

# 薄层树脂相吸光光度法 测定水中铁的研究

闫永胜 王也 崔运成

傅承光

(四平师范学院化学系 四平 136000)

(河北大学理化中心 保定 071002)

## 摘 要

本文提出了薄层树脂相吸光光度法,并以 Fe(Ⅱ)-Phen 体系为例进行了应用,实测了几种天然水中铁含量,灵敏度高( $\epsilon=1.12 \times 10^6 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$ )。稳定性好,精密度理想(测定  $5 \mu\text{gFe}$  10 次,  $\text{RSD}\% = 3.2\%$ )。

关键词:薄层树脂相光度法,铁。

树脂相光度法(固相光度法),是一种将分离、富集、测定三者相结合的方法,它既简化了分析手续,又提高了方法的灵敏度和选择性<sup>[1-6]</sup>。在此基础上本实验采用薄层树脂相光度法,此法在灵敏度、选择性和简易性方面都优于传统的树脂相光度法。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器和试剂

721 分光光度计(四川分析仪器厂),PHS-3 型酸度计(北京分析仪器厂),LB-801 超级恒温槽(重应实验设备厂)。

铁标准溶液: $1 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。称取  $4.318 \text{ g NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ,加  $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HCl}$  10 mL 及少量去离子水,溶解后转移至 500 mL 容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,摇匀,得  $1 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1} \text{ Fe}(\text{Ⅲ})$  标准储备液。用时可稀释至任意浓度。1,10-二氮杂菲:0.15%。盐酸羟胺:10%。聚苯乙烯阳离子交换树脂:取 200 孔 732<sup>#</sup> 聚苯乙烯阳离子交换树脂,用 5% NaOH 溶液浸泡 24 h 后洗至中性,再用 10% 盐酸溶液浸泡 24 h 再洗至中性(以上试剂为分析纯,水为石英重蒸馏水),用红外灯(40℃)烘干备用。

### 1.2 实验方法

取含 Fe 约 20  $\mu\text{g}$  样品置于 100 mL 容量瓶中,加 1.0 mL 盐酸羟胺,1.5 mL Phen 和 5.0 mL NaAc( $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ )。转移至烧杯中,加 1.0000 g 树脂,在 60℃ 恒温槽中搅拌 5 min,抽滤后按下法测定。

### 1.3 薄层制作方法

在厚 1 mm 塑料板上开一  $2.5 \text{ cm} \times 0.5 \text{ cm}$  的窗口,将此模具放在  $1 \times 4 \text{ cm}$  石英玻璃片上,将“1.2”中处理的树脂转移至窗口中。将树脂刮平,移去模具,石英玻璃片上即附着一层 1.0 mm 厚的树脂薄层,晾干 30 min,放在比色架上测定吸光度。

## 2 结果与讨论

### 2.1 吸收光谱

按试验方法测定薄层树脂相和无树脂溶液吸收曲线,如图 1 所示,表明薄层树脂相光度法灵敏度明显提高。最大吸收波长 510nm。

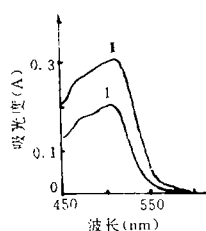


图 1 吸收曲线

I. Fe(Ⅲ)-Phen(水相含 Fe50 $\mu$ g),  
II. Fe(Ⅲ)-Phen-树脂(15 $\mu$ gFe)。

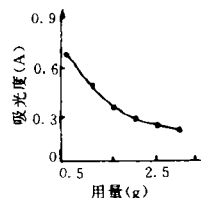


图 2 树脂用量

## 2.2 酸度影响

按试验方法调节不同 pH 条件下试验,表明 pH4.1~8.9 范围内吸光度恒定且最大。所以,本实验选择 pH=5 条件下测定。

## 2.3 显色剂用量影响

按试验方法选加不同量 1,10 二氮杂菲进行实验,结果表明,1,10 二氮杂菲在 0~1.2mL 范围内吸光度逐渐增大,然后恒定,所以本实验选加 1.5mL。

## 2.4 树脂用量影响

增加树脂用量时吸光度减小。对 20 $\mu$ g Fe,0.8g 最佳,所以本实验选择 1.000g(见图 2)。

## 2.5 薄层厚度影响

固定薄层长和宽,增加薄层厚度,吸光度增大,灵敏度提高,但太厚易脱落,本实验薄层厚度选择 1mm。

## 2.6 晾干时间影响

吸光度在 0~30min 内增加,超过 35min 吸光度下降,且出现孔隙,所以本实验选择晾干 30min。

## 2.7 温度和吸附时间影响

温度对树脂吸附速度影响很大,随温度升高,达到平衡时间大大缩短,试验表明 Fe(Ⅲ)-Phen 很稳定,75 $^{\circ}$ C 亦未分解,本实验采用 60 $^{\circ}$ C 吸附 5min。(如图 3)。

## 2.8 共存离子影响

按实验方法测定 5 $\mu$ gFe,以相对误差 $\leq 5\%$ 为不影响极限,下列离子加入量不影响测定。(以倍数计):Na<sup>+</sup>、K<sup>+</sup>(1000)、Ca<sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup>、Al<sup>3+</sup>、Mn<sup>2+</sup>、Zn<sup>2+</sup>(100)、Cu<sup>2+</sup>、Co<sup>2+</sup>、Ni、SiO<sub>3</sub><sup>2-</sup>、Br<sup>-</sup>、Cl<sup>-</sup>、F<sup>-</sup>(50)、V<sup>5+</sup>(10)。

## 2.9 检量线和精密度

按实验方法测定不同浓度铁样,用最小二乘法处理,得线性回归方程: $A = 0.0471C + 0.0007$ (C 为 $\times 0.04$

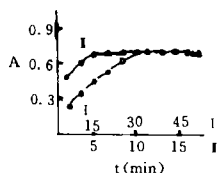


图 3 温度与加热时间

I. 25 $^{\circ}$ C., II. 60 $^{\circ}$ C.

$\mu\text{g/mL}$ )。相关系数  $\gamma=0.9997$ (6次),测定  $5\mu\text{g}$  铁样品(10次)的  $\text{RSD}\%=3.2\%$ ,表观摩尔吸光系数  $\epsilon=1.12\times 10^6 \text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$

## 2.10 样品测定

按试验方法测定了四平地区几种水样,结果见表1。加标回收实验结果见表2。

表1 水样含铁量测定结果( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )

水样	含铁量					平均值
1# 自来水	0.09	0.07	0.08	0.10	0.08	0.09
1# 井水	0.39	0.38	0.40	0.41	0.37	0.39

表2 加标回收试验

水样	含量( $\mu\text{g}$ )	加标量( $\mu\text{g}$ )	测得量( $\mu\text{g}$ )	回收率(%)
1#	0.09	0.10	0.20	110
2#	0.39	0.50	0.88	94.4

## 参 考 文 献

- 1 王锐. 分析试验室, 1982(1):64
- 2 闫永胜. 地质实验室, 1993, 9(1):21
- 3 杨泉生. 理化检验(化学分册), 1987, 23(4):196
- 4 田中孝. 分析化学(日), 1981, 30:131
- 5 吉村和久. ふんせき, 1986, 137(5):341
- 6 Yoshimura K, Waki H. Talanta, 1985, 32:345

(收稿日期:1994. 3. 10)

## Determination of Iron in Water by Thin-layer Resin Phase Spectrophotometry

Yan Yongsheng, Wang Ye, Cui Yuncheng

(Department of Chemistry, Siping Teacher's College, Siping 136000)

Fu Zhengguang

(Center of Physical and Chemical Analysis, Hebei University, Baoding, 071002)

### Abstract

Iron ions in natural water are pre-concentrated with thin-layer polystyrene cation exchange resin then these ions are converted into  $\text{Fe}(\text{I})$ -phenanthroline complex and determined spectrophotometrically. Irons in samples of natural water have been determined by this method with satisfactory sensitivity and precision.

**Keywords:** Thin-layer resin phase-spectrophotometry, Iron.