

# 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 $1.1 \times 10^5$ ,桑德尔灵敏度等于 $0.0050 \mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$ 。<sup>[1]</sup>

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,<sup>[2~4]</sup>以培养学生的动手能力和科学生产能力。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,<sup>[5]</sup>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。<sup>[6]</sup>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	
$K_2$	1.369	1.224	1.235	1.261	$\sum_{i=1}^3 K_i = 3.798$
$K_3$	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<sup>[2-3]</sup>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—18。