

催化动力学分光光度法测定痕量铁^①

孙登明^② 高琼 石影 沈斌峰

淮北煤炭师范学院化学系 安徽淮北 235000

本文利用在稀 HCl 介质中,邻菲罗啉(phen)作活化剂的条件下 Fe³⁺ 催化 H₂O₂ 氧化次甲基绿(MG)的褪色反应,建立了催化动力学光度法测定 Fe。方法已用于水和铝合金分析,具有灵敏度高、选择性好等优点。

1 试验方法

在两支 25 ml 比色管中,分别加入 0.02 mol/L HCl 3 ml, 5.0 × 10⁻⁴ mol/L MG 1.4 ml, 0.1% phen 1.0 ml, 向其中一支比色管中加 0.5 μg Fe³⁺, 另一支作试剂空白,再分别加入 3% H₂O₂ 1.0 ml, 用水稀释至刻度,摇匀,放入 100℃ 恒温水浴中加热 5 min(秒表计时),取出后立即流水冷却 3 min。在 721 型分光光度计或 DMS-200 型紫外可见分光光度计上 640 nm 处以水作参比,1 cm 比色池中测吸光度,含 Fe³⁺ 者为 A,空白为 A₀,计算 log A₀/A。

2 吸收光谱

MG 的最大吸收为 640 nm,随 Fe³⁺ 量的增加吸光度降低。完全氧化产物在 640 nm 处基本无吸收,测定波长选用 640 nm。

3 最佳条件

试验表明,温度 > 80℃ 时反应加快,在 100℃ 恒温 8 min 内 log A₀/A 与反应时间呈直线关系。选用反应时间 5 min、反应温度 100℃。

在 25 ml 体积中,加入 0.02 mol/L HCl 1.0~4.0 ml, 3% H₂O₂ 0.8~1.1 ml, 5.0 × 10⁻⁴ mol/L MG 1.2~1.5 ml, 0.1% phen 0.8~1.2 ml 时对 log A₀/A 基本无影响。本文分别选定用量为 3.0、

1.0、1.4 和 1.0 ml。

在上述条件下 Fe³⁺ 量在 0.4~32 μg/ml 范围与 log A₀/A 呈线性。

4 共存物质影响

试验了 32 种共存物质的影响,只有 Cu²⁺、Mo(VI)、Pd²⁺ 允许量较小。可用双硫脲-CCl₄ 萃取除去。

5 试样分析

水样按实验方法测定,结果列于下表。对自来水样用加入法进行回收试验,当加入 0.1 μg Fe³⁺ 时,6 次测定的回收率在 98%~104% 之间。

铝合金样品按文献^[1]溶解,用双硫脲-CCl₄ 萃取除去干扰离子^[2],取一定量制备液按实验方法进行测定,结果列于下表。

表 样品中 Fe 的测定结果 μg/ml

样品名称	推荐值	本法结果	RSD(%)
环境水样(CW 81)	0.130 ± 0.012	0.131 (n = 5)	1.73
自来水		0.251 (n = 6)	1.09
铝合金 ^① (605)	0.110	0.113 (n = 6)	4.17

① 铝合金含 Fe 量为 (%)

(下转第 353 页)

① 煤炭青年科学基金资助课题。

② 孙登明 男,讲师,目前主要从事动力学分析方法研究和有机试剂的合成及应用研究。

(上接第363页)

6 参考文献

1 孙登明, 高琼, 古玲, 石影. 催化动力学光度法测定痕量锰的研究. 理化检验 (化学分册), 1991, 27 (6): 374.

2 毛家骏, 祝大昌, 陈剑宏等. 无机痕量分析中的分离和预浓集方法. 第1版, 上海: 复旦大学出版社, 1985. 245.

<收稿日期: 1991-07-03, 修回日期: 1991-12-13>