

文章编号:1674-2869(2011)07-0034-02

二苯胺磺酸钠光度法测定 Fe(III)

陈晓红,徐 玲

(内蒙古民族大学 化学化工学院, 内蒙古 通辽 028043)

摘 要:研究了 Fe(III)与二苯胺磺酸钠的显色反应,建立了测定 Fe(III)的光度分析方法. 该法测定线性范围为 $0 \sim 7 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$,检出限为 $0.2 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$. 用于水样中 Fe(III)的测定,回收率在 $109.0\% \sim 101.0\%$,相对标准偏差小于 5% ,结果较满意.

关键词:分光光度法; Fe(III); 二苯胺磺酸钠

中图分类号: O657.31

文献标识码: A

doi: 10.3969/j.issn.1674-2869.2011.07.010

0 引 言

铁是人体所必需的微量营养元素之一,是许多酶的重要组成成分,参与肌体内部氧的输送和组织呼吸过程,对有机体的新陈代谢有重要的调节作用. 人体代谢每天需要 $1 \sim 2 \text{ mg}$ 铁,但由于肌体对铁的吸收率低,每天需从食物中摄取 $60 \sim 100 \text{ mg}$ 的铁才能满足需要. 因此,对微量铁的测定具有重要的现实意义和应用价值. 通常微量铁的测定采用邻二氮菲光度法、磺基水杨酸光度法^[1-3]. 本研究对二苯胺磺酸钠与 Fe(III)的显色反应进行了光度法研究,发现其产物在 400 nm 处具有特征吸收,提出了选择性较高的测定 Fe(III)的实验方法,并用于水样中微量 Fe(III)的测定,其回收率在 $109.0\% \sim 101.0\%$ 之间,结果较满意.

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

722 型可见分光光度计(上海精密科学仪器有限公司);FA2104 电子分析天平(上海恒平科学仪器有限公司);TB-85 恒温槽(日本岛津); $0.100 0 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 铁标准溶液; $2.0 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 二苯胺磺酸钠溶液; $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 H_2SO_4 水溶液;所用试剂均为分析纯以上,水为二次蒸馏水.

1.2 实验方法

用吸量管吸取 2.00 mL $0.100 0 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 铁标准溶液于 10 mL 比色管中,加入 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ H_2SO_4 溶液 2.0 mL , $2.0 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 二苯胺磺酸钠溶液 2.5 mL ,用水稀释至刻度,摇匀,放置 30 min

后,以水为参比,在 400 nm 波长处测定其吸光度 A ,在一定范围内,Fe(III)含量和吸光度符合朗伯—比尔定律,从而建立了测定铁的方法.

2 结果与讨论

2.1 吸收曲线

配制一系列不同浓度的铁标准溶液,按实验方法进行测定,在 $392 \sim 420 \text{ nm}$ 波长范围内分别测定吸光度,绘制吸收曲线,如图 1 所示. 从曲线上选择测定的适宜波长,即最大吸收波长为 400 nm .

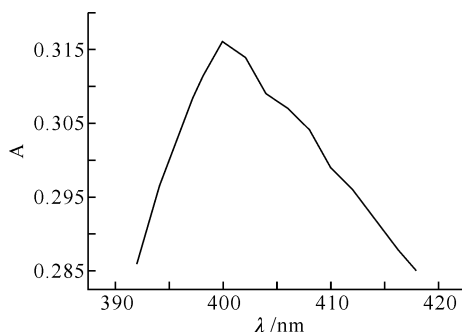


图 1 Fe(III)-二苯胺磺酸钠吸收光谱

Fig. 1 Absorption spectra of iron (III)-Diphenylamine sulfonate

2.2 试剂用量

按实验方法进行操作,分别改变试剂用量,结果表明二苯胺磺酸钠溶液和 H_2SO_4 溶液的用量分别在 $2.5 \sim 4.0 \text{ mL}$ 和 $1.5 \sim 2.5 \text{ mL}$ 范围内时 A 最大且基本恒定,本实验选用二苯胺磺酸钠溶液和 H_2SO_4 溶液用量分别为 2.5 和 2.0 mL .

2.3 反应时间

在确定最佳试剂用量条件下,改变反应时间进

收稿日期:2011-05-24

基金项目:内蒙古自治区高等学校科研项目(NJzy08084)

作者简介:陈晓红(1971-),女,汉族,内蒙古通辽人,副教授,硕士.研究方向:分析化学.

行实验,结果表明:反应时间在 25~40 min 内,A 最大且基本恒定,本实验选用的显色时间为 30 min.

2.4 工作曲线

取 8 个 10 mL 比色管,然后用吸量管依次分别加入 0.00,0.20,0.40,0.60,0.80,1.00,1.20,1.40 mL 的 0.100 0 g·L⁻¹铁标准溶液,再分别加入 2.0 g·L⁻¹二苯胺磺酸钠溶液 2.5 mL 和 0.1 mol·L⁻¹的 H₂SO₄ 水溶液 2.0 mL,用水稀释至刻度,摇匀,放置 30 min 后,在 400 nm 波长处测定各溶液的吸光度.结果表明,在 0~7 μg·mL⁻¹ 范围内 Fe(III) 浓度与吸光度呈良好的线性关系,其线性回归方程为 A=0.015C+0.089 (0.1 μg/mL),r=0.992 5.

2.5 精密度和检出限

在线性范围内选取 0.40 mL 的 0.100 0 g·L⁻¹铁标准溶液,按照实验方法平行测定 11 次标

准溶液和试剂空白的吸光度,测得结果相对标准偏差为 2.6%,按 3δ/S 法算出该方法的检出限为 0.21 μg·mL⁻¹.

2.6 共存离子的影响

铁的浓度为 4.0 μg·mL⁻¹ 时,相对误差控制在±5%内,5 倍的 Zn²⁺,250 倍的 Mg²⁺、Ni²⁺ 对测定有干扰,Pb²⁺,Na⁺ 对测定无干扰.

2.7 样品分析

分别取实验室自配未知试液(1#)、矿泉水(2#)按实验方法和邻二氮菲光度法进行对照测定,测定值 1 和回收率 1 为邻二氮菲光度法结果,测定值 2 和回收率 2 为本实验方法结果,所得结果分别列入表 1.

表 1 样品分析结果(n=3)

Table 1 Analytical results of samples

样品	测定平均值/ (μg·mL ⁻¹)	标准加入量/ mL	测定值 1/ (μg·mL ⁻¹)	回收率 1/ %	测定值 2/ (μg·mL ⁻¹)	回收率 2/ %	相对标准偏差/ %
1#	1.132	0.10	1.234	102.1	1.241	109.0	3.9
2#	0.924	0.10	1.024	99.8	1.025	101.0	2.3

3 结 语

由以上研究结果可知,本法可以实现对水样中 Fe(III)的测定.

参考文献:

[1] 陈海燕,乌云,萨仁图雅.分光光度法测定 Fe(Ⅲ)二

甲酚橙显色反应的研究[J]. 内蒙古师范大学学报,2004, 33(2):181-183.
[2] 孙雪花,柴红梅,马红燕,等. 光度法测定微量铁(Ⅲ)——基于其对溴甲酚绿与溴酸钾氧化褪色反应的催化作用[J]. 理化检验:化学分册,2009,45(3): 343-345.
[3] 武汉大学. 分析化学实验[M]. 4 版. 北京:高等教育出版社,2001:228-232.

Determination of iron (III) by diphenylamine sulfonate spectrophotometry

CHEN Xiao -hong , XU Ling

(College of Chemical Technology,Inner Mongolia University for Nationalities, Tongliao 028043,China)

Abstract: The article has researched the reaction of mixing iron (III) and diphenylamine sulfonate up. It has been found that absorbance of the production is in line with Beris law when the concentration of diphenylamine sulfonate varies from 0 ~ 7 μg·mL⁻¹. The minimum concentration detected is 0.21 μg·mL⁻¹. To determine the quantity of iron (Ⅲ) of the sample of water with this method, the recoverie is 109.0%—101.0% and the relative meansquare is less than 5%. The result is satisfying.

Key words: spectrophotometry; iron(Ⅲ); diphenylamine sulfonate

本文编辑:张瑞