

多波长数据线性回归光度法同时测定痕量钼和钛

夏心泉^① 马厚蓉 王保国 聂凤华

沈阳化工学院 110021

赵书林

沈阳铸造研究所 110021

多波长数据线性回归分光光度同时测定两个相互干扰的组分,具有简便、快速等特点,已用于 Mn 和 Zn^[1]、Be 和 Al^[2]、Mo 和 W^[3]以及 Fe 和 Al^[4]等体系。本文在文献^[5]的基础上,探讨了不同波长下,Mo 和 Ti 与苯基荧光酮络合物的摩尔吸光系数的差异,在520~540nm 范围内,选择了10个波长测量吸光度,以数据线性回归法的原理,不经分离,分光光度法同时测定了相互干扰的 Mo 和 Ti,当 Mo:Ti 为5:1~1:2时,直线相关系数 $r > 0.998$,并用于合金钢样中痕量 Mo 和 Ti 的测定,获得了满意的结果。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

721型分光光度计;Casio fx-180P 计算机,试剂配制见文献^[5]。

1.2 实验方法

移取适量的 Mo(或 Ti)标准溶液于25ml 容量瓶中,依次加入5ml 水,1.5ml 1mol/L HCl(试剂空白加3.0ml),2.5ml pH 1.4的 HCl-KCl 缓冲溶液,5.0ml 5% Triton X-100,3.0ml 0.03%PF,用水稀释至刻度,摇匀。放置10min 后,用1cm 比色杯,以试剂空白参比,在520~540nm 范围内,每间隔2nm 测量一次吸光度。

2 结果和讨论

2.1 吸收光谱

由文献^[5]的工作,选择了 Mo 和 Ti 最佳显色条件和考察了方法的选择性,所得吸收曲线如图1,由图1可见,Mo 和 Ti 络合物的最大吸收波长分别为524nm 和534nm。

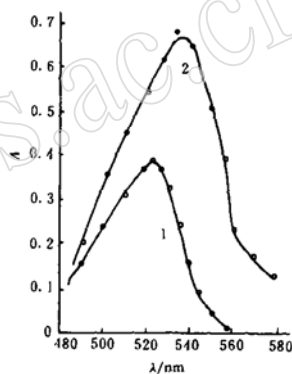


图1 吸收光谱

1—Mo 络合物; 2—Ti 络合物。

(Mo, Ti 均为5μg, 试剂空白参比)

2.2 多波长数据线性回归法研究

2.2.1 波长区间的选择

各取2.0, 4.0, 6.0, 8.0和10.0μg Mo、Ti 标准溶液,按实验方法显色,在波长510~544nm 范围内测量吸光度,并计算出不同波长下 Mo、Ti 的表观摩尔吸光系数(表1)。由表1可见,波长在520~538nm 时,Mo 和 Ti 的表观摩尔吸光系数值最大,5次测定值相对标准偏差均小于5%,且 $\epsilon_{Ti}/\epsilon_{Mo}$ 随波长变化差异较大,是波长选择的最佳区域。

① 夏心泉 男,副教授,研究方向:光度分析,有机结构分析。

2.2.2 标准混合溶液的测定

各取一定量 Mo、Ti 标准溶液,以不同比例混合,按实验方法测量各混合溶液的总吸光度 $A_{\text{总}}$,求出 $A_{\text{总}}/\epsilon_{\text{Mo}}$ (见表2)。通过 $A_{\text{总}}/\epsilon_{\text{Mo}}$ 对 $\epsilon_{\text{Ti}}/\epsilon_{\text{Mo}}$ 作图(见图2),或通过线性回归方程计算,求出 Mo 和 Ti 的含量(表3)。

表1 Mo、Ti 络合物的 ϵ 及其比值

波长 (nm)	Mo		Ti		$\epsilon_{\text{Ti}}/\epsilon_{\text{Mo}}$
	$\epsilon \times 10^{-5}$	RSD%	$\epsilon \times 10^{-5}$	RSD%	
510	1.090	5.7	1.110	7.1	1.018
515	1.145	4.9	1.240	6.9	1.083
520	1.248	4.1	1.382	4.7	1.107
522	1.266	3.6	1.430	4.1	1.130
524	1.256	3.3	1.484	3.8	1.182
526	1.212	2.8	1.546	3.7	1.276
528	1.126	2.6	1.604	3.1	1.425
530	1.018	2.4	1.632	2.9	1.603
532	0.932	2.5	1.676	2.7	1.798
534	0.753	2.7	1.632	3.0	2.167
536	0.626	3.3	1.618	2.6	2.585
538	0.509	3.5	1.584	3.7	3.112
540	0.426	3.9	1.501	3.9	3.523
542	0.388	4.0	1.341	4.3	3.456
544	0.145	5.2	0.97	8.1	6.690

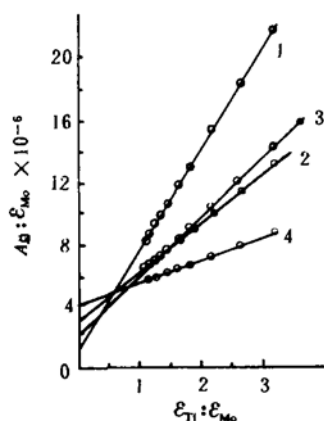


图2 波长回归法图解

(图中1、2、3、4分别代表标准混合溶液的编号)

从表2可见,在测定含量范围内,按所选的10个波长处,取值作回归直线,其相关系数

均大于0.998,标准混合溶液的分析结果满意,表明显色条件和回归分析结果的重现性均较好,是同时测定两个干扰组分 Mo 和 Ti 的良好方法。

表2 标准混合溶液的 $A_{\text{总}}/\epsilon_{\text{Mo}}$

波长 (nm)	Mo+Ti(μg)			
	10.0+2.0	8.0+4.0	5.0+5.0	4.0+8.0
520	5.612	6.640	6.465	8.180
522	5.640	6.842	6.605	8.640
524	5.837	6.918	6.710	9.300
526	5.992	7.364	7.050	9.910
528	6.275	7.699	7.659	10.75
530	6.467	8.344	8.460	11.89
532	6.573	8.934	9.143	13.25
534	7.300	10.19	10.51	15.50
536	7.980	11.42	12.18	18.30
538	8.676	13.22	14.36	21.90

表3 混合标准溶液分析结果

项目	混合标准液			
	1	2	3	4
加入量(μg) Mo	10.0	8.0	5.0	4.0
Ti	2.0	4.0	5.0	8.0
测得量(μg) Mo	9.6	7.5	5.1	3.6
Ti	1.8	3.9	4.7	7.8

2.3 样品分析

分析手续见文献[5],所得分析结果见表4。从表4可以计算出 Mo 和 Ti 的回收率在95%~105%,说明本法适用于痕量 Mo 和 Ti 的同时测定。

3 参考文献

- 1 王保宁,李占双.分光光度法同时测定两个干扰组分的研究 I.多波长数据线性回归法及其应用于同时测定微量锰和锌的探讨.化学学报.1983,41(8):709.
- 2 易瑞士,赵向阳.多波长分光光度线性回归法同时测定铍和铝.分析化学.1987,15(3):237.
- 3 易瑞士,戴金续.多波长数据线性回归法分光光度同时测定微量钼和钨.分析化学.1988,16(3):254.
- 4 吴耀勋,石乐明,彭平,李志良.波长回归分光光度同时测定铝和铁.岩矿测试.1990,9(2):121.
- 5 赵书林,车跃恒,王克范.胶束增敏双波长分光光度法同

时测定钼和钛. 冶金分析. 1989, 9(1): 8.

(收稿日期: 1992-01-07, 修回日期: 1992-12-04)

表4 样品分析结果

样品名称	标准含量		测定结果				平均值		$w(B)/10^{-2}$	
									RSD%	
	Mo	Ti	Mo	Ti	Mo	Ti	Mo	Ti	Mo	Ti
低合金钢	0.110	0.115	0.106	0.104	0.118	0.115	0.104	0.116	5.3	1.6
			0.100	0.098	0.118	0.114				
			0.112		0.115					
合金钢 06 (Mn、V、Mo、Ti)	0.207	0.117	0.219	0.217	0.125	0.120	0.217	0.122	0.8	1.6
			0.217	0.218	0.123	0.121				
			0.214		0.121					

Simultaneous Spectrophotometric Determination of Molybdenum and Titanium by Use of Linear Regression Analysis

Xia Xinquan Ma Hourong Wang Baoguo and Nie Fenghua

(Shenyang Institute of Chemical Technology, 110021)

Zhao Shulin

(Shenyang Research Institute of Foundry, 110021)

Mo and Ti are allowed to form complexes with PF-Triton X-100 at pH 1.2~1.6 (HCl-KCl buffer). Ascorbic acid and CyDTA are added to mask interfering elements. The absorbance of the mixture is measured at 10 wavelength steps over the range 520~540 nm. The concentration ratio of Mo to Ti is from 5:1~1:2, with a recovery of 95%~105%.

Key words: molybdenum and titanium determination, linear regression analysis, spectrophotometry