

用EDEPAP·I光度法测定水中微量阴离子表面活性剂

曲富田 杨 柳 杨 易

(辽宁大学化学系)

摘 要

本文提出了用碘化1-乙基-4-(4-二乙基氨基苯偶氮)吡啶光度法测定水中微量阴离子表面活性剂的操作方法。在pH为5的醋酸与醋酸钠缓冲溶液存在下,用EDTA为掩蔽剂,阳离子染料与阴离子表面活性剂形成离子缔合物,用氯仿萃取振荡12min,静置15min,放出氯仿层在654nm测吸光度,阴离子表面活性剂在氯仿中的浓度为 $0-1.5 \times 10^{-5} M$ 时服从比耳定律,表观摩尔吸光系数为 6.3×10^4 。

目前对于水中阴离子表面活性剂的测定多用亚甲蓝等方法,该法灵敏度低,操作复杂。而碘化1-乙基-4-(4-二乙基氨基苯偶氮)吡啶(EDEPAP·I),这种新型阳离子染料,能与阴离子表面活性剂如十二烷基硫酸钠(SLS)生成1:1的络合物,反应的适宜酸度范围为pH4—8,以氯仿萃取在最大吸收峰564nm进行光度测定,在此条件下表观摩尔吸光系数可达 6.3×10^4 ,在5ml氯仿中检测阴离子表面活性剂的浓度在 $0-1.5 \times 10^{-5} M$ 范围内服从比耳定律,该法比亚甲蓝等方法简单、快速、稳定性好、灵敏度高。此法是目前测定江水、河水和自来水中阴离子表面活性剂最好的方法之一。

1. 试剂和仪器

十二烷基硫酸钠(SLS): $1.4 \times 10^{-5} M$, (沈阳试剂一厂, 分析纯)。

碘化1-乙基-4-(4-二乙基氨基苯偶氮)吡啶(EDEPAP·I): $1.0 \times 10^{-4} M$, (辽宁大学化学系黄治清等研制)。

乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5): 1M乙酸溶液与1M乙酸钠溶液按1:2.4体积比混合配制, 调到pH5。

仪器: 上海730分光光度计; 英国H700分光光度计; 上海25型酸度计; 北京通县康氏电动振荡器。

2. 定量方法

在60ml分液漏斗中加48ml蒸馏水, 加 $1.4 \times 10^{-5} M$ 的SLS溶液2ml, 再加 $1.0 \times 10^{-4} M$ 的EDEPAP·I溶液2ml, pH为5的乙酸与乙酸钠缓冲溶液2ml, $1.0 \times 10^{-2} M$ 的EDTA溶液2ml, 氯仿5ml, 然后盖好, 放振荡器上振荡12min, 取下静置15min, 放出氯仿层于1cm吸收池中, 在564nm对照试剂空白测其吸光度。

3. 条件实验

3.1. 络合物在氯仿层的吸收光谱曲线 从图1得知络合物在氯仿层的最大吸收峰

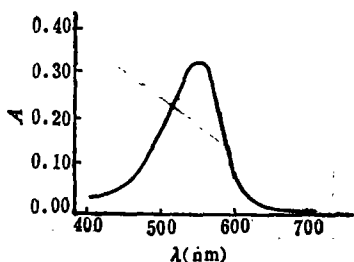


图1 络合物在氯仿中吸收曲线

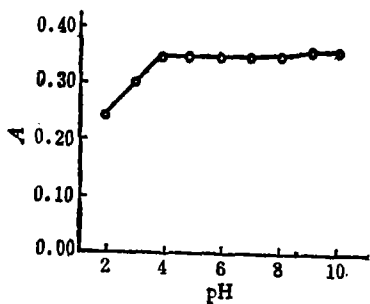


图2 萃取酸度曲线

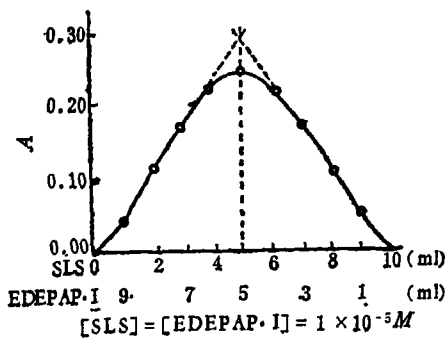


图3 连续变化法测定络合物组成

波长为564nm, 工作波长选用564nm。

3.2. 萃取酸度的影响 测定 pH2—10不同酸度下萃取的络合物在氯仿中的吸光度如图2, 从图2 萃取酸度曲线得出萃取的最佳pH值为4—8, 本实验选用 pH5的乙酸与乙酸钠缓冲溶液。

3.3. 显色剂用量的影响 实验表明, $1.0 \times 10^{-4} M$ 的 EDEPAP·I 溶液在 1.0ml 以上, 即 EDEPAP·I 溶液的浓度为 SLS 溶液浓度的 3.6 倍以上吸光度达最大, 并得到恒定值, 本实验选用 2.0ml。

3.4. 振盪时间和静置时间的影响 实验表明, 振盪时间在 10min 以上吸光度最大, 本实验选用 12min。静置时间在 13min 以上吸光度最大, 本实验选用 15min。

3.5. 络合物的稳定性 络合物在氯仿中具有较好的稳定性, 放置 4h 吸光度不变 (因氯仿挥发必须用封闭的吸收池)。

3.6. 络合物组成的测定 用连续变化法测定络合物的组成, 结果见图 3, 从图 3 得出吸光度最大时的 $[SLS]:[EDEPAP \cdot I]$ 为 1:1, 故络合物的组成为 1:1。

3.7. 共存离子的干扰 在阴离子表面活性剂 SLS 浓度为 $5.6 \times 10^{-7} M$ 的 50ml 溶液中, 加入不同量的常见阴阳离子, 而测得的吸光度 A 值如表 1, 由表 1 可知, 三价铁浓度为 $1 \times 10^{-4} M$, 二价的钴、镍和锌浓度为 $2 \times 10^{-3} M$, 干扰测定, 但加入 2ml $1 \times 10^{-2} M$ 的 EDTA 即可消除干扰。其它常见的阴阳离子一般均不干扰测定。

3.8. 工作曲线 取 2、4、6、8、12、16、20、24 μg SLS 置于 60ml 分液漏斗中, 按定量方法操作, 测吸光度, 工作曲线见图 4, 从图 4 得知在 5ml 氯仿中阴离子表面活性剂 SLS 的浓度在 $0-1.5 \times 10^{-5} M$ 服从比耳定律, 其表观摩尔吸光系数为 6.3×10^4 。

4. 水样测定和回收率实验

4.1. 样品测定 对沈阳市五个区的自来水及浑河、本溪水洞水中阴离子表面活性剂的量, 以 SLS 为标准, 取水样 50ml, 按定量方法操作程序, 测定结果如表 2。

4.2. 回收率实验 用沈阳市内五个区的自来水样 50ml, 加入 $1.0 \times 10^{-4} M$ SLS 溶液 0.5ml 即 14.42 μg , 按上述方法测得结果如表 3, 由表 3 得知回收率在 96.1—101.0%

表 1 共存离子的影响

共存离子	共存离子浓度 (M)	吸光度 (A)
O	0	0.342
K ⁺	2×10^{-3}	0.339
Na ⁺	2×10^{-3}	0.340
NH ₄ ⁺	2×10^{-3}	0.341
Mg ²⁺	2×10^{-3}	0.345
Ca ²⁺	2×10^{-3}	0.340
Fe ³⁺	1×10^{-4}	0.292
Fe ³⁺ + EDTA	1×10^{-4}	0.342
Cd ²⁺	2×10^{-3}	0.340
Cr ³⁺	2×10^{-3}	0.344
Ni ²⁺	2×10^{-3}	0.375
Ni ²⁺ + EDTA	2×10^{-3}	0.346
Zn ²⁺	2×10^{-3}	0.244
Zn ²⁺ + EDTA	2×10^{-3}	0.345
Co ²⁺	2×10^{-3}	0.484
Co ²⁺ + EDTA	2×10^{-3}	0.340
HCO ₃ ⁻	2×10^{-2}	0.340
NO ₃ ⁻	2×10^{-3}	0.344
H ₂ PO ₄ ⁻	2×10^{-2}	0.343
SO ₄ ²⁻	2×10^{-2}	0.347
CO ₃ ²⁻	2×10^{-2}	0.344
SiO ₃ ²⁻	2×10^{-2}	0.350
F ⁻	2×10^{-3}	0.339
Cl ⁻	2×10^{-3}	0.341
Br ⁻	2×10^{-3}	0.340

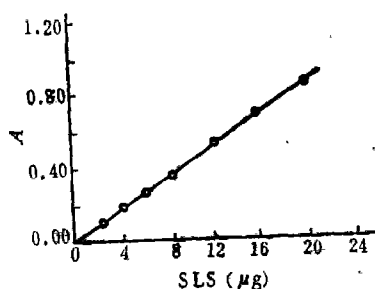


图 4 工作曲线

表 2 水中阴离子表面活性剂的测定

取水样地区	测得A值	含量 (ppm)
皇姑区	0.066	0.038
铁西区	0.064	0.037
和平区	0.060	0.035
沈河区	0.066	0.038
大东区	0.082	0.048
本溪水洞	0.058	0.033
浑河	0.24	0.14

表 3 回收率实验

取水样地区	加入SLS量 (μg)	测得SLS量		回收率 (%)
		A值	(μg)	
皇姑区	14.42	0.620	14.56	101.0
铁西区	14.42	0.610	14.33	99.4
和平区	14.42	0.595	13.96	96.8
沈河区	14.42	0.612	14.38	99.7
大东区	14.42	0.591	13.86	96.1

是比较好的。

5. 结语

实验表明新型阳离子染料碘化1-乙基-4-(4-二乙基氨基苯偶氮)吡啶是测定水中阴离子表面活性剂的好试剂。本文拟定了测定水中微量阴离子表面活性剂的具体条件和步骤,并用于河水、自来水中阴离子表面活性剂的测定。

参 考 文 献

- (1) 桶口庆郎等, 1980, 分析化学 (日) 29(3):180
- (2) Tai K. Fujii H, 1977, *Anal. Chim. Acta*, 90:319
- (3) 曾北危, 1979, 环境分析化学, 湖南科学技术出版社, 297—302,

1985年3月1日收到。