

微乳液介质 PAN 光度法测定 硬脂酸锌的含锌量

刘俊康 吉红念 虞学俊 储 鸿 陈烨璞

(无锡轻工大学化学工程系, 无锡 214036)

摘要 研究了在微乳液介质中, 锌与 1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚 (PAN) 的显色反应, 选择 555 nm 处为测定波长, X 为 $4.5 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$, 锌量在 0~1.52 mg/L 范围内符合朗伯比耳定律, 该法用于固体样品硬脂酸锌含量的直接测定。

关键词 微乳液; 硬脂酸锌; 分光光度法

中图分类号 O657.321

0 前 言

硬脂酸锌是一种常用的塑料加工添加剂, 可用作聚氯乙烯稳定剂, 聚苯乙烯、ABS 和 SAN 树脂的润滑剂和透明制品的脱模剂, 还可用于化妆品配料^[1]。硬脂酸锌含量是硬脂酸锌产品的一个重要质量指标。微乳液又称溶胀胶束, 具有超低界面张力和高增溶作用, 是一个热力学稳定体系^[2]。微乳液体系测定金属离子的分光光度法国内已有报道^[3,4], 而直接进行水不溶性固体有机金属化合物的分光光度测定至今未见报道。笔者把硬脂酸锌溶于苯中, 再配成由非离子型表面活性剂 OP-10、助表面活性剂正丁醇、硬脂酸锌苯溶液、水等构成的油型微乳液介质, 用 PAN 为显色剂测定锌的含量, 避免了硬脂酸锌灰化处理等繁琐操作。

1 实验部分

1.1 主要仪器和试剂

72 型分光光度计, pH S-2 型酸度计。

Zn^{2+} 标准溶液: 用纯锌溶于盐酸中配成 25 mg/L 的溶液;

微乳液: 非离子型表面活性剂 OP-10 (AR), 助表面活性剂正丁醇 (AR), 油相苯 (AR) 三者重量比为 5:3:0.8, 配成含水 80%, 85%, 90% 的微乳液;

0.1% PAN 乙醇溶液, pH 6.4 的 HAc-NaAc 缓冲液, 二次蒸馏水。

1.2 实验方法

取 1 ml 锌标准溶液于 25 ml 容量瓶中,依次加入 2 ml pH 值为 6.4 的缓冲液,1 ml 0.1% PAN 溶液,用含水 90% 的微乳液稀释至刻度,摇匀,用 1 cm 比色皿,以试剂空白为参比,在 555 nm 处测定吸光度。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

图 1 为含水不同的微乳液介质绘制的吸收曲线,根据实验结果笔者选用含水 90% 的微乳液介质,555 nm 为测定波长。

2.2 酸度影响

结果见图 2,适宜的酸度范围为 pH 6.4~ 10,笔者选用 pH 为 6.4。

2.3 显色剂用量

由图 3 可知,0.1% PAN 用量在 0.7~ 2.0 ml 范围内吸光度基本不变,我们用 1.0 ml 0.1% PAN。

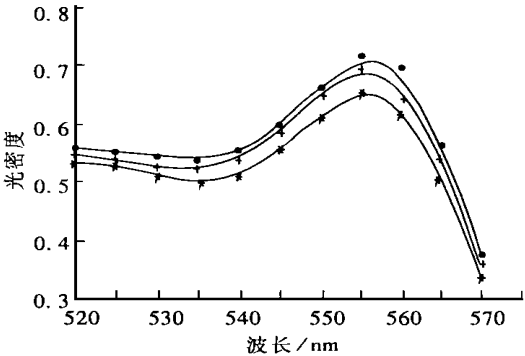


图 1 含水不同的微乳液的吸收曲线
1- 80% 2- 83% 3- 90%

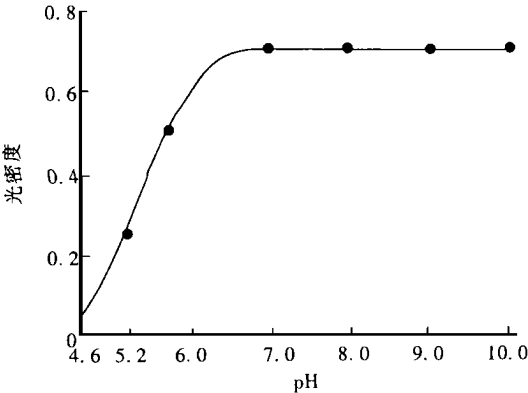


图 2 pH 曲线

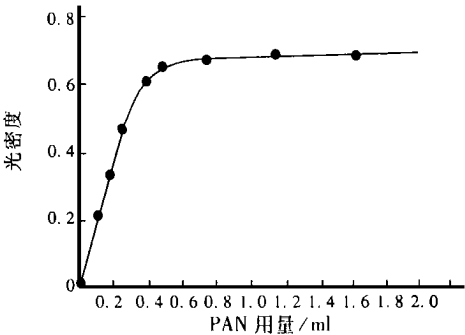


图 3 PAN 用量

2.4 显色时间及稳定性

试验表明体系立刻显色,2 h 内稳定不变。

2.5 工作曲线与灵敏度

工作曲线的回归方程为 $A = 4.49 \times 10^4 C + 0.0139$, 相关系数 $R = 0.9997$, 锌含量在 0~ 1.52 mg/L 范围内符合朗伯-比耳定律,摩尔吸光系数为 $4.5 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

2.6 样品测定及加入回收

称取 0.209 0 g 的硬脂酸锌(自制),溶于苯中,放入 50 ml 容量瓶中用苯定容,取该苯溶液 1 ml 配成含水 90% 的微乳液,置于 100 ml 容量瓶中用 90% 的微乳液定容,吸取 2 ml 加入 25 ml 容量瓶中,以下同实验方法操作。实验结果见表 1。

表 1 样品测定及加入回收

		mg /L	
加入量	测定值*	回收率 (%)	原子吸收法测定值
0	0. 344		0. 340
0. 101	0. 446	101. 0	0. 442
0. 302	0. 638	97. 4	0. 632
0. 504	0. 844	99. 2	0. 841
0. 705	1. 047	99. 7	1. 042

* 为 3 次平均值

从本法测定结果算出硬脂酸锌的含锌量为 10. 8% .

2. 7 共存离子的影响

在 1 mg /L 锌存在下 ,对常见干扰离子试验 ,结果表明 (相对误差≤ ± 5%)至少 2 000 倍量的 Na⁺ , K⁺ , Ca²⁺ , Mg²⁺ , Ba²⁺ 不干扰; 40 倍量的 Cr³⁺ , 20 倍量的 Pb²⁺ 不干扰; 0. 1 倍量的 Fe²⁺ , Fe³⁺ , Ni²⁺ , Cu²⁺ 不干扰. 对于测定硬脂酸锌中的锌含量可在不加任何掩蔽剂的条件下直接测定

参 考 文 献

1 合成材料助剂手册编写组.合成助剂手册.北京:化学工业出版社.1985. 356
2 李干佐,郭荣.微乳液理论及其应用.北京:石油工业出版社,1995
3 魏琴,杜斌.微乳介质-1-(2-吡啶偶氮)-2-萘酚光度法测定汽油中环烷酸铁的含量.分析化学.1994, 22(9): 925
4 朱霞石.阳离子型微乳液对锰(II)-水杨基荧光酮的增敏作用.分析化学.1994, 22(1): 35

Direct Spectrophotometric Determination of Zinc in Zinc Stearate with 1-(2-Pyridylazo)-2-Naphthol in Microemulsion Media

Liu Junkang Ji Hongnian Yu Xuejun Chu Hong Chen Yepu
(Department of Chemical Engineering, Wuxi University of Light Industry, Wuxi, 214036)

Abstract The color reaction has been studied for the determination of zinc with microemulsion and 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol, and its apparent molar absorptivity is $4. 5 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ at 555 nm. Beer's law is obeyed in the range of 0~ 1. 52 mg /L for Zn²⁺. This method is convenient for the direct determination of the zinc content of solid zinc stearate without any preprocessing.

Key words microemulsion; zinc stearate; spectrophotometry

(责任编辑: 陈 娇)