

使用 TU—1221 紫外可见分光光度计测定水中微量铁

王文忠

(西山煤电集团古交给排水公司中心化验室 山西古交市
中心污水处理厂化验室 030200)

摘 要 本文提出一种新的非有机溶剂萃取光度法测定水中微量铁。使其分离、富集、测定一次完成。与一般溶液光度法比,提高了测定选择性和灵敏度,与有机溶剂萃取光度法比,具有不挥发、无毒、廉价、操作简便等特点。

关键词 铁;富集;萃取光度法

铁是人体中必需的微量营养元素,一般成人体内含铁 4~5g,铁是组成人体血红蛋白的主要成分,血红蛋白能把氧运送到全身各组织中去,铁在天然水体中含量较低, Fe^{2+} 易水解,使水呈浅黄色或显浑浊,不仅影响感观(如使人觉得水不干净,且有铁腥味)而且影响造纸、漂洗、印染工业的使用,因为这种浅黄色常使纸张、纺织品出现黄色斑点而成为次品,因此对饮用水和工业用水的含铁量作了较严格要求的规定。

水体中铁的污染源主要是选矿、金属冶炼、机械加工、表面处理酸洗等过程中产生大量含铁废水而排入环境水体中。

水溶性高聚物在无机盐存在下可以分成两相,控制一定条件可以用来分离金属离子,把这种分离方法运用到测定金属离子的光度分析中,建立一种新的非有机溶剂萃取光度法使其分离、富集、测定一次完成。与一般溶液光度法比,提高了测定选择性和灵敏度,与有机溶剂萃取光度法比,具有不挥发、无毒、廉价、操作简便等特点。

本文研究了在聚乙二醇—硫酸铵—茜素 S 体系中非有机溶剂萃取光度法测定铁。在 pH 5.0 的乙酸—乙酸钠缓冲溶液中,铁与茜素 S 形成紫红色配合物,被萃取到高聚物相。

其配合物的最大吸收波长位于 580nm 处,摩尔吸光系数为 4.02×10^4 , $\text{Fe}(\text{III})$ 浓度在 0~1.5mg/L 范围内符合比尔定律,方法用于自来水中微量铁的测定,结果令人满意。

1 试验部分

1.1 仪器与试剂

TU—1221 紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司)

茜素 S 溶液: $2.78 \times 10^{-3} \text{mol/L}$

$\text{Fe}(\text{III})$ 标准溶液: 1mg/mL, 称取硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 8.634g, 用 0.1mol/L 硫酸溶解, 并定容于 1L 容量瓶中, 使用时将铁稀释成为 20 $\mu\text{g/mL}$ 的工作液

聚乙二醇—2000 (PEG) 溶液: 0.15mol/L

缓冲溶液: 分别配制 0.2mol/L 乙酸和乙酸钠溶液, 按比例混合, 用酸度计准确测定 pH 值。

所用试剂均为优级纯。

试验用水为二次去离子水。

1.2 试验方法

在 60mL 分液漏斗中, 依次加入缓冲溶液 4mL, 茜素 S 溶液 1mL, 一定量的金属

离子, PEG 溶液 10mL, 用水稀释至 20mL, 摇匀。再加入硫酸铵固体 4g, 振荡 3—5min 后, 静置。待两相分层清楚后, 弃去下层水相, 将萃取相放入刻度比色管中, 用水定容至 10.0mL。同时另取一分液漏斗不加金属离子, 按上述步骤, 得试剂空白萃取液, 以其做参比, 用 1cm 比色皿, 在 580nm 处测定配合物吸光度

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

按试验方法, 在不同波长下测量 PEG 相的茜素 S 及 Fe(Ⅲ)与茜素 S 配合物的吸收光谱。pH 5 时的吸收光谱见图 1。

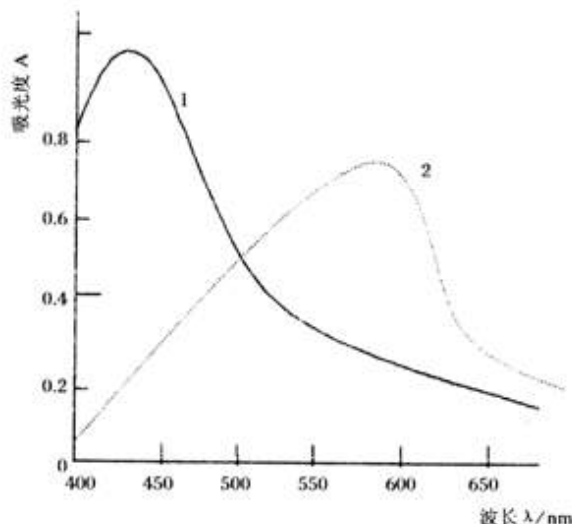


图 1 吸收光谱

曲线: 1. 试剂吸收曲线 (水作参比);
2. 配合物吸收曲线 (茜素 S 萃取液作参比)

试验结果表明, 试剂最大吸收波长为 420nm, 配合物最大吸收波长为 580nm, 参波长为 160nm, 且试剂及其配合物的最大吸收波长在 pH 4.0~6.0 范围内随溶液酸度改变而无变化, 本法选用测定波长为 580nm。

2.2 显色酸度的影响

按试验方法, 加入不同 pH 值缓冲溶液, 在不同酸度下, 分别测定溶液的吸光度, 结果表明 pH 在 4.5~6.0 范围内溶液

的吸光度最大且基本稳定, 选用 pH 5.0 的缓冲溶液, 缓冲溶液用量在 3.0~6.0mL 范围有稳定的最大吸光度, 故选用 4mL。

2.3 茜素 S 用量影响

按试验方法, 固定其它量, 仅改变茜素 S 加入量。试验表明, 茜素 S 用量在 0.75~1.5mL 范围配合物吸光度最大且基本稳定。本方法选用 1mL。

2.4 固体硫酸铵用量的影响

结果表明, 当硫酸铵用量少于 3.0g 时, 溶液不分层, 硫酸铵用量为 3.0—3.5g 时, 虽分层, 但分层慢, 且吸光度小, 说明萃取不完全, 硫酸铵用量在 3.8~5.0g 时, 分层好, 且吸光度最大, 硫酸铵用量在 5.0g 以上时, 下层水相浑浊, 由于盐效应配合物稳定性降低, 吸光度又变小, 故本法选用固体硫酸铵加入量为 4.0g。

2.5 配合物显色时间的影响

按试验方法, 所得配合物溶液显色迅速, 放置不同时间测定吸光度, 在 24h 内吸光度基本稳定。

2.6 工作曲线

按试验方法。改变 Fe(Ⅲ)的加入量测定并绘制工作曲线, 回归方程为 $A = 0.039C + 0.000012$ 。Fe 含量在 0~1.5mg/L 范围内符合比耳定律。配合物的表观摩尔吸光系数为 $4.02 \times 10^4 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$ 。

2.7 配合物组成的测定

用等摩尔连续变化法和摩尔比法测定 PEG 相中配合物的配合比, 配合物中 Fe(Ⅲ)与茜素 S 的配位比为 1:3。

2.8 样品分析

表 1 铁的测定及回收率试验(n=5)

样品	测定值 (mg/L)	加入量 (mg/L)	测得总量 (mg/L)	回收率 (%)	RSD (%)
自来水	0.064	0.1	0.162	98.8	2.5
1#废水	0.48	0.6	1.06	98.1	2.3
2#废水	0.56	0.8	1.38	101.5	1.9
3#废水	0.12	0.6	0.74	102.7	2.1

3 小结

由于采用非有机溶剂取代有机溶剂，降低了测定成本。具有不挥发、无毒、廉价、操作简便等特点。应用 TU—1221 紫外可见分光光度计测定水中微量铁，方法灵敏度高，选择性好。

参 考 文 献

- [1] 中国环境监测总站编，环境水质监测质量保证手册，第 2 版，北京：化学工业出版社，1994.
- [2] 水和废水监测分析方法编委会，水和废水监测分析方法，北京：中国环境科学出版社，1989.