

Fe(III)-茜素红-PVPK-30体系分光光度法测定微量铁

Spectrophotometric Determination of Micro Iron in the System of Iron(III)-Alizarin Red-PVPK-30

唐宁莉

Tang Ningli

(桂林工学院材料与化学工程系 桂林市建干路1号 541004)

(Department of Material and Chemical Engineering, Guilin Institute of Technology,

12 Jangganlu, Guilin, Guangxi, 541004, China)

摘要 研究 pH值为 4.5 的 NH₄Ac-HAc 缓冲液中, 在表面活性剂 PV PK-30 存在下, 铁 (III) 与茜素红生成可溶性有色络合物的显色反应条件。络合物最大吸收波长在 600 nm, 表观摩尔吸光系数 $\epsilon_{600} = 2.93 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$, 铁的浓度在 0~1 mg/L 范围内符合比耳定律。把拟定的分析方法用于发样和水样中微量铁的测定, 获得满意结果。

关键词 Fe(III) 茜素红 聚乙烯吡咯啉酮 K-30 分光光度法

中图分类号 O657.3

Abstract A new spectrophotometric method has been developed for the determination of micro iron (III). In the presence of the polyvinyl pyrrolidone K-30 and pH value 4.5 NH₄Ac-HAc buffer solution, iron (III) reacted with alizarin red to form a color complex with a maximum absorption at 600 nm, Beer's law is obeyed in the concentration range of 0~1 mg/L, the apparent molar absorption coefficient is $2.93 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$. The method has been applied to the determination of iron (III) in water and hair samples with satisfactory results.

Key words iron (III), alizarin red, polyvinyl pyrrolidone K-30, spectrophotometry

铁在地壳中含量丰富, 分布广泛。铁又是人体中不可缺少的微量元素之一, 在食品、医药、卫生等方面对其含量及测定均有严格要求, 因此, 对铁的测定方法研究有着重要意义。铁的光度法测定常用磺基水杨酸法或邻二氮菲法, 但方法的灵敏度较低。近年来, 随着表面活性剂在分析体系中的应用, 使测定的灵敏度大大提高, 如何斌^[1]在 Fe(III)-SCN 体系中加入吐温-80, ϵ 可提高到 $2.36 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$; 郭航鸣等^[2]在 Fe(III)-5-Br-PADAP 体系中加入 CTMAB, ϵ 可提高到 $3.1 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

茜素红是一种碱性染色剂, 一般可作为铝的定性鉴别试剂, 可用于钨、钼等测定, 但用于铁的测定仅见文献 [3] 报道。作者通过实验发现, 在表面活性剂聚乙烯吡咯啉酮 K-30 (PV PK-30) 存在下, Fe(III) 与茜素红可生成稳定的络合物, 体系试剂简单, 线性范围比文献 [3] 宽, 灵敏度比文献 [3] 高, 且

稳定时间长, 可用于水样和发样中铁的测定。

1 实验部分

1.1 主要试剂与仪器

铁标准溶液: 准确称取 0.8634 g 铁铵矾 (NH₄Fe(SO₄)₂ · 12H₂O) 于烧杯中, 加入 2.0 ml 6 mol/L HCl 溶液和少量水, 溶解后, 转移至 1 L 容量瓶中, 用水定容, 得含铁 (III) 100 mg/L 的储备液, 临用时以蒸馏水稀释成 10 mg/L 的工作液; pH 值 4.5 的 NH₄Ac-HAc 缓冲溶液: 称取 NH₄Ac 77 g 溶于 200 ml 水中, 并加冰醋酸 59 ml, 稀释至 1 L; PV PK-30 1% 水溶液; 茜素红 (MR): 0.05% 水溶液; NH₄F 10% 水溶液。722 型光栅分光光度计 (上海第三分析仪器厂) 以上所用试剂均为分析纯, 所用水为一次蒸馏水。

1.2 实验方法

移取 1.0 ml 10 mg/L 铁标准溶液于 25 ml 比色管中, 加入 4.0 ml pH 值 4.5 的 NH₄Ac-HAc 缓冲液,

2.0 ml 1% PV PK-30及 2.0 ml 0.05% 茜素红, 用蒸馏水稀释至刻度并摇匀; 同时配制试剂空白, 放置 10 min后, 在波长 600 nm处, 用 1 cm比色皿以试剂空白为参比测定络合物的吸光度 A

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

不同体系的吸收光谱见图 1 由图 1可知, 铁(III)与茜素红络合物的最大吸收波长为 570nm, 吸光度为 0.093; 加入表面活性剂 PV PK-30后, 最大吸收波长红移至 600 nm, 吸光度增至 0.246 由此可见, PV PK-30对本体系有明显的增敏作用 本实验选择 600 nm为测定波长

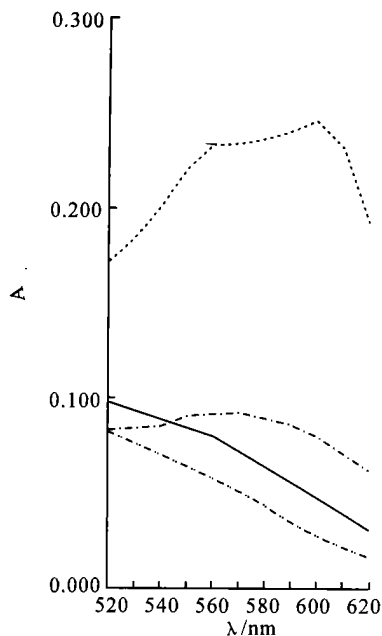


图 1 吸收光谱

Fig. 1 Absorption spectra

—: MR+ PV PK-30 (水为参比, water as CK); - - -: Fe(III) + MR+ PV PK-30 (试剂空白为参比, Reagent blank as CK); ····: MR (水为参比, water as CK); - · - ·: Fe(III) + MR (试剂空白为参比, Reagent blank as CK)

2.2 最佳条件选择

2.2.1 介质与酸度的影响

实验结果表明, 铁(III)与茜素红生成有色络合物的反应只能在 $\text{NH}_4\text{Ac-HAc}$ 缓冲溶液中进行, 当 $\text{NH}_4\text{Ac-HAc}$ 缓冲溶液的 pH 值小于 4.5 时, 试液的吸光度随 pH 值的增大而增大, pH 值大于 4.5 时, 试液的吸光度随 pH 值的增大而减小, pH 值等于 4.5 时吸光度值最大, 故选择 pH=4.5 的 $\text{NH}_4\text{Ac-HAc}$ 为反应介质

当 pH 值为 4.5 的 $\text{NH}_4\text{Ac-HAc}$ 缓冲液用量在 2.5 ~ 5.0 ml 时, 体系的吸光度值最大且很稳定 本实验

选用 4.0 ml

2.2.2 表面活性剂的影响

试验不同表面活性剂: 乳化剂 OP Tween80 CPB 阿拉伯树胶、CTM AB 聚乙烯醇、PV PK-30 聚乙二醇及它们的混合物对显色体系的影响 结果表明, PV PK-30对本体系的增敏效果最好, 因此, 本体系选用 PV PK-30作增敏增稳剂 当 PV PK-30在 1.0 ~ 1.5 ml 间, 体系吸光度随其用量增加而增大; 而当用量在 1.5~ 3.0 ml 时吸光度较大且很稳定, 故 PV PK-30选用 2.0 ml

2.2.3 显色剂用量的影响

当茜素红的用量为 0.5~ 2.0 ml 时, 络合物的吸光度随茜素红用量增加而逐渐增大, 在 2.0~ 2.5 ml 时, 吸光度值最大且稳定 故选用 2.0 ml 的茜素红溶液

2.3 体系的稳定性

由实验可知, 络合物在 10 min 内显色完全, 并可稳定 20 h

2.4 标准曲线

在选定的最佳条件下, Fe(III) 在 0~ 1 mg/L 范围内符合比耳定律 标准曲线的回归方程为:

$$A = 0.150 + 0.525C \text{ (mg/L)}, r = 0.9991$$

由标准曲线回归方程的斜率计算得表观摩尔吸光系数为: $\epsilon_{600} = 2.93 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$

2.5 共存离子的影响

在 25 ml 溶液中, 测定 $10 \mu\text{g}$ Fe(III), 当相对误差 $\leq \pm 5\%$ 时, 下列倍数的离子不干扰测定: PO_4^{3-} (1000); Na^+ (900); K^+ (520); SO_4^{2-} 、 NO_2^- (200); Ni^{2+} 、 Mg^{2+} (150); NO_3^- 、 Zn^{2+} 、 F^- 、 I^- (100); Br^- (90); Cd^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Co^{2+} (80); Ca^{2+} 、 As^{3+} (20); Cr^{3+} 、 Pd^{2+} (5); Mo^{6+} 、 Sb^{3+} 、 Al^{3+} (1) Al^{3+} 、 Sb^{3+} 、 Mo^{6+} 等离子干扰较大, 可加 10% NH_4F 掩蔽消除 0.5 ml 10% NH_4F 可掩蔽 10 mg Al^{3+} 、0.5 mg Sb^{3+} 、0.5 mg Mo^{6+} 和 1.0 mg Ca^{2+}

3 样品分析

3.1 头发中铁含量的测定

取一定量发样用洗发精洗净, 并用蒸馏水反复冲洗几次, 置 70°C 烘箱中烘干 (约 1.5 h), 将发样剪碎并称取 2.000 g 置于瓷坩埚中, 于电炉上低温碳化, 再放入高温电炉中 (500°C 左右) 灰化 3~ 4 h, 坩埚中残渣呈灰白色, 冷却取出, 加 6 mol/L H_2SO_4 溶解, 用水定容至 100 ml 取此溶液 2 ml 于 25 ml 比色管

(下转第 295 页 Continue from page 295)

参考文献

- 1 刘全稳,赵金洲,陈景山.地球动力与运动.北京:地质出版社,2001.46.
- 2 刘全稳,陈景山,沈守文.大气海洋油气质点受力分析.成都理工学院学报,2000,27(3):268~275.
- 3 刘全稳,陈景山,沈守文等.海流的形成演化与作用力定义.成都理工学院学报,2000,27(4):352~358.
- 4 刘全稳,陈景山,赵金洲等.地球的强中纬力.新疆石油地质,2001,22(2):167~171.
- 5 刘全稳,赵金洲,陈景山.地球原动力.北京:地质出版社,2001.
- 6 刘全稳,陈景山,沈守文.初论地质气候与地球胀缩.新疆石油地质,2000,21(5):424~427.

(责任编辑:黎贞崇 邓大玉)

过2号点,这时,虽然板块A仍在黄道面下,但此时却已经进入北半球,地球自转携带板块A转到3号点,这时虽然板块在南半球强中纬力作用下运抵北半球的纬度没变,但却已经穿切黄道面到达了黄道面上,在自转状态下,板块A到达4号点,进入了北半球的固定强中纬力作用线,在固定力作用下,板块A沿着固定轨迹前进到达5号点.此时,板块A已完全离开了南半球进入北半球并受北半球的作用力系统的控制.

4 结束语

通过本文分析可知,板块运动伴随着纬度的变化,强中纬力的主要控制因素为地球的黄纬,板块在强中纬力的作用下发生黄纬的改变,即可映射成地球纬度的改变.至于其他作用力对板块的控制作用,有待于进一步研究探讨.

(上接第283页 Continue on page 283)

中,加2%对硝基酚指示剂,用稀NaOH调至中性后,加0.5ml10%NH₄F,按实验方法测定并做加标回收,结果见表1

表1 样品分析结果

Table 1 Analytical results of samples

样品 Sample	单次测定值 Single test (μg)	平均值 Average (μg)	加标量 Addition (μg)	加标测得值 Total (μg)	样品含铁量 Content ($\mu\text{g L}^{-1}$)	回收率 Recovery (%)
发样 Hair	1.71	1.76	1.00	2.67	42.75	97
	1.81		1.00	2.71	45.25	98
	1.76		1.00	2.67	44.00	97
井水 Well water	1.05	1.08	1.00	2.14	52.5	103
	1.10		1.00	2.05	55.0	99
	1.10		1.00	2.00	55.0	96
东江水 Dong- Jiang water	1.19	1.22	1.00	2.24	59.5	101
	1.28		1.00	2.28	64.0	103
	1.19		1.00	2.18	59.5	98

3.2 水样中铁含量分析

分别取井水和东江水各500ml于干净的500ml

烧杯中,分别加入1.0ml1.0mol/LH₂SO₄,5ml30%过氧化氢,加热浓缩到40ml左右(约1h),冷却后定容至50ml

各取此浓缩后水样2.0ml于25ml比色管中,按上法测定吸光度并做加标回收,结果见表1

从表可以看出,拟定的分析方法用于发样和水样中微量铁的测定,获得满意的结果

参考文献

- 1 何斌.Fe(III)-硫氰酸钾-吐温-80分光光度法测定茶叶中微量铁.茶叶,1996,22(4):34~35.
- 2 郭航鸣,叶素芳.CTMAB-5-Br-PADAP分光光度法测定微量铁.光谱实验室,2001,18(4):506~509.
- 3 周坚勇.在CTMAB及 α,α 联吡啶存在下茜素红与铁显色反应的研究.分析实验室,1995,14(1):80~81.

(责任编辑:邓大玉)