

硫代米蚩酮比色法测定微量汞

广东省地质局第九实验室 张丁夫

测定汞的方法有很多报导,据资料[1]报导在醋酸—醋酸钠缓冲溶液中用硫代米蚩酮与汞生成红色络合物,能直接测定微量汞,实验证明该方法能测定0.0001%以上汞的含量。

用热逐法熔矿几乎可以把所有干扰元素分离,同时逸出的有少量砷、锑、碲,加入活性炭可抑制其挥发,即不干扰测定。所以本法不存在干扰元素的问题。此法可用于常量汞的测定,也可用于化探试样微量汞的测定。方法简单快速,易于掌握。

试验部分

一、主要试剂

硫代米蚩酮: 0.007% 正丙醇

醋酸-醋酸钠缓冲溶液: pH 5.8~6

称取 130 克醋酸钠溶于水,加入 3 毫升冰醋酸,用水稀至 1 升,摇匀备用。

汞标准溶液: 准确称取金属汞 0.1000 克于 100 毫升烧杯中,加浓硝酸 50 毫升,低温加热使其溶解,冷却后用水稀至 1 升,此溶液 1 毫升相当 100 微克汞。

工作液: 吸取上述汞标准溶液 10 毫升于 100 毫升容量瓶中,加硝酸 2 毫升,用水稀至刻度,摇匀。此溶液 1 毫升相当于 10 微克汞。

二、条件试验

1. 汞与硫代米蚩酮络合物的吸收曲线

取 5 微克汞标准溶液于 25 毫升比色管中, (比色管架周围用黑纸糊好,避免光线直接照射待测溶液。) 加入醋酸-醋酸钠缓冲液 10 毫升,准确加入 5 毫升硫代米蚩酮显色液,用水稀至刻度,摇匀,于 72 型分光光度计, 2 厘米比色池,用试剂空白作参比,在不同波长测量其消光值,绘制吸收曲线,见图 1。试验表明在 550 毫微米处吸收值最大,结果与文献介绍相符。据文献介绍在 550 毫微米处,克分子消光系数 1.51×10^5 ,络合物比为 1:1。经试验计算其克分子消光系数为 1.58×10^5 。

2. 显色酸度试验

取 5 微克汞标准溶液于 25 毫升比色管中,加入

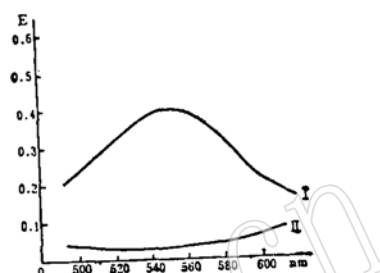


图 1 络合物的吸收曲线

I—络合物吸收曲线; II—试剂吸收曲线

10 毫升缓冲液,分别调节不同 pH,加入 5 毫升显色液,用水稀至刻度摇匀。在 EIKO II 比色计上,用 2 厘米比色池, S_{88} 滤光片进行比色。试验表明 pH 4~6 吸光度一致,本法选用 pH 5.8。

3. 缓冲溶液的影响

吸取 5 微克汞标准溶液于 25 毫升比色管中,分别加入不同量的缓冲溶液,加入 5 毫升显色剂,用水稀至刻度摇匀,在上述条件下进行测量。试验表明缓冲液在 8~15 毫升其吸光度一致,本法选用 10 毫升缓冲液。

4. 显色剂浓度的影响

吸取 5 微克汞标准溶液于 25 毫升比色管中,加入缓冲溶液 10 毫升,分别加入不同量的显色剂,用水稀至刻度,摇匀,按上述手续进行测量。实验表明 0.007% 硫代米蚩酮显色剂用 4~6 毫升吸光度一致,当显色剂小于 3 毫升,溶液混浊,大于 6 毫升消光值也增加,本法选用 5 毫升。

5. 络合物稳定时间

吸取 5 微克汞标准溶液于 25 毫升比色管中,加入 10 毫升缓冲液, 5 毫升显色剂,用水稀至刻度摇匀,按上述手续进行比色。发色后溶液可以稳定一小时。室温高于 30℃,显色后应立即比色。

6. 标准曲线的绘制

吸取汞标准溶液: 0, 0.5, 1, 2.5, 5, 7.5, 10, 12.5, 15 微克于 25 毫升比色管中,加入缓冲溶液 10 毫升,显色剂 5 毫升,用水稀至刻度摇匀,在 EIKO II 比色计, 2 厘米比色池, S_{88} 滤光片进行比

色, 其曲线见图 2

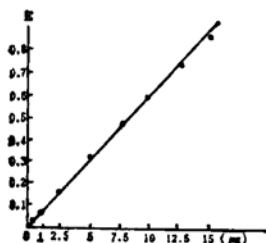


图 2 汞的标准曲线

7. 干扰离子试验

吸取 5 微克汞标准溶液于 25 毫升比色管中, 分别加入下列离子按上述手续进行测量, 所得数据如下: K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Mn^{2+} 、 En^{2+} 、 Cd^{2+} 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 Ac^- 等离子在 10 毫克以下无干扰。 Al^{3+} 、 Pb^{2+} 、 WO_4^{2-} 等 5 毫克以下无干扰。 Be^{2+} 、 MoO_4^{2-} 2 毫克以下无干扰。 As^{5+} 、 Bi^{3+} 、 Ni^{2+} 、 Sb^{3+} 、 Ti^{4+} 、 V^{5+} 、 Cr^{3+} 、 Co^{3+} 、 UO_2^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Th^{4+} 、 Cu^{2+} 等离子在 1 毫克以下无干扰。 Sn^{2+} 、 Ag^+ 、 Au^{3+} 、 Rh^{3+} 、 $IrCl_6^{3-}$ 等离子在 10 微克以下无干扰。但本试验采用双球管热解矿样, 硫化汞以铁粉还原为金属汞而挥发, 冷凝于玻璃管壁与其它元素分离。所以本法可以不考虑干扰元素问题。

二、分析手续

称取 0.5000~1.000 克矿样通过长颈漏斗装入双球管中, 加 1 克还原铁粉, 混匀。置于溶矿小电炉下层带凹槽的炉砖上, 玻璃球放在炉砖内部, 玻管放在炉子外面, 保持水平状态, 上面再放一块凹槽炉砖, 上面盖上石棉板, 打开电炉加热 25~30 分

钟。汞已全部逸出, 取下玻管将其在喷灯上加热, 将小球拉去, 并将顶端封闭。玻管冷却后加入 2 毫升浓硝酸, 在沸水浴上保持 10 分钟, 使汞完全溶解, 用水洗入 50 毫升容量瓶中并用水稀至刻度, 摇匀。吸取该溶液 5 毫升于 25 毫升比色管中。(比色架周围用黑纸糊好, 以免光线照射而褪色。)加入缓冲液 10 毫升, 加入显色剂 5 毫升, 用水稀至刻度摇匀。于 EIKO II 比色计、2 厘米比色池, S_{88} 滤光片进行比色。

矿样分析结果

编号	本法结果 (ppm)	原结果 (ppm)
81-343	4	4
81-344	1	1.7
345	3	1.1
Eo10 (管理样)	1900	2200
Eo11 (管理样)	560	560

参 考 文 献

- (1) Gerhard Ackermann Und Heino Röder
Talanta, 24, No2 99-103 1977
- (2) 岩矿分解方法 科学出版社 1979
- (3) 岩石矿物分析 地质出版社 1973

Colorimetric Determination of Trace Mercury with Thio-Michler's Ketone

Zhang Dingfu

A colorimetric method for the determination of nanogram amount of mercury based on the formation of the red complex with Thio-Michler's ketone is described. The pH of the solution is adjusted to 4~6 with an acetate buffer. The calibration curve for mercury was linear within a range of 0.5~15 $\mu\text{g}/25\text{ml}$ ($\epsilon_{550\text{nm}} = 1.5 \times 10^5$).