

罗丹明6G光度法测定矿石中微量汞

何应律、王第鹏、赵中一

(武汉地质学院应用化学系)

胡超涌

(武汉地质学院岩矿测试中心)

本文试验了在阿拉伯树胶存在下,汞(Ⅱ)—碘化钾—罗丹明6G在水溶液中的显色反应,在本法拟定的条件下灵敏度高($\epsilon = 1.70 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$),酸度范围容易控制,稳定性和重现性都好,显色迅速,操作简便,可用于矿石中微量汞的测定。

实验部分

1. 试剂

汞(Ⅱ)标准溶液:准确称取0.0677g二氯化汞(分析纯),用少量0.04N— H_2SO_4 溶解后转入500ml容量瓶中,用0.04N— H_2SO_4 溶液稀释到刻度摇匀,此溶液的浓度为 $10 \mu\text{g/ml}$ 。用时用水稀释至含汞 $2 \mu\text{g/ml}$ 。

碘化钾(20%)—抗坏血酸(2%)溶液。

罗丹明6G溶液(0.025%):称取0.1250罗丹明6G(德国进口分装)粉末,溶于500ml水中,摇匀,转入试剂瓶中备用。

2. 试验方法

准确移取汞标准溶液($2 \mu\text{g/ml}$)1ml,置于25ml的比色管中,加入4N— H_3PO_4 5ml,用水稀至10ml,加入碘化钾—抗坏血酸溶液5ml,10分钟后,加入1%阿拉伯树胶溶液2ml,加入0.025%罗丹明6G溶液1ml,用水稀释至刻度(每加入一种试剂后均须摇匀)。30分钟后,用2cm比色皿,以试剂空白为参比,在波长560nm处测量吸光度。

结果与讨论

1. 吸收光谱

在试验条件下, $\text{Hg(Ⅱ)}-\text{KI}$ —罗丹明

6G体系中缔合物在560nm处有最大吸收峰。在此条件下,试剂最大吸收值在535nm处,故试剂空白的干扰小。

2. 最佳酸度范围

按试验方法,试验了在不同酸度下的显色情况,发现在中性和酸性溶液中均能显色,但在酸性溶液中灵敏度高,稳定性好。本法选择在0.4—1.6N 磷酸介质中能形成稳定的缔合物。

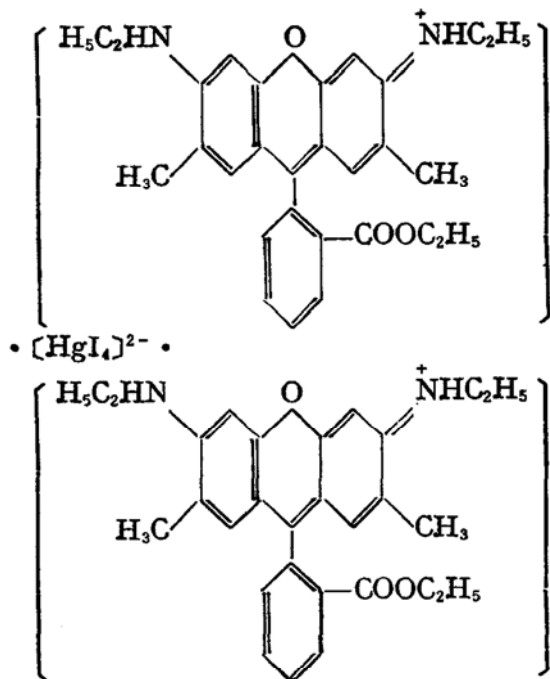
3. 吸光度的稳定性

由于生成的离子缔合物在水溶液中溶解度小,容易生成沉淀,须用高分子溶胶来保护。我们试验了几种高分子溶胶的保护性能,证实了阿拉伯树胶最佳,缔合物在15—25℃之间吸光度可以稳定3小时。

4. 试剂最佳用量:碘化钾—抗坏血酸5毫升,罗丹明6G1毫升,阿拉伯胶2毫升。

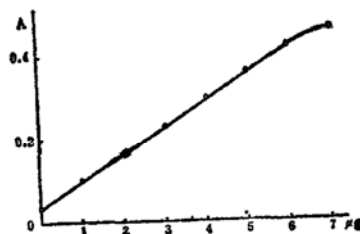
5. 离子缔合物的组成

我们用摩尔比法、连续变化法和斜率比法对缔合物的组成进行了研究,此三种方法均可证明汞:碘化钾:罗丹明6G为1:4:2的定组成的离子缔合物。根据以上对缔合物组成的测定,本文所述的离子缔合物的结构式为:



6. 灵敏度和选择性

取不同浓度的汞(II)离子,按试验方法显色测定,并绘制校正曲线。



汞的校正曲线

Calibration curve of Hg

汞的浓度在1—6μg/25ml范围内遵守比尔定律,摩尔吸光系数为 $1.70 \times 10^5 \text{ l} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$, sandell灵敏度为 $1.8 \times 10^{-3} \mu\text{g}/\text{cm}^2$

关于校正曲线不通过零点有一个截距问题, Sandell^[1]对这个问题有解释,这是由于试剂在此测量波长处或多或少的有吸收所引起的,即使出现这种情况也是遵守比尔定律的。

常见共存离子除 Cd^{2+} 、 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 、和 Ag^+ 有明显干扰外,以下离子的允许量为(微克): Cu^{2+} (2)、 Tl^{3+} (2)、 Mo^{6+} (4)、 Fe^{3+} (140)、 Ca^{2+} (80)、 Mg^{2+} (120)、 Al^{3+} (50)、 As^{3+} (50)、 Ti^{4+} (6)、 Mn^{2+} (50)、 NO_3^- (2000mg)、 Cl^- (100mg)、 Br^- (250mg)、 OAc^- (200mg)、 $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}^{3-}$ (600mg) 不干扰测定。

矿石中微量汞的测定

1. 矿样处理

准确称取0.1~0.5g矿样,置于平菲尔得管中,加入还原铁粉1.0克,在酒精喷灯上先预热除去水分,升高温度继续灼烧3~5分钟,使汞挥发并凝结在管壁上,然后将底球的玻管于高温下软化,用镊子拉去底球,熔封管的末端。冷却后加入硝酸1ml,水浴加热30分钟,取下冷却,将溶液转入100ml容量瓶中,用蒸馏水稀至刻度。

矿样分析结果
Analytical results

样 品 (管理样)	原 含 量 二硫脲法 (%)	本 法 (%)			本 法 平均值 (%)
广东 B019	0.041	0.035	0.040	0.040	0.039
湖南 211	0.058	0.058	0.056	0.054	0.056
湖北 A68	0.220	0.225	0.025	0.215	0.222

2. 汞的测定

分取2ml试液, 加入4N 磷酸 5ml, 加水至10ml, 按试验方法进行。

参考文献

1. E. B. Sandell and Hiroshionishi, : photo-metric Determination of Traces of Metals General Aspects (4th Edition) 160, Wiley, New york, (1978)

Spectrophotometric Determination of Mercury (II) in Ores With Rhodamine 6 G

He Yin-Lu

Mercury (II) formed a colour complex with rhodamine 6G and potassium iodide in the presence of arabic gum in a medium of 0.4—1.6 N- H_3PO_4 . Beer's law was obeyed for 1—6 $\mu\text{g}/25\text{ml}$ of mercury. The apparent molar absorptivity was $1.7 \cdot 10^5 \text{ l} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$. The Sandell sensitivity was $1.8 \cdot 10^5 \mu\text{g}/\text{cm}^2$. The complex is stable in three hours at 15—25°C.