

分析测试

正交法确定吸收光谱法测定铁(Ⅱ) 的最佳条件

潘文澜

(广州大学土木工程学院, 广州, 510405)

摘要 针对用邻二氮菲吸收光谱法测定铁(Ⅱ)会受到多种因素的影响, 本文介绍用正交法试验设计来确定在文中所述的各种因素和实验条件下的最佳实验方案。得出 A₁B₁C₁D₂(即是波长为 500 nm, 邻二氮菲为 3.50 ml, 氢氧化钠为 0 ml, 显色时间为 20 分钟)为最佳测定条件, 影响实验的主要因素是邻二氮菲。

关键词 亚铁离子吸收光谱法, 正交法, 邻二氮菲

1 前言

亚铁和邻二氮菲能够生成稳定的橙红色络合物, 因此可以用比色和分光光度法来测定水溶液中铁的含量^[1]。本文讨论用吸收光谱法来进行铁的测定, 用这种方法测定时将受到多种因素的影响, 如: 最大吸收波长的影响, 当无干扰元素时, 应选择在溶液最大吸收波长处进行比色, 这样灵敏度最高; 显色剂用量的影响, 显色反应越完全, 吸光度值就越大, 吸光度出现稳定值, 有利于比色测定; 溶液酸度的影响, 酸度对显色反应影响很大, 当吸光度出现稳定值时, 吸光度最大, 得到了最适宜的酸度范围, 当 pH 值增加到一定程度时, 吸光度值将呈现出下降的趋势; 显色时间的影响, 当显色时间超过 1 h 时, 将观察到吸光度值下降的趋势, 这时就不利于比色测定; 还有显色温度的影响等等^[2]。除了可以使用平行实验法来寻找最优的实验方案^[3]以外, 还可以使用正交法。平行实验法是改变其中一项因素, 固定其它因素而进行的实验。正交法是一种安排多因素实验的数学方法, 正交法的显著特点, 是能在许多的试验条件下, 选出代表性强的少数试验条件, 并通过较少次的试验和计算分析, 较快找到优化方案^[4]。本实验设计是为了研究用邻二氮菲吸收光谱法测定铁时, 各种因素或实验条件对实验结果的影响, 是化学实验结果与数学统计结果相结合的一种方法。

2 实验方法

2.1 仪器和试剂

室温下用 6010 紫外可见分光光度计(惠普上海分析

仪器有限公司生产),

波长 $\lambda_{\text{max}} = 900\text{nm}$, $1\text{cm} \times 1\text{cm} \times 4.3\text{cm}$ 石英比色皿。

吸收光谱测定试剂均使用分析纯试剂; 药品的称量使用岛津电子分析天平, 最大称量 200g, 精度 0.1mg; 配制溶液使用容量瓶; 吸取溶液使用移液管。

溶液浓度分别是:

亚铁标准溶液	100 $\mu\text{g}/\text{ml}$
邻二氮菲水溶液	0.15%
盐酸羟胺	10.00%
氢氧化钠	0.10mol/l

2.2 因素水平表、实验方案与数据处理

2.2.1 因素水平表

参考已发表的文献^[1~3], 在 pH = 2~9 的溶液中, Fe²⁺与邻二氮菲生成稳定的橙红色络合物, 此络合物在静置 10 分钟后就可以进行测定, 在避光时可稳定半年, 它对波长 510nm 的绿色光吸收最多, 有一吸收高峰, 其摩尔吸光系数为 1.1×10^4 。因此, 确定吸光波长、邻二氮菲与氢氧化钠用量以及显色时间为本实验的四个因素, 分别取三个水平值, 参见表 1:

表 I 因素水平表

水平	因 素		
	A/nm	B/ml	C/ml
1	500	0.50	0
2	510	2.00	20.00
3	520	3.50	40.00
			D/min
			10
			20
			30

表1中A是波长;B是邻二氮菲;C是氢氧化钠;D是显色时间。

2.2.2 实验操作

吸取1.00ml亚铁标准溶液放入50ml比色管中,加入1.00ml盐酸羟胺,然后加入邻二氮菲和氢氧化钠,用去离子水稀释至50ml刻度,混匀。以不含亚铁的试剂溶液为空白,调吸光度值为0。配制好的溶液不避光,室温下进行测定。试验指标为测定的吸光值。评分标准:吸光度值大的分数高,吸光度值小的分数低,吸光度值最大的100分,其余的与其相比较。

2.2.3 数据处理

按表1选用 $L_9(3^4)$ 正交表,总共做9次实验(见表2)。实验的结果用直观分析法-极差分析法来进行评价。 K 是某一因素的某一水平值参与的几次试验的结果之和,这里是三次结果之和。 $k = Kn / \text{试验次数}$ 。极差 $R = k_{\max} - k_{\min}$ 。极差愈大,说明该因素对试验指标影响愈大,列为重要因素。极差愈小,则说明该因素对试验指标影响愈小,列为次要因素。由 k 值确定每个因素中哪个水平值为最好,最大值对应的水平为最佳水平。各因素的最佳水平值得出各因素的最佳组合。

2.2.4 正交表和实验结果见表2:

表2 吸收光谱法测定铁(Ⅱ)条件试验正交表及其结果

实验号	列 号				评分标准	
	A	B	C	D	吸光度	分数
1	1(500)	1(0.50)	3(40.00)	2(20)	0.177	43.6
2	2(510)	1(0.50)	1(0)	1(10)	0.197	48.5
3	3(520)	1(0.50)	2(20.00)	3(30)	0.236	58.1
4	1(500)	2(2.00)	2(20.00)	1(10)	0.368	90.6
5	2(510)	2(2.00)	3(40.00)	3(30)	0.199	49.0
6	3(520)	2(2.00)	1(0)	2(20)	0.383	94.3
7	1(500)	3(3.50)	1(0)	3(30)	0.406	100
8	2(510)	3(3.50)	2(20.00)	2(20)	0.356	87.7
9	3(520)	3(3.50)	3(40.00)	1(10)	0.268	66.0
K_1	234	150	243	205		
K_2	185	234	236	226		
K_3	218	254	159	207		
k_1	78.0	50.0	81.0	68.3		
k_2	61.7	78.0	78.7	75.3		
k_3	72.7	84.7	53.0	69.0		
R	16.3	34.7	28.0	7.00		

表2中的A,B,C,D与表1中的A,B,C,D意义和单位一致。

3 结果与讨论

实验结果的直观分析:由表2中知R值最大为34.7,对应B邻二氮菲,故本实验主要影响因素是邻二氮菲。由表2中知R值最小为7.00,对应D显色时间,故本实验次要影响因素是时间。

在这个实验里最佳实验条件: $A_1B_3C_1D_2$ (即是波长为500nm,邻二氮菲为3.50ml,氢氧化钠为0ml,显色时间为20分钟)。该最佳条件组合并未出现在正交表中。经验证,测得吸光值为0.410,确为最佳条件。

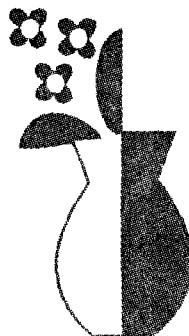
本实验方法设计是合理的,结果是客观的。但是,还可以继续设计组合数据,将实验做下去,直到找到更精确的条件为止。例如:在 A_1 附近设立一些数据,以5nm为距离,如:500nm,505nm,510nm。在 B_3 附近设立一些数据,如:1.50ml,2.50ml,3.50ml。在 C_1 附近设立一些数据,如:0ml,10.00ml,20.00ml。在 D_2 附近设立一些数据,如:10min,30min,1.0h。用正交法做试验易于分析各因素的主次效应,可以找到设计的实验范围内的最佳点。

参考文献

- 张世贤,王兆英,汤鸿宵.水分析化学[M].北京:中国建筑工业出版社.1988年11月:179~181,173~174
- 刘珍.化验员读本仪器分析[M].北京:化学工业出版社.1983年9月:119~123
- 黄君礼.水分析化学[M].第二版.北京:中国建筑工业出版社.1997年12月:327~332
- 吴亿申.应用统计学[M].北京:机械工业出版社.1986年11月:103~109
- 卫子光.化学实验设计与研究[M].天津:南开大学出版社.2000年

(2003年6月收稿)

作者简介 潘文澜,女,1966年生,化学实验师,主要从事化学实验的教学与研究。



Orthogonal Design to Search for the Best Experimental Conditions of Iron(II) Determination with Absorbance

Pan Wenlan

(School of Civil Engineering, Guangzhou University, GuangZhou, 510405)

Abstract Aim at the use of 1, 10 - Phenanthroline ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$) complex absorption spectrum law mensuration iron (II), which can be affected by manifold factors, the present paper introduces the best experimental conditions determined by the orthogonal test design under the given experimental conditions discussed in this paper, which result in $A_1B_3C_1D_2$ (that is, wavelength is 500nm, 1, 10 - Phenanthroline complex is 3.50 ml, Sodium hydroxide is 0 ml, the time of colour displaying is 20 minutes and they are the best conditions.) Affecting the major factor of the experiment is 1, 10 - Phenanthroline complex.

Keywords iron (II) absorbance, orthogonal design, 1, 10 - Phenanthroline ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$) complex.

(上接第 49 页)

- 3 陈少华. 膜法 A/O 生物脱氮工艺处理炼油污水中型试验. (9) : 222 - 224
石油炼制与化工, 1999, 30 (2) : 38 ~ 41 ,
- 4 Dodd, J. R. Nitrate Reduction by Denitrifying Bacteria in Single-
and Two Stage Continuous Flow Reactors. WatRes, 1976, 9: 323 - 328 (2003 年 6 月收稿)
- 5 Stover, E. L. Effects of COD; NH₃ - N Ratio on a one - Stage
Nitrification Activated Sludge System. Water and Sewage Works, 1976, 作者简介 叶冬茹, 女, 1971 年 11 月生, 助理工程师,
现从事环境保护管理工作。

Discussion on the Inhibitor of NH₃ - N Nitration in Refinery Sewage

Ye Dongru

(FushaTown Environmental Protection Bureau, ZhongShang, 528434)

Abstract Various chemical substance, such as ammonia, oil, phenol and other organic matter, exist in refinery sewage. These chemical substance can influence the biochemical system wastewater. The inhibitory of nitration which may result in the low effect of nitrogen degradation in refinery sewage treating are discussed in detail. The impact test shows that NH₃ - N nitration is inhibited obviously when COD is more than 120 mg/l or phenol more than 2.0 mg/l or oil more than 7.0 mg/l or NH₃ - N more than 80 mg/l, the period to restore to normal condition will need 3 ~ 4 days or even longer.

Keywords refinery sewage, inhibitor, NH₃ - N, nitrifying bacteria

欢迎投稿、欢迎订阅