

铁嗒吸光光度法 选择性测定纯铝及铝合金中铁

鄢国强

(上海材料研究所)

纯铝及铝合金中铁的测定,一般采用邻菲罗啉吸光光度法,但由于铁(Ⅱ)与邻菲罗啉反应速率慢,特别是在气温低及有酒石酸、柠檬酸等络合剂存在时,常常需要放置15~60分钟。

近年来,3-(2-吡啶)-5,6-双(4-苯磺酸)-1,2,4-三嗪(Ferrozine,俗称铁嗒)已广泛用于生物试样,饮用水、河口区沉积物和悬浮颗粒中微量铁的吸光光度法测定,但应用于纯金属或合金中铁的测定似尚未见报道。本文系统地研究了铁嗒吸光光度法测定纯铝及铝合金中铁的显色条件及共存离子的影响。在pH4.7的乙酸-乙酸钠缓冲介质中,配合物于562nm附近呈最大吸收,摩尔吸光系数为 2.92×10^4 ,铁量在0~40 $\mu\text{g}/25\text{ml}$ 范围内服从比尔定律,常见共存离子不干扰测定,铜(Ⅱ)的干扰用硫脲掩蔽。操作简便快速,易于掌握和推广,方法的准确度与精密度均较好。

主要仪器及试剂: 上分7211型分光光度计;铁嗒溶液,称取铁嗒(上海试剂三厂生产)0.2733g,用水溶解并稀释到100ml,浓度为 $5 \times 10^{-3}\text{M}$ 。

操作步骤: 称取纯铝或铝合金试样0.1000g,加入盐酸(1:1)5ml,必要时滴加过氧化氢以分解硅化物和碳化物,溶解后,加入酒石酸(20%)5ml,用水稀释至100ml,摇匀。

分取10ml或5ml于25ml容量瓶中,加入少许抗坏血酸及1滴苯橙指示剂,调节至溶液恰呈黄色,加入pH4.7乙酸-乙酸钠缓冲溶液5ml, $5 \times 10^{-3}\text{M}$ 铁嗒溶液1ml,用水稀释至刻度,摇匀。于波长562nm处,用1cm比色皿,以试剂空白作参比溶液测量吸光度。

结果讨论

检出线: 用10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的铁标准溶液直接绘制或以精铝打底加铁标准溶液绘制的检出线一致。线性回归法求得回归方程为 $A = -0.00087 + 0.020 \times \text{铁量}(\mu\text{g}/25\text{ml})$ 。剩于标准偏差为0.001。

显色时间及配合物的稳定性: 不同室温(5~35 $^{\circ}\text{C}$)下,显色溶液无需放置即可达到最大吸光度,且放置14天吸光度基本不改变。

络合剂的影响: 显色体系中共存1000mg酒石酸、500mg硫脲及1500mg乙酸钠都对显色反应无影响。实验中选用乙酸-乙酸钠作为缓冲介质,用酒石酸防止高价离子水解。

铁嗒溶液的稳定性: 铁嗒的水溶液很稳定。实验结果表明,在避免保存的前提下,配制后至少一年内是有有效的。

精密度与准确度: 见表1。

表1, 样品分析结果(%)

样品	原结果	本法结果*	相对标准偏差
纯铝Al-O	0.22	0.221	0.9
铝合金ZL ₆	0.50	0.501	0.2
进口铝箱	0.06	0.061	3.0
铝锭L1	0.10	0.104	2.3

* 测定次数 n = 5

(收稿日期: 1987年7月11日)