0.50\mu\text{g}$ 、铋含量达 $0.8\mu\text{g}$ 时, 对吸光度有明显干扰。但铅、铋在浮法玻璃中含量极少, 甚至用 WFX-110 原子吸收光谱仪无法测出铅、铋含量。所以可以不必考虑。

3.9 精密度试验以及与石墨炉原子吸收光谱法的比较

对同一样品, 平行测定 6 次, 计算其平均值、标准偏差以及用石墨炉原子吸收法测同一样品, 结果见表 1。

表 1 样品分析结果

样品名称	本法测定值 ($n=6, \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-2}$)							本法平均值 ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-2}$)	标准偏差	原子吸收法 ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-2}$)
1# 浮法玻璃	22.3	20.4	22.7	21.1	20.3	23.8		21.7	1.47	20.9
2# 浮法玻璃	38.2	35.3	34.2	33.6	39.8	37.9		36.5	2.49	38.2

3.10 回收试验

在含一定量锡的溶液中, 加 $2\mu\text{g}$ 标准锡(体积固定 25mL), 按 2.2.1 的方法测定 4 次, 测试结果见表 2。从表 2 中的数据可以看出, 加入锡的回收率在 93.01%—106.85% 之间。说明锡能定量回收。

表 2 回收率试验

样品编号	1	2	3	4
试样浓度(μg)	2.68	3.12	2.13	4.00
加入值(μg)	2.00	2.00	2.00	2.00
测定值(μg)	4.36	5.24	4.41	5.91
回收率(%)	93.01	102.36	106.85	98.52

参考文献

- [1] 国家环保局“水和废水监测分析方法”编委会 水和废水监测分析方法[M]. 3 版. 北京: 中国环境科学出版社, 1989. 455
- [2] 陈恭源 浮法玻璃生产工厂设计建线生产[M]. 秦皇岛: 《玻璃》编辑部出版, 1993. 145—200
- [3] 中华人民共和国国家标准 硅质原料化学分析方法[S]. GB3404-82. 北京: 中国标准出版社, 1982
- [4] 潘教表 二溴苯基羟基荧光酮应用研究[J]. 冶金分析, 1992, 12(4): 7—9
- [5] 岩石矿物分析编写小组 岩石矿物分析[M]. 北京: 地质出版社, 1975. 416—425

Detem nation of Stannum Soaking in Down Side of Float Glass

HAO Xiao-Guang WANG An-Ting BAI Xiao-Hua

(Department of Enviromental and Chem ical Engineering, Luoyang College of Science and Technology,
Luoyang, Hunan 471023, P. R. China)

Abstract In this paper, the reaction conditions between dibromo-phenyl-hydroxyfluorone and stannum were studied. In the medium of 0.2mol/L HCl with the octylphenoxypolyethoxyethanol reagent and stannum produced orange chelate. The apparent molar absorption coefficient is $1.20 \times 10^5 \text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ at 513nm. The Beer's law is well obeyed in the linear range between 0 and $8\mu\text{g}/25\text{mL}$. The stannum soaking in the below surface of float goass was detem ined without separation by this method. The recovery is in the range of 93.0%—106.85%.

Key words Float Glass; Stannum; Spectrophotometry

