

分光光度法测定海盐中微量铁*

程德温

(江苏省海水综合利用研究所)

在无辅助络合剂存在时,铁和水杨基荧光酮(CΦ)及溴化十六烷基吡啶(CPB)在pH11—12时形成蓝色的三元络合物,采用摩尔法、连续变化法测得 $\text{Fe}:\text{C}\Phi:\text{CPB}$ 组成比为1:3:2,形成 $(\text{Fe}(\text{C}\Phi)_3)(\text{CPB})_2$ 型络合物。当乙酰丙酮和EDTA辅助络合剂存在时使显色灵敏度提高一倍,这可能是由于生成更复杂的多元络合物的缘故。

根据上述原理,本实验测定了海盐中的微量铁,采用标准加入法,不仅消除了基体氯化钠的影响,而且也消除了微量 Al^{3+} 离子的干扰。其它阴、阳离子不干扰测定。方法灵敏度(摩尔吸光系数为 2×10^5)高,稳定性好,操作简单、快速,对测定海盐中ppm级的铁量获得了比较满意的结果。

一、试剂

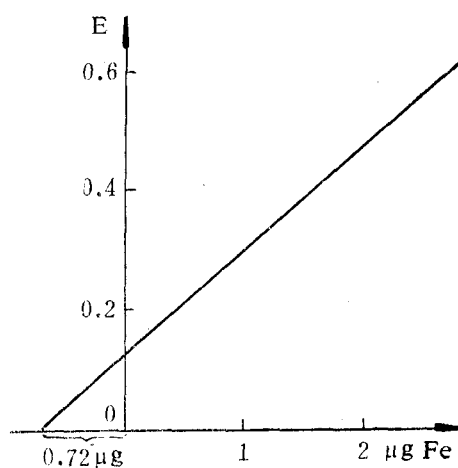
1. EPTA: 0.1M; 2. 乙酰丙酮 5%; 3. 氨水1:1; 4. 铁标准溶液 $1\mu\text{g}/\text{ml}$; 5. 聚乙二醇辛基苯基醚(乳化剂OP): 1%; 6. 溴化十六烷基吡啶(CPB)0.5%, 加热并过滤; 7. 水杨基荧光酮: 0.01% (天津化学试剂研究所)。

称0.05g水杨基荧光酮,用250ml乙醇溶解,加1:1 H_2SO_4 3ml,后用水稀至500ml容量瓶中。

二、分析方法

称20g样品于烧杯中,加水溶解;移入100ml容量瓶中,用水稀至刻度,混匀,干过滤。取4个25ml比色管,吸取5ml试液3份各放在2、3、4号管中;吸取铁标准溶液($1\mu\text{g}/\text{ml}$)1ml

于第3号管中,取2ml于第4号管中,用蒸馏水将4个管各稀至5ml体积。按顺序各加入:乙酰丙酮1ml, EDTA1ml, 1:1氨水4ml, 水杨基荧光酮2ml (低于 25°C 时加入乳化剂OP0.5ml), CPB1ml; 每加一种试剂后均摇匀,用水稀至刻度,混匀。放置30分钟,在595nm波长下用2cm比色皿以水做参比(或者以试剂空白作参比)测定其光密度,并按标准加入法做曲线如图。



标准曲线图

三、方法的精密度

按上述方法测定海盐中Fe的含量9次(每次只测定一个样),测得数据为: 0.65, 0.70, 0.80, 0.75, 0.70, 0.75, 0.75, 0.65, 0.70ppm,

*天津化学试剂研究所为本试验提供水杨基荧光酮试剂,特此致谢。

表1 标准曲线的重现性¹⁾

编 号	未减试剂空白(E)				减试剂空白(E)			
	试剂空白	1g样	1g样+ 1 μ gFe	1g样+ 2 μ gFe	试剂空白	1g样	1g样+ 1 μ gFe	1g样+ 2 μ gFe
1	0.210	0.330	0.540	0.725	0	0.120	0.320	0.515
2	0.255	0.390	0.600	0.730	0	0.135	0.345	0.475
3	0.220	0.355	0.540	0.670	0	0.135	0.320	0.450
4	0.235	0.360	0.530	0.700	0	0.125	0.295	0.465
5	0.230	0.345	0.505	0.690	0	0.115	0.275	0.460
6	0.220	0.350	0.500	0.660	0	0.130	0.280	0.440
7	0.210	0.340	0.480	0.640	0	0.130	0.270	0.430
8	0.260	0.375	0.560	0.740	0	0.115	0.300	0.480
9	0.270	0.390	0.575	0.740	0	0.120	0.305	0.470
平 均	0.234	0.357	0.537	0.700	0	0.125	0.300	0.465
减平均空白	0	0.123	0.303	0.466				

表2 两种分析方法的对比

项 目	邻二氮菲法				本 法			
	试剂空白	1g样	1g样+ 1 μ gFe	1g样+ 2 μ gFe	试剂空白	1g样	1g样+ 1 μ gFe	1g样+ 2 μ gFe
E	0	0.01	0.025	0.04	0.234	0.357	0.537	0.700
减试剂空白(E)	0	0.01	0.025	0.04	0	0.123	0.303	0.466
曲线次数	1				9			
条 件	25ml比色管, 2cm比色皿, 520nm 波长				25ml比色管, 2cm比色皿, 595nm波 长			
测定结果(ppm)					0.72			
摩尔吸光系数	2×10^4				2×10^5			

平均值为0.72, 标准偏差 $S = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n-1}} =$

0.05, 相对偏差为6.9%。标准曲线的重现性见表1。

从表1的9次标准曲线中可以看出, 未减试剂空白的曲线有规律性的波动, 减试剂空白的9条曲线却有较好的重现性。如果以试剂空白作参比亦有较好的重现性。

本法在相同条件下灵敏度高于邻二氮菲法一个数量级。本法与邻二氮菲法的比较, 见表2。

四、结论

以铁-水杨基荧光酮-CPB 多元体系显色

反应测定海盐中ppm级量的铁, 9次平均结果为0.72ppm, 其标准偏差为0.05ppm, 相对标准偏差为6.9%。克分子消光系数为 2×10^5 , 比通用的灵敏度较高的二氮菲法高一个数量级, 它的灵敏度高、精密度也高、简单快速, 是测定海盐中ppm级铁的一个好方法。

1) 表中消光值系以水作参比时测定值。