

氨底液示波极谱法快速测定硫酸锰溶液中锌 Quick Determination of the Amount of Zinc in Manganese Sulfate Solution

陈奇志

CHEN Qi-zhi

(广西有色金属集团汇元锰业有限公司, 广西来宾 546138)

(Guangxi Non-Ferrous Metals Group Huiyuan Manganese Industry Co., Ltd., Laibin, Guangxi, 546138, China)

摘要:利用氨底液示波极谱法,在原点电位 $-1.2V$ 处测定锌,大量 Mn^{2+} 采用双氧水氧化沉淀,30min内可以完成湿法生产锰流程中硫酸锰溶液里的锌检测。

关键词:示波极谱法 锌 硫酸锰

中图分类号:O657.14 文献标识码:A 文章编号:1002-7378(2010)03-0312-02

Abstract:The amount of zinc in manganese sulfate solution is time-consuming detection during wet metallurgy process. The determination could be finished in 30min by oscillopolarography at potential origin $-1.2V$ in ammoniacal basesolution, after Mn^{2+} was participated by H_2O_2 .

Key words:oscillopolarography, zinc, manganese sulfate

现代湿法生产锰的过程中,工艺上对浸出液初步净化除杂后,杂质 Zn^{2+} 较难除尽^[1]。硫酸锰净化液做常规检测时,依靠原子吸收法^[2]或者光度比色测定法(双硫脲法)都是耗费时间长,耽搁生产。目前迫切需要一种更简易、快速的检测方法及时指导锰生产。作者结合生产需要和试样性质,利用氨底液示波极谱法,在原点电位 $-1.2V$ 处测定锌,大量 Mn^{2+} 采用双氧水氧化沉淀,30min内可以完成硫酸锰溶液中的锌检测。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

仪器:JP2型极谱仪(成都仪器厂生产)或JP303型极谱仪(成都仪器厂生产)。

试剂:Zn标准溶液是吸取50ml Zn标准溶液(1ml含1mg)于1L容量瓶中,加入5ml盐酸(1+1),以水定容至含锌 $50\mu g/ml$ 的溶液。氨底溶液是

称取134g氯化铵溶于水,加入500ml氨水,加入50ml 0.5%动物胶液,以水定容至1000ml的溶液。机体硫酸锰溶液的 Mn^{2+} 浓度为40g/L,而且除锌。双氧水(30%)为分析纯。

1.2 试验方法:

1.2.1 样品实验

吸取1.0ml试液于50ml容量瓶中,加入0.2ml双氧水,加20ml氨底溶液,摇匀,加入0.5g无水亚硫酸钠,以水定容,摇匀,静置5min后过滤,在滤液中加0.05g氨三乙酸,在原点电位 $-1.2V$ 作扫描,测得电流,按标准比较法计算。

1.2.2 标准液试验

吸取与试样量相近的锌标准于50ml容量瓶中,加入1ml机体硫酸锰溶液,加入少量水后按样品实验方法进行分析。

2 结果与分析

2.1 双氧水的用量影响

双氧水在氨底溶液中氧化 Mn^{2+} 生成 MnO_2 沉淀,所以双氧水的用量不宜过量。双氧水少许过量,可以用无水亚硫酸钠消除。双氧水过量,多余的氧产生氧波,干扰测定。本次实验得知,以0.2ml双氧水

收稿日期:2010-06-19

修回日期:2010-08-16

作者简介:陈奇志(1976-),男,工程师,主要从事电解生产技术与检测工作研究。

对 1ml 硫酸锰溶液能达到氧化沉淀效果。

2.2 氨底溶液用量的影响

取 1.0ml 硫酸锰溶液,各用 5ml,10ml,15ml,20ml 氨底溶液按实验方法测定电流,结果在 15~20ml 氨底溶液中,电流的波形良好。氨底溶液中动物胶起抑制作用,配制时不可任意改变其浓度。

2.3 放置时间的影响

加入氨底溶液后,生成大量的氢氧化物沉淀对 Zn^{2+} 有吸附作用,实验证明超过 10min 静止时间,滤液中 Zn^{2+} 浓度呈下降趋势。故应在溶液初步沉淀澄清后,用力摇匀过滤,效果较好。本文方法在标准溶液中加入近似试样浓度的 Mn^{2+} ,以求介质条件相同。

2.4 干扰离子的消除

氨底溶液测定锌时, Mn^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 干扰测定,生产过程中硫酸锰溶液主要成分为 Mn^{2+} 、 SO_4^{2-} 、 NH_4^+ 、以及少量 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 、 Cu^{2+} 。样品中 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 可以加入氨三乙酸消除^[3]。 Cu^{2+} 大于 Zn^{2+} 10 倍时,才会影响波高,所以本样品不予考虑。测定过程中大量的 Mn^{2+} 采用双氧水氧化成沉淀物排除。

2.5 标准曲线

取 Zn 标准溶液 0 μ g、25 μ g、50 μ g、100 μ g、250 μ g、500 μ g、1000 μ g 按标准溶液实验操作,结果浓度与电流呈线性关系。

(上接第 311 页)

在确定了洗脱剂的种类后,分别用 3ml,5ml,8ml 的甲醇溶液洗脱,发现当选择用 5ml 的甲醇洗脱时刚好可以把样品完全洗脱下来,所以确定洗脱用量为 5ml。

3 结束语

以 80mmol·L⁻¹ 硼砂缓冲液为电泳介质,采用固相萃取-毛细管电泳法(SPE-HPCE)同时测定牛奶中四环素、氯霉素、土霉素和金霉素的含量。该方法简单,可靠,灵敏度高,对样品中抗生素的含量测量结果令人满意,可以适用于牛奶中四环素类抗生素残留量的检测。

参考文献:

[1] 中华人民共和国国家进出口商品检验局. SN 0179-92 出口食品中四环素族抗生素残留检验方法[S]. 北京: 中国标准出版社,1996.

2.6 样品加标回收

取两份样品编号为 1[#] 和 2[#],各重复 3 份做样品加标回收实验结果如表 1 所示。

表 1 样品加标回收实验结果

样品号	样品含锌 (μ g)	加标 Zn (μ g)	实测值 (μ g)	回收率 (%)
1 [#]	5.46	25	29.39	96.49
1 [#]	5.46	50	54.75	98.72
1 [#]	5.46	100	100.62	95.41
2 [#]	158.26	100	250.08	96.83
2 [#]	158.26	150	317.50	103.00
2 [#]	158.26	200	346.15	96.62

表 1 的结果反映在已知含量样品中的加入标准溶液测得实际含量,样品回收率在 95%~103%。

3 结束语

本方法的 Zn^{2+} 在氨底溶液中,峰电位 -1.42V 处得到良好的还原波,在 0.5~300 μ g 范围内呈线性关系。同时,起波的 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 能得到控制, Mn^{2+} 干扰也可以消除。本法克服了原子吸收等昂贵仪器在车间实验不适用这一缺点,同时解决了分光光度法测 Zn 时使用有机物和除杂,耗时又耗药的问题,使操作简便、经济、快速,适合于中控分析,能及时指导生产。

(责任编辑:邓大玉)

[2] 刘芳,白雪梅,程玉芳. HPLC 法测定牛奶中残留四环素族及土霉素含量[J]. 中国卫生检验杂志,2007,17(10):1782-1783.

[3] 庞国芳,曹彦忠,张进杰,等. 高效液相色谱同时测定禽肉中土霉素,四环素,金霉素,强力霉素残留的研究[J]. 分析测试学报,2005,24(4):61-63.

[4] 张纯萍,刘艳华,门立强,等. 牛奶中四环素类药物残留的确证方法-液质联用法[J]. 中国兽医学报,2005,25(6):91-93.

[5] 秦燕,陈毓芳,林峰,等. 固相萃取-高效液相色谱法同时测定牛奶中的多种四环素残留[J]. 食品科学,2005,26(3):202-204.

[6] 黄志东,郭福庆,杨洁. 高效毛细管电泳法分离土霉素及其相关物质的方法研究[J]. 中国抗生素杂志,2001,26(3):184-186.

(责任编辑:尹 闯)