

溶剂浮选分光光度法测定生活饮用水中铜

陈长应

(徐州医药高等职业学校,江苏 徐州 221116)

摘要:研究了 1-(4-偶氮苯)-3-(4-溴苯)-三氮烯与铜的显色反应,建立了溶剂浮选分光光度法测定生活饮用水中铜的新体系,优化了试验条件,分析了共存离子对测定的干扰。方法在 3.00 mg/L ~ 10.0 mg/L 范围内符合比尔定律,检出限为 0.15 $\mu\text{g/L}$,生活饮用水测定的 RSD 为 2.7%,加标回收率为 95.0% ~ 98.8%。

关键词:铜;1-(4-偶氮苯)-3-(4-溴苯)-三氮烯;溶剂浮选;分光光度法;生活饮用水

中图分类号:O657.32 **文献标识码:**B **文章编号:**1006-2009(2009)03-0050-02

溶剂浮选法又称浮选萃取法,是在浮选溶液表面加上比水轻的有机溶剂,在鼓起过程中,被分离物质随气泡上升,浮出水相,若该物质溶于有机相则形成溶液,若不溶则附着于浮选槽壁,或在水相和有机相之间形成第三相,从而达到浮选分离的目的^[1]。生活饮用水中含有微量铜,过量摄入会引起慢性中毒,因而对其监测具有重要意义^[2]。三氮烯类化合物是近年来新开发的一种高灵敏度、高选择性的显色剂。今研究了 1-(4-偶氮苯)-3-(4-溴苯)-三氮烯与铜的显色反应,据此建立了溶剂浮选分光光度法测定生活饮用水中铜的新体系^[3]。

1 试验

1.1 主要仪器与试剂

XJK 型浮选机;721 型分光光度计,上海第三分析仪器厂;PHS-3C 型酸度计,上海第二分析仪器厂。

1 000 mg/L 铜标准储备液:准确称取 1.000 0 g 金属铜(99.99%)置于 250 mL 烧杯中,加 50%硝酸溶液 20 mL,加热使完全溶解,冷却后定容至 1 000 mL 容量瓶中,使用时稀释至 10.0 mg/L^[4];100 g/L 酒石酸溶液;100 g/L EDTA 溶液;乙二氨基二硫代甲酸钠(Na-DDTC);95% 异戊醇溶液;0.2 g/L 1-(4-偶氮苯)-3-(4-溴苯)-三氮烯溶液(乙醇介质);硼砂-氢氧化钠缓冲溶液(pH 值=10);5% 曲拉通 X-100 溶液;50 g/L 氟化钠溶液;50 g/L 醋酸钠溶液。

1.2 试验方法

1.2.1 水样浮选

取徐州市矿区生活饮用水样,加入酒石酸和 EDTA 络合掩蔽干扰离子,调节 pH 值为 6~6.4,再加入 Na-DDTC 使其与铜形成螯合物,加入异戊醇,通气浮选。Cu-DDTC 螯合物沉淀微粒随气泡上升,溶解于异戊醇中,分离溶剂层,即可浮选出水样中的铜^[5]。

1.2.2 水样测定^[6]

取一定体积上述溶液于 250 mL 烧杯中,加入适量 6 mol/L 氨水,加热、搅拌、静置、过滤。取一定体积滤液于 25 mL 容量瓶中,依次加入 2.0 mL 50 g/L 氟化钠溶液、2.0 mL 50 g/L 醋酸钠溶液、5 mL 硼砂-氢氧化钠缓冲溶液、0.5 mL 5% 曲拉通 X-100 溶液、3 mL 0.2 g/L 1-(4-偶氮苯)-3-(4-溴苯)-三氮烯溶液,用去离子水定容,用 1 cm 比色皿,以试剂为空白,于 520 nm 处测定吸光值^[7-8]。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

用该方法测定 480 nm ~ 580 nm 吸收光谱,络合物的最大吸收波长为 520 nm。吸收曲线见图 1。

2.2 缓冲溶液体积

改变硼砂-氢氧化钠缓冲溶液加入体积,试验对显色反应的影响,结果表明,当缓冲溶液加入体积为 4 mL ~ 6 mL 时,吸光值最大且稳定。该试验选择加入 5 mL。

2.3 表面活性剂

收稿日期:2008-11-06;修订日期:2009-03-27

作者简介:陈长应(1965—),男,安徽桐城人,讲师,硕士,从事化学教学工作。

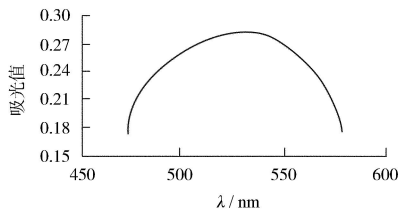


图 1 吸收曲线

该试验选用的显色剂为有机溶剂,不溶于水,需加入表面活性剂起增溶作用,使显色剂与铜充分反应生成络合物^[9]。试验了不同表面活性剂如 OP、曲拉通 X - 100、聚酯山梨等对测定的影响,结果表明曲拉通 X - 100 的增溶效果较好。5% 曲拉通 X - 100 溶液加入体积为 0.5 mL ~ 1.0 mL 时,吸光值最大且稳定,该试验选择加入 0.5 mL。

2.4 显色剂体积

显色剂加入体积对显色反应有较大影响。试验表明,0.2 g/L 1 - (4 - 偶氮苯) - 3 - (4 - 溴苯) - 三氮烯溶液加入体积为 3 mL ~ 4 mL 时,吸光值最大且稳定,该试验选择加入 3 mL。

2.5 显色时间及稳定性

试验表明,在室温下显色剂与铜即可显色,显色 35 min 后吸光值达最大,并可稳定 48 h 以上。

2.6 干扰试验

对于 5.00 mg/L 铜,在上述试验条件下,测定误差 ±5% 时共存离子允许质量 (μg) 分别为: Ni²⁺、Fe³⁺ (1); Co²⁺、Zn²⁺、Mn²⁺、Ag⁺、Fe²⁺ (2); Cr⁶⁺ (4); NO₃⁻、SO₄²⁻ (10); Mg²⁺、Pb²⁺ (15); Al³⁺ (20); Cl⁻、Na⁺ (2 000)。采用氟化钠、醋酸钠混合掩蔽剂,选择性较高。

2.7 工作曲线

上述试验条件下,铜的质量浓度在 3.00 mg/L ~ 10.0 mg/L 范围内符合比尔定律,回归方程为 A = 0.042 3 + 0.082, 相关系数为 r = 0.990 8, 摩尔吸光系数 = 4.48 × 10⁴ L / (mol · cm)。

2.8 方法检出限

用该方法作多次空白试验,得其背景响应的标准偏差,以 3 倍空白标准偏差计算方法检出限为 0.15 μg/L。

2.9 精密度试验

用该方法平行测定某生活饮用水样品,结果见表 1。

表 1 精密度试验结果 (n = 5)

测定值					测定均值	RSD
m / μg					m / μg	/ %
0.190	0.192	0.182	0.196	0.188	0.190	2.7

2.10 样品测定与加标回收试验

用该方法测定生活饮用水样品,并作加标回收试验,结果见表 2。

表 2 样品测定与加标回收试验结果

样品	测定值	加标量	加标后测定值	回收率
	m / μg	m / μg	m / μg	/ %
1	0.190	0.080	0.267	96.2
2	0.168	0.080	0.247	98.8
3	0.174	0.080	0.252	97.5
4	0.182	0.080	0.258	95.0
5	0.186	0.080	0.265	98.8

3 结语

采用溶剂浮选法分离、分光光度法测定生活饮用水中的铜,在曲拉通 X - 100 体系和硼砂 - 氢氧化钠介质中,1 - (4 - 偶氮苯) - 3 - (4 - 溴苯) - 三氮烯与铜的显色反应灵敏度高,选择性好,精密度与准确度均符合水质分析要求。

[参考文献]

- [1] 杨铁金. 分析样品预处理及分离技术 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2007: 286 - 288.
- [2] 中华人民共和国卫生部. GB 5750 - 85 生活饮用水标准检验法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1987: 31 - 69.
- [3] 《化学分离富集方法及应用》编委会. 化学分离富集方法及应用 [M]. 长沙: 中南工业大学出版社, 2001.
- [4] 纳新力, 陈解华. 食品中铅、铜系列测定方法的探讨 [J]. 中国食品卫生杂志, 1991, 3(3): 34.
- [5] 黄运显, 孙维贞. 常见元素化学分析方法 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2007: 86 - 95.
- [6] 宫正宇, 孙宗光, 李国刚. 吹脱捕集 GC/FD 法测定海河水中挥发性有机物 [J]. 环境监测管理与技术, 2001, 13(2): 31 - 32, 36.
- [7] 李松田. 溶剂浮选法测定环境样品中痕量铬的研究 [J]. 化学试剂, 2005(4): 45 - 46.
- [8] 王贤奕, 赵云, 洪陵成. 水中 Cr() 的流动注射在线监测 [J]. 环境监测管理与技术, 2007, 19(2): 39 - 40.
- [9] 李宝山. 溶剂浮选分光光度法测定微量铂 [J]. 石油化工, 1994(8): 536 - 540.