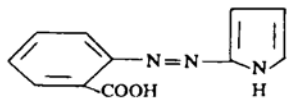


2-(2-吡咯偶氮)苯甲酸与镍显色反应及应用

郑恩铭^① 孙维林

台州师范专科学校生化系 浙江临海 317000

2-(2-吡咯偶氮)苯甲酸^[1](简称 PABA)的结构
式为:



本文试验了 Ni²⁺ 与 PABA 的显色反应条件, 所拟方法结合预分离技术用于钴精矿和铝合金中微量镍的测定, 结果满意。

1 PABA 与 Ni²⁺ 的显色反应

试验表明, 在 pH 6.9~8.9 的介质中, Ni²⁺ 与 PABA 发生显色反应, 室温下 5min 反应完全并形成 1:2 的络合物, 其 λ_{max}=529nm, 络合物至少能稳定 6h。在 25ml 体积中, 1×10⁻³mol/L 的 PABA 溶液用量在 4~8ml 时, 溶液吸光度最大且恒定; Ni²⁺ 量在 0~50μg 范围符合比尔定律, 其 ε=1.68×10⁴L·mol⁻¹·cm⁻¹。

本文选择的最佳显色条件是: 在 25ml 反应体系中加入 pH 7.3 的 NaH₂PO₄-Na₂HPO₄ 缓冲溶液 5ml, 1×10⁻³mol/L 的 PABA 5ml。

2 共存物质的影响

在 25ml 体积中进行试验, 对于 20μg Ni²⁺, 当其吸光度误差不超过±5%时, 共存物质的允许量(mg)为: Mg²⁺ 0.08, Ca²⁺、Ba²⁺、Bi³⁺、Cd²⁺、Sn(Ⅳ) 0.05, Al³⁺、Fe³⁺ 0.07, Pb²⁺、Mn²⁺ 0.1, Mo(V) 0.5, SO₄²⁻、CO₃²⁻、NO₃⁻、CH₃COO⁻、Cl⁻ 20, SiO₃²⁻ 1, NaF 10, 硫脲 100, Na₂S₂O₃ 200。当有 10mg NaF 存在时, 允许 0.5mg 的 Al³⁺、0.3mg 的 Fe³⁺ 存在; 当有 100mg 的硫脲存在时, 允许 0.3mg 的 Cu 存在; 当有 200mg 的 Na₂S₂O₃ 存在时, 允许 1mg 的 Cu 存在。Cu²⁺、Co²⁺、Zn²⁺ 干扰较严重, 本文采用丁二酮肟-正

丁醇法^[2]一次萃取分离。

3 试样分析

钴精矿: 称取试样 0.1000g 置于 100ml 烧杯中, 加 8~10ml 浓 HCl 盖上表皿, 加热并蒸至 1~2ml, 取下稍冷后再加 5ml 浓 HNO₃ 加热使其溶解完全并小心蒸至近干, 再加 1+1 HCl 数滴和少量水, 加热使盐类溶解, 冷却后移入 100ml 容量瓶中, 水定容。移取部份试液按文献^[2]进行分离, 将分离后的溶液低温蒸至近干, 加 1+1 HNO₃ 1ml 再蒸至近干。加数滴稀 HCl 润湿残渣, 吹入少量水加热至近沸, 定量转入 25ml 比色管中。加酚酞 1 滴用 1 mol/L NaOH 调至恰呈红色, 再滴入 0.1 mol/L HCl 使红色刚退, 加 pH 7.3 NaH₂PO₄-Na₂HPO₄ 缓冲溶液 5ml, 2% NaF 0.5ml, 10% Na₂S₂O₃ 2ml, 1×10⁻³ mol/L PABA (95%的酒精溶液) 5ml, 用水定容后在 529nm 处测其吸光度。

铝合金: 称取试样 0.1000g, 置于 100ml 烧杯中, 逐滴加入 1+1 HCl, 待剧烈反应停止后, 再加 1+1 HNO₃ 5ml, 加热使其完全溶解并蒸至近干, 以下同钴精矿。测定结果列于下表中。

表 标样分析结果		w(Ni)/10 ⁻²			
标样名称	标准值	本法测定			
		分次测定		平均值	RSD(%)
钴精矿 W 7179	0.240	0.238	0.240	0.237	2.4
		0.234	0.246		
		0.234	0.228		
铸造铝合金 ZLD 202	0.260	0.250	0.270	0.263	2.6
		0.260	0.265		
		0.260	0.270		

① 郑恩铭 男, 副教授, 从事分析化学教学和科研工作; 孙维林 男, 讲师, 现为浙江大学高分子化学博士生。

4 参考文献

- 1 孙维林,张孙玮. 新光度显色剂吡咯偶氮类试剂的合成及性质研究. 化学试剂. 1993,15(3):143.
 - 2 朱玉瑞,江万权,魏复盛. 镍(Ⅱ)-Cation 2B-Triton X-100 显色反应及用于铝合金中镍的光度测定. 冶金分析. 1985,(6):17.
- (收稿日期:1993-03-06,修回日期:1993-07-06)

A Color Reaction of Nickel with 2-(2-Pyrrolyazo) Benzoic Acid

Zheng Enming, Sun Weilin

(Department of Biology and Chemistry, Taizhou Teachers' College, Zhejiang, 317000)

Nickel(Ⅱ) reacts with 2-(2-pyrrolyazo) benzoic acid to form a stable complex. Experimental results show that the maximum absorption of the complex is at 529nm. The optimum acidity is pH 6.9~8.9, at which the molar ratio of Nickel(Ⅱ) to the reagent is found to be 1:2. Apparent molar absorption coefficient is $1.68 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$. Beer's law is obeyed from 0 to $2 \mu\text{g}$ of Ni in 1ml. The method has been successfully applied to the determination of microamounts of Ni in aluminium alloys and cobalt concentrates.

Key words: nickel, 2-(2-pyrrolyazo) benzoic acid