

邻二氮菲测定铁基本条件试验的改进

曾彦飞

(生化系)

摘要:本文 $L_9(3^4)$ 正交表对邻二氮菲分光光度法测定铁的波长、显色剂、还原剂和PH调节的用量等基本条件进行优选。结果准确、方法高效、节约试剂、值得学生实验采用。

关键词:邻二氮菲 分光光度法 正交试验

邻二氮菲分光光度法测定微量铁仍为较好方法之一。本方法的选择性很高,其主要测试条件已研究得相当透彻。在PH2~9的溶液中,邻二氮菲与Fe(II)按3:1的摩尔比生成稳定的桔红色合物,其 $\lg K_{\text{稳}}$ 为21.3,最大吸收峰在508nm波长处,摩尔消光系数约 1.1×10^4 ,桑德尔灵敏度等于 $0.0050 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$ [1]。

在基础定量分析实验中,大都将该测定法用于学习分析条件的选择, [2~4]以培养学生的动手能力和科学研究能力。在实验的具体操作上,各实验教材均采用单因素条件试验,即简单比较法。但这种方法缺点甚多, [5]所找出的“条件点”往往距离“最佳值”较远,因而只在早期的文献中看到,目前已很少有人使用。 [6]我们尝试改用正交试验设计对邻二氮菲分光光度法测定铁的波长、显色剂、还原剂和PH调节剂等基本条件进行了优选。结果表明:此法不仅提高效率一倍以上,而且优选准确,操作简便,是一种很值得让学生了解和掌握的科学试验方法。

一、实验部分

1. 仪器与试剂

722型光栅分光光度计,四川仪表九厂。

10^{-3} 标准铁溶液(含0.5M HCl溶液),直接用 $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 配制;新制0.5%邻二氮菲水溶液;10%盐酸羟氨水溶液,临用时配制;1M醋酸钠水溶液、所用药品均为A.R级。

2. 实验方法

在已编号的9只50ml容量瓶中,各加入标准铁溶液2.00ml,再按表1中试验方案栏所列之量分别加入各种试剂,用蒸馏水稀释至刻度,在指定波长下,以相应的空白试液为参比,用1cm比色皿测定吸光度,将测得数据一并填入表中的实验果栏中。

表1 $L_9(3^4)$ 正交试验表

试 验 方 案					实验结果
试验号	波长 /nm	邻二氮菲 /ml	盐酸羟氨 /ml	醋酸钠 /ml	吸光度
1	503	2.0	2.0	10	0.432
2	503	1.5	1.0	20	0.395
3	503	1.0	3.0	15	0.378
4	508	1.0	2.0	20	0.464
5	508	2.0	1.0	15	0.458
6	508	1.5	3.0	10	0.447
7	513	1.5	2.0	15	0.413
8	513	1.0	1.0	10	0.382
9	513	2.0	3.0	20	0.429
K_1	1.205	1.255	1.309	1.288	$\sum_{i=1}^3 K_i = 3.798$
K_2	1.369	1.224	1.235	1.261	
K_3	1.224	1.319	1.254	1.249	
$K_1/3$	0.402	0.418	0.436	0.429	
$K_2/3$	0.456	0.408	0.412	0.420	
$K_3/3$	0.408	0.440	0.418	0.416	
极 差	0.054	0.032	0.024	0.013	

二、结果与讨论

从表1中的实验结果可以直接看出:4号试验的吸光度最高,即波长508nm、邻二氮菲1.0ml、盐酸羟氨2.0ml和醋酸钠20ml是比较好的实验条件。

进一步通过表中简单的计算还表明,在所选水平范围内,各因素对测试灵敏的影响由大到小排列依次是:波长、邻二氮菲、盐酸羟氨和醋酸钠。最优测试条件应该是以上诸因素最好水平的组合,这就是:波长508nm、邻二氮菲2.0ml、盐酸羟氨2.0ml和醋酸钠20ml。我们以该最优条件按本文方法再做验证实验,结果吸光度为0.466,的确已达最大。

由上可知,按本改进法进行此项实验,共只需配制容量瓶标准溶液20次,整个测定耗时不2h左右,而且对还原剂用量也进行了优选。然而,若按实验教材^[2-3]上老的方法,即使不选择还原剂盐酸羟氨的用量,每个学生也需配制容量瓶标准溶液达40次以上,加上测定和数据处理所花时间,一般耗时4-6h,而且浪费药品严重,测得吸光度经多次实验最高仅达0.432。显然,本试验改进方法可靠,结果准确、节省时间和药品,值得在学生实验中采用。

参考文献:

1. 武汉大学等五校,分析化学,北京:人民教育出版社,1978:41-42,377。
2. 武汉大学等三校,分析化学实验,北京:人民教育出版社,1978:106-109。
3. 成都科技大学,浙江大学,分析化学实验,北京:人民教育出版社,1982:147-152。
4. 复旦大学化学系,仪器分析实验,上海:复旦大学出版社,1986:14-13。