

Ir(Ⅲ)-偶氮胂 DBM- KIO_4 催化分光光度法测定微量铈

刘锡林, 贾小菊, 张伏龙

(甘肃联合大学 理工学院, 甘肃 兰州 730010)

摘要: 在 H_2SO_4 介质中, 微量铈的存在对 KIO_4 -偶氮胂 DBM 的褪色反应有明显的催化作用, 探讨了该褪色反应的最佳条件及微量铈的测定方法, 检出限为 $0.1 \mu\text{g/mL}$, 铈含量在 $0.1 \sim 1.0 \mu\text{g/mL}$ 范围内符合比尔定律。

关键词: 铈; 偶氮胂 DBM; 高碘酸钾; 催化分光光度分析

中图分类号: O657.32

文献标识码: B

文章编号: 1006-3757(2004)04-0241-03

2-(2-肼酸基苯偶氮)-7-(2,6-二溴-4-甲基苯偶氮)-1,8-二羟基-3,6-萘二磺酸(偶氮胂 DBM)是分光光度法测定稀土元素的灵敏显色剂^[1], 做为偶氮胂型的不对称变色酸双偶氮试剂亦可用于痕量铂系元素的催化分光光度测定^[2]。作者发现, 在 H_2SO_4 介质中, 偶氮胂 DBM 和高碘酸钾在沸水浴中长时间加热亦无明显褪色现象, 而在微量铈(Ⅲ)存在时, 褪色反应 7 min 内完成, 且褪色程度与铈含量有良好的线性关系, 由此提出了微量铈的催化分光光度分析新方法。此法简便、灵敏度高, 检出限为 $0.1 \mu\text{g/mL}$, 铈含量在 $0.1 \sim 1.0 \mu\text{g/mL}$ 范围内线性关系良好。

1 实验部分

1.1 主要试剂和仪器

Ir(Ⅲ)标准溶液^[3]: 称取 0.2481 g 光谱纯水合氯铈酸铵 $(\text{NH}_4)_3\text{IrCl}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 以少量 2 mol/L HCl 溶解, 转入 100 mL 容量瓶中, 以 2 mol/L HCl 稀至刻度, 此为含铈 1.0 mg/mL 试液。使用时用水稀至 $0.1 \mu\text{g/mL}$ 。

偶氮胂 DBM: 配制 0.05% 水溶液(上海长科化学试剂厂)。

KIO_4 溶液: 0.01 mol/L。

H_2SO_4 溶液: 4.0 mol/L。

721 型可见分光光度计, 恒温水浴锅。

1.2 实验方法

准确移取铈标准溶液 0.5 mL 于 10 mL 比色管中, 加入 4 mol/L H_2SO_4 1.2 mL, 偶氮胂 DBM 0.5 mL, 摇匀, 加入 0.01 mol/L KIO_4 溶液 0.6 mL, 稀至刻度, 摇匀, 在沸水浴中加热 7 min, 取出立即在流动水中冷却至室温。同时进行空白实验, 然后在 540 nm 波长下, 用 1 cm 比色皿以蒸馏水作参比测定吸光度, 并计算其褪色度: $A = A_0 - A_i$ (A_0 为不含铈时的吸光度, A_i 为含一定铈时吸光度)。

2 结果与讨论

2.1 吸收曲线

按照实验方法绘制吸收曲线(图 1), 曲线与

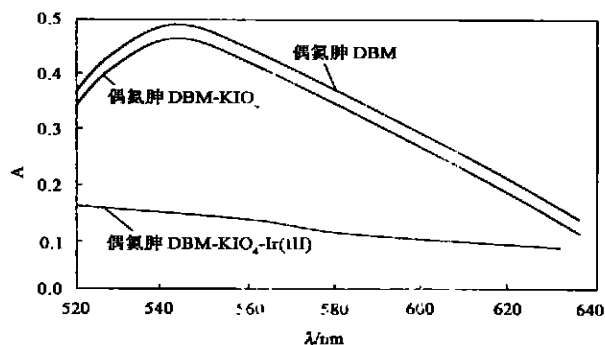


图 1 吸收曲线

Fig. 1 Absorption curve

曲线 完全相同,表明没有 Ir 存在时,褪色反应并不发生,曲线 表明微量 Ir 的催化作用使褪色反应进行完全.实验时选用在 $\lambda_{\max}$ 等于 540 nm 处测定,此处 A 值最大.

2.2 反应条件

2.2.1 H_2SO_4 用量

实验表明,4 mol/L H_2SO_4 用量在 1.0 ~ 1.4 mL 时, A 值最大而且恒定,本实验选用 1.2 mL, H_2SO_4 最终浓度为 0.48 mol/L.

2.2.2 显色剂用量

0.05 %偶氮胂 DBM 溶液在 0.4 ~ 0.7 mL 之间 A 值最大而且稳定,本方法选用 0.5 mL.

2.2.3 KIO_4 用量

0.01 mol/L KIO_4 溶液用量在 0.5 ~ 0.8 mL 之间, A 值最大且恒定,实验选用 0.6 mL.

2.2.4 加热时间及褪色反应的稳定性

实验表明,室温下反应几乎不进行,在沸水浴中加热 6 ~ 9 min 完成褪色反应,且 A 值恒定,本文选用加热 7 min.将反应混合物快速冷却至室温后,6 h 内吸光值不变.

2.2.5 外来离子的影响

实验条件下(Ir = 5 μg),相对误差在 $\pm 5\%$ 以内,下列离子不干扰测定的允许量为: Ni^{2+} 、 Ba^{2+} 10 mg;

Al^{3+} 8 mg; NH_4^+ 、 Hg^{2+} 6 mg; Na^+ 、 Cd^{2+} 5 mg; Sr^{2+} 2 mg; Cu^{2+} 、 Cd^{2+} 1 mg; Cr^{3+} 200 μg ; Ca^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Sn^{2+} 100 μg ; Fe^{3+} 、 Pd^{2+} 20 μg . Rh^{3+} 、 Os^{4+} 10 μg ; Ru^{3+} 5 μg 时对测定有影响.

2.3 样品中铱含量测定

2.3.1 标准曲线制作

准确移取 Ir()标准溶液 1 ~ 10 μg 于 10 mL 比色管中,按照实验方法作标准曲线,结果得出线性回归方程为 $A = 0.3156C + 0.0415$,相关系数为 $r = 0.9861$.表明 Ir 含量在 0.10 ~ 0.10 $\mu\text{g/mL}$ 范围内符合比尔定律,检出限为 0.1 $\mu\text{g/mL}$.

2.3.2 合成样的配制及测定

合成样 : 取 100 mL 容量瓶,准确移取 1.0 mg/mL Ir()标准溶液 0.3 mL,10 mg/mL Na^+ 、 Cd^{2+} 各 3 mL 用水稀释至刻度,该合成样中 Ir()为 3 $\mu\text{g/mL}$.取 1.0 mL 该样品于 10 mL 比色管中依实验方法测定 Ir()含量.

合成样 : 取 100 mL 容量瓶,准确移取 1.0 mg/mL Ir()标准溶液 0.4 mL,10 mg/mL Hg^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Al^{3+} 各 1.0 mL,用水稀释至刻度,该合成样中 Ir()为 4 $\mu\text{g/mL}$,取 1.0 mL 该样品于 10 mL 比色管中依实验方法测定 Ir()含量.

合成样中 Ir 的分析结果(表 1)表明该方法灵敏

表 1 合成样中 Ir 的分析结果

Table 1 Analytical results for composite Samples

	标准含量/ ($\mu\text{g/mL}$)	测定值/ ($\mu\text{g/mL}$)			平均值/ ($\mu\text{g/mL}$)	回收率/ %
合成样	0.30	0.32	0.31	0.30	0.298	99.3
		0.28	0.27	0.31		
合成样	0.40	0.43	0.41	0.40	0.412	103
		0.43	0.38	0.42		

度高,便捷快速,回收率在 99 % ~ 103 %之间.可用于微量铱的测定.

参考文献:

[1] 黎心懿,张华山,崔剑川.对甲基二溴偶氮胂的合成及其与稀土显色反应的研究[J].高等学校化学学

报,1988,9(7):661.

[2] 刘锡林,寇宗燕,李欣,等.不对称变色酸双偶氮试剂用于催化分光光度法测定痕量铂系元素的研究及应用[J].化学试剂,1997,19(5):294-297.

[3] 刘锡林,寇宗燕,陈兴国,等. Ir-KIO_4 -对乙酰基偶氮羧催化分光光度法测定微量铱[J].贵金属,1992,13(1),51-53.

Catalytic Spectrophotometric Determination of Ir() by Decolorizing Reaction with Ir()- KIO_4 -arsenazo-DBM

LIU Xi-lin, JIA Xiao-ju, ZHANG Fu-long

(Gansu Association University, Lanzhou 730010, China)

Abstract: A spectrophotometric method for the determination of Ir() on the oxidative fading arsenazo - DBM with KIO_4 in acid medium. the method offers the advantages of simplicity, rapidity, and sensitivity. Beer's Law is obeyed from 0.1 to 1.0 μg Ir/ml and the determination limits is 0.1 μg Ir/ml. The catalytic Reaction occurs in water phase.

Key words: Iridium; arsenazo-DBM; potassium periodate ruthenium; catalytic spectrophotometry

Classifying number: O657.32

《分析测试技术与仪器》征稿简章

1 文稿要求

- 1.1 题目简洁、明白,并附英文题名及汉语拼音的作者姓名。
- 1.2 数据可靠,论点清楚、准确,字迹工整,文字流畅,16开稿纸打字,一式两份(含原稿一份)。
- 1.3 英文及汉语拼音一律用打字机打印或印刷体书写。英文摘要在16开纸上隔行打印。
- 1.4 文中实验部分,应对使用的仪器型号、生产厂、测试条件和精度、数据的有效值位数、所用试剂的纯度以及实验注意事项等加以说明,能足以使他人重复实验结果。
- 1.5 只选最必须的图、表和照片,插图务必用炭素墨水精绘于图纸上,线条要均匀,不可涂改,污损或着色。在图的背面用铅笔轻述书写图号,正文留出位置,下注中英文图题。表格宽度不得超过34个印刷字符的位置。
- 1.6 结构式不得夹杂于行文中,缩写在第一次出现时均予以注明。
- 1.7 容易混淆的拉丁字母、希腊字母、大小写英文字母,数字0和字母O都要用铅笔加以旁注。
- 1.8 计量单位使用“中华人民共和国国家标准”(GB 3100~3102-93)。
- 1.9 参考文献未经发表的请勿引用。
- 1.9.1 期刊的书写格式及标点 作者姓名. 文题名. 刊名, 出版年份, 卷号(期号): 所援引部分或论文的起止页(参照 GB 7714-87)。

中文例:

凌凤香,樊立民,陈立仁,俞惟乐. 用硅质二醇固定相测定化学驱油体系中聚丙烯酰胺. 分析测试技术与仪器, 1996, 2(1): 9~13.

外文例:

Jungbauer A. Preparative chromatography of biomolecules. J. Chromatogr., 1993, 639(1): 3~16.

1.9.2 图书的书写格式及标点符号 著者姓名. 书名. 版本(第一版不著录). 出版地: 出版者, 出版年. 起止页码.

中文例:

竺可桢. 物候学. 北京: 科学出版社, 1973. 1~3.

外文例:

Sanderson R T. Chemical bond and bond energies. New York: Academic Press, 1976. 23~30.

1.9.3 参考文献作者不超过3人全部列出,多于3人时一般只列前3人,后加“等”或“et al”,必要时也可全部列出。姓名采用姓前名后的形式,作者之间不用“和”字。

1.10 文稿所述研究课题为国家自然科学基金项目或其他重要基金项目,请注明。

2 投稿手续

2.1 国内稿件须经本单位保密审查并附有单位介绍信,国外稿件按国际惯例应有投稿人签字。

2.2 作者为两人以上,请指定通讯联系人(在姓名右上角加*号),并写清楚通讯地址、邮编。

2.3 请给出第一作者的简介。主要内容为:姓名,性别,年龄,学历(或职称、职位),主要从事的研究领域或主要从事的工作。

2.4 一稿不能两投,每篇稿件收注册费60元。

3 稿件处理

3.1 编辑部一经收到来稿,将及时函告作者,不接受的会尽快退还本人。

3.2 需要修改的稿件,将由编辑部抄送审查意见请作者修改。修改稿应附有对审查意见的逐点说明,以便复审。

3.3 编辑部根据审稿原则,有权对稿件作必要的修改和删减。

3.4 稿件经编辑加工定稿后便不得更改,作者在收到印刷清样后,仔细校订后快件寄回编辑部。

3.5 来稿一经发表,即按规定寄付稿酬,并赠送该期期刊两份。

3.6 要求作者提供修改稿软盘,用以下编辑及排版软件:中文Word、北大方正书版。若用其它排版软件,请转换成纯文本格式。

来稿请寄:《分析测试技术与仪器》编辑部,地址:甘肃省兰州市天水中路18号,E-mail:FXCS@lzb.ac.cn,邮政编码:730000。