

催化分光光度法测定化工产品中微量铁

刘立行¹, 刘旭昆²

(1 辽宁石油化工大学 应用化学系, 辽宁 抚顺 113001;

2 抚顺乙烯化工厂 聚乙烯车间, 辽宁 抚顺 113004)

[摘要] 在稀硫酸介质中, Fe^{3+} 能催化过氧化氢氧化中性红使其褪色, 据此建立了测定明胶、环氧树脂及甲苯二胺中微量铁的催化分光光度法。对测定条件进行了考察。方法的选择性高, 不必进行萃取分离干扰离子或加掩蔽剂, 可直接测定。线性范围 $0 \sim 1.2 \mu\text{g}/25\text{mL}$, 线性回归方程式为 $\Delta A = 0.35C + 0.005$ 人工合成样品回收率为 99.5%, 样品测定结果的相对标准偏差小于 4.1%, 加标回收率为 96.8% ~ 102.8%。摩尔吸收系数 $\varepsilon_{525\text{nm}} = 4.9 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

[关键词] 催化分光光度法, 明胶, 环氧树脂, 甲苯二胺, 铁

[中图分类号] O657.32 [文献标识码] B [文章编号] 1672-1292(2005)04-0072-02

Determination of Trace Iron in Chemical Products by Catalytic Spectrophotometry

LIU Lihang¹, LIU Xukun²

(1. Department of Applied Chemistry, Liaoning University of Petroleum and Chemical Technology, Liaoning Fushun 113001, China

2 Workshop of Polyethylene, Fushun Ethylene Chemical Plant, Liaoning Fushun 113004, China)

Abstract The method is based the principle that Fe^{3+} catalyzes the decolorizing reaction resulting from the oxidation of neutral red by hydrogen peroxide in dilute H_2SO_4 medium. On the basis of this principle, a catalytic spectrophotometry for determination of trace iron in gelatin, epoxy resin and toluene diamine has been developed. The determining conditions of this method were studied. The selectivity of this method is high and iron in samples is directly determined to have not need extraction and separation from interference ions or adding masking agent. The linear range is $0 \sim 1.2 \mu\text{g}/25\text{mL}$. The regression equation is $\Delta A = 0.35C + 0.005$. The recovery of synthetic sample is 99.5%. RSD's of determination results for samples are less than 4.1%. The recoveries of samples with standard addition are 96.8% ~ 102.8%. The molar absorptivity is $4.9 \times 10^5 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$.

Key words catalytic spectrophotometry, gelatin, epoxy resin, toluene diamine, iron

明胶是感光工业的基本原材料之一, 其金属元素含量对感光材料的感光性能有重大影响, 文献[1]用火焰原子吸收法测定了明胶中的铁、铜。在环氧树脂的合成及加工过程中, 混入的金属杂质严重影响胶化时间及树脂的导电性能, 文献[2]用磺基水杨酸分光光度法测定了其中的铁, 方法干扰严重。甲苯二胺是合成二乙基甲苯二胺的重要原料, 混入其中的金属杂质对合成反应有抑制作用, 影响合成产率, 文献[3]用火焰原子吸收法测定了其中的铁、铜和镍。火焰原子吸收法及磺基水杨酸分光光度法测定的铁灵敏度低, 处理的样品量大, 费时。催化分光光度法是提高测定灵敏度的一条重要途

径。本文选用 Fe^{3+} -过氧化氢-中性红体系^[4]成功地测定了以上 3 种化工产品中的微量铁。该方法的突出特点是灵敏度及选择性极高, 不需分离或加掩蔽剂消除干扰, 方法简便。本文为这 3 种化工产品中微量铁的测定方法提供了一条新途径。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

仪器: 7221 型分光光度计 (上海分析仪器厂)。

试剂: 铁标准储备溶液: 0.1 mg/L , 按常规方法用硫酸铁铵配制, 工作溶液浓度为 1 mg/L ; 中性红溶液 (质量分数 60% 乙醇溶液): 0.001 mol/L ; 30

收稿日期: 2005-04-01

作者简介: 刘立行 (1938-), 教授, 主要从事仪器分析教学及分析方法研究。E-mail: LiuLihang@tom.com

% (质量分数)过氧化氢; 硫酸溶液: 0.01mol/L 所用试剂为分析纯, 实验用水为二次去离子水.

1.2 实验方法

取 2 支 25 mL 比色管, 加入中性红溶液 1.6 mL、硫酸溶液 2.2 mL、过氧化氢 1.2 mL, 在其中 1 支比色管中加入适量 Fe^{3+} , 例如 0.5 μg 均用水定容, 摇匀, 同时放入 $100 \pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水浴中, 计时, 加热 15min 取出, 以流水冷却 3min 以二次去离子水为参比, 用 1 cm 比色皿, 在 525 nm 波长下分别测定样品溶液及试剂空白溶液的吸光度 A 及 A_0 , 计算 $\Delta A = A_0 - A$ 值.

1.3 样品处理方法

准确称取样品 0.2 g 左右 8 份于瓷坩埚中, 对甲苯二胺样品需加浓硫酸 10 滴, 炭化, 转入高温炉中, 在 $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灰化约 2 h 加入硝酸溶液 (1+1) 3 mL, 低温加热溶解灰分并蒸发至近干, 转入 25 mL 容量瓶中, 定容. 吸取此溶液 2.00 mL 按实验方法操作. 同时配制空白溶液.

2 结果与讨论

2.1 最佳测定条件的选择

2.1.1 测定波长

按实验方法操作, 在 420~ 800 nm 波长范围内测定吸光度, 绘制吸收光谱曲线, 最大吸收波长为 525 nm, 选择此波长为测定波长.

2.1.2 恒温温度及恒温时间

按实验方法操作, 仅改变恒温温度, $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下 ΔA 值极小, $90\sim 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ΔA 值迅速上升, 并在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 处 ΔA 值达最大, 选定恒温温度 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$. 恒温时间在 12~ 15min, ΔA 值最大且稳定, 选定恒温时间

13min

2.1.3 试剂用量考察

按实验方法操作, 分别改变各种试剂用量, 所测结果见表 1

表 1 试剂用量

试剂	加入量	ΔA 值稳定区试剂用量	选用试剂用量
硫酸溶液	0.3~ 2.4	2.1~ 2.4	2.2
中性红溶液	0.5~ 1.8	1.0~ 1.8	1.6
过氧化氢	0.3~ 2.4	0.9~ 1.5	1.2

2.2 线性范围及工作曲线

取标准铁 0~ 2.00 μg 于 13 个 25 mL 比色管中, 按实验方法配制成宽浓度范围的标准溶液, 绘制 ΔA 值—浓度曲线, 其线性范围为 $0\sim 1.2\text{ }\mu\text{g}/25\text{ mL}$ 线性回归方程式为 $\Delta A = 0.35C + 0.005$ 相关系数 $r = 0.9995$ 式中 C 以 $\mu\text{g}/25\text{ mL}$ 表示. 由回归方程式的斜率所换算的摩尔吸收系数 $\varepsilon_{525\text{ nm}} = 4.9 \times 10^5\text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$.

2.3 人工合成样品分析

依据样品通常可能含有的元素, 并将共存元素的含量适当加大, 配制成人工合成样品, 其组成 ($\mu\text{g}/\text{mL}$) 为: Fe^{3+} 1, Cu^{2+} 2, Al^{3+} 3, Ca^{2+} 50, Mg^{2+} 40, Ni^{2+} 2, Zn^{2+} 2, Co^{2+} 5, Pb^{2+} 2, Mn^{2+} 3, Cd^{2+} 1. 吸取人工合成样品溶液 0.50 mL 按实验方法操作, 6 次测定的回收率 (%) 为 101.7, 98.8, 100.6, 101.6, 96.8, 97.4 平均 99.5. 这表明, 共存元素对铁的测定无干扰, 不必进行萃取分离或加掩蔽剂.

2.4 样品分析

样品分析按样品处理方法及实验方法操作, 测定结果见表 2 RSD 小于 4.1%, 单次加标回收率为 96.8% ~ 102.8%. 结果良好.

表 2 测定结果

样品	测得值 / ($\mu\text{g/g}$)						平均值 / ($\mu\text{g/g}$)	RSD / %	回收率 / %				平均回收率 / %		
明胶	11.8	12.3	11.8	13.1	12.7	12.5	12.4	4.1	98.0	97.8	99.6	102.8	100.2	101.4	100.0
环氧树脂	8.0	8.5	8.7	8.5	8.7	8.2	8.4	3.4	96.8	98.8	98.5	99.6	99.6	101.7	99.2
甲苯二胺	15.2	15.4	16.0	15.8	15.4	15.7	15.6	1.9	97.7	97.7	99.9	100.4	100.8	102.6	99.9

[参考文献]

[1] 陈树榆, 张敏, 林淑钦, 等. 流动注射在线萃取—火焰原子吸收光谱法测定明胶中微量 Fe 和 Cu [J]. 光谱学与光谱分析, 1995, 15(4): 85~ 90
[2] 叶美君. 环氧树脂中微量铁的测定 [J]. 化学世界, 1992, 33(9): 412~ 414

[3] 王三友. 原子吸收法测定甲苯二胺中铜、铁、镍含量 [J]. 黎明化工, 1997(2): 38~ 39
[4] 曹永林, 陈恕华. 催化褪色光度法测定痕量铁—Fe (III)—中性红— H_2O_2 体系 [J]. 理化检验—化学分册, 1989, 25(1): 45~ 46

[责任编辑: 严海琳]