

三溴偶氮胂双波长 分光光度法测定微量铋

王巧云 欧阳崇学 涂敏*

(江西工业大学食工系)

三溴偶氮胂(TBA)已用于粮食、头发、土壤中微量稀土的测定。本文研究了该试剂双波长分光光度法测定微量铋的条件。在0.3mol/L硫酸介质中, Bi-TBA络合物的最大吸收位于630nm处, 试剂的最大吸收位于520nm处。采用双峰双波长法测定, 表观摩尔吸光系数为 1.3×10^5 , 比单波长法提高了60%。显色反应瞬时完成, 络合物至少稳定8h, 铋量在0—25 $\mu\text{g}/25\text{mL}$ 范围内符合比尔定律。在拟定的条件下, 对10 μg 铋, 误差不超过5%时, 允许下列的元素(mg允许量)共存: Al(30)、Mg(13)、Zn(5.0)、Ni(4.0)、Cu(2.5)、Mn(II)(1.5)、Co(1.0)、Ca、Fe(III)(0.5)、Sb(0.35)、V(0.1)、Pb(0.05)、La、Y、Zr(0.01)。直接光度法测定了合成铜合金中的铋, 对铸铝标样进行了标准加料回收试验, 结果满意。

一、仪器与试剂 721型分光光度计; 铋标准溶液: 用纯金属铋配成含1mg Bi/mL的5%硝酸储备液, 用时再稀释为10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 铋的标准溶液; 三溴偶氮胂(0.05%); 硫酸(1mol/L)。

二、分析步骤 合成铜合金标准分析: 按铜合金各组分的比附制成人工合成试样(50mg/mL), 取5.0mL溶液于25mL容量瓶中, 加入7.5mL 1mol/L

* 本校86届毕业生。

硫酸, 5.0mL 0.05%三溴偶氮胂, 用水稀释至刻度, 摇匀。用1cm吸收池, 先在630nm波长处, 以同类试样(不含Bi)作参比, 测定其吸光度为 a , 然后在520nm波长处, 以试样溶液作参比, 测定空白溶液的吸光度为 b , $(a+b)$ 代为吸光度 A 。用工作曲线法求铋含量, 分析结果见表1。铸铝合金中铋的加入回收试验: 称取1.250g铸铝标样(ZL12), 用40mL 3mol/L盐酸加热溶解, 加入适量的过氧化氢, 加热至反应完全, 过滤除去残渣, 滤液于250mL容量瓶中, 以水稀释至刻度, 摇匀(浓度为5mg/mL), 分取5.0mL溶液于25mL容量瓶中, 加入铋标准溶液, 下同铜合金测定方法。标准加料回收试验结果见表1。

表1 试样分析结果及标准加料回收试验结果

铜合金分析结果(%)		铸铝合金加料回收结果(μg)		
测得值	标准值	加入量	测得量	回收率(%)
0.0064	0.0068	10.0	9.7	97

收稿日期: 1987年3月4日

用5-Br-PADAP和二甲基甲酰胺 光度法测定纯铝和试剂中铁

鄢国强

(上海材料研究所)

本文研究了Fe(II)-5-Br-PADAP-二甲基甲酰胺三元体系的分光光度特性。在pH3.5—5.0的乙酸-

and some applications, such as calculation of content of each substance in mixture of bases, concentration of each ingredient in a mixture based on the data from spectrophotome-

try, concentration of each species in equilibrium systems such as $\text{PbCl}_2\text{-NaCl-H}_2\text{O}$ and $\text{M}(\text{ClO}_4)_m\text{-NaCl-H}_2\text{O}$, were given.

收稿日期: 1987年4月7日

乙酸钠缓冲介质中,络合反应瞬时完成,且至少稳定24h.络合物的最大吸收峰分别在568nm和756nm处.为了提高测铁的选择性,选用756nm为测定波长.表观摩尔吸光系数为 $3.35 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$.铁量在0—10 $\mu\text{g}/25\text{mL}$ 范围内符合比尔定律.在拟定条件下,下列离子不干扰测定(括号内数字的单位为mg): Al(50)、As(Ⅲ)(0.05)、Ba(300)、Be(1)、Bi(0.1)、Cd(50)、Ce(0.01)、Co(0.015)、Cu(0.05)、Mg(100)、Mn(Ⅱ)(1)、Mo(VI)(1)、Ni(0.01)、Pb(100)、Pd(0.02)、Sb(Ⅲ)(0.05)、Sn(Ⅳ)(0.5)、Ta(V)(0.2)、Ti(Ⅳ)(0.2)、W(VI)(0.5)、Zn(2)、Zr(Ⅳ)(0.01)、Cl⁻(8)、F⁻(2)、I⁻(1)、PO₄³⁻(100); 0.5mol/L 硫脲、0.2mol/L 柠檬酸、1.0mol/L 酒石酸各5 mL 对测定无影响.用硫脲作掩蔽剂,Cu允许量可提高到0.2mg.

一、主要试剂

铁标准溶液 称取纯铁0.0500g,溶于HCl(1+1)中,转移至500mL容量瓶中,以水定容.此溶液含铁0.1mg/mL.移取该溶液5 mL于50mL容量瓶中,加入1 mL浓盐酸,以水定容配制得10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ Fe的标准溶液;

HAc-NaAc缓冲溶液(pH4.7);

2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基酚(5-Br-PADAP)的乙醇溶液

二、工作曲线

在六只25mL容量瓶中,依次加入铁标准溶液(10 $\mu\text{g Fe}/\text{mL}$)0、0.10、0.20、0.40、0.70及1.00 mL,加入2mL 0.5%抗坏血酸溶液,调节pH至约4.7,加5 mL缓冲溶液;二甲基甲酰胺5 mL,摇匀后加入5-Br-PADAP0.4mL加水至刻度,摇匀.用2 cm吸收池,于波长756nm处,以试剂空白作参比测其吸光度.所得数据用线性回归法求得回归方程为

$$A = -0.00029 + 0.040x$$

式中, A为吸光度值; x为25mL显色液中的含铁量, μg .

三、分析步骤

纯铝 称取0.0500g试样于150mL高型烧杯中,加入5 mL HCl(1+1), H₂O₂(30%) 5滴,低温分解后,加热煮沸以除去过量的过氧化氢.冷却,将溶液转入50mL容量瓶中,以水定容,摇匀.分取2 mL于25mL容量瓶中,以下操作同制备工作曲线.

碳酸钡(分析纯) 称取0.3000g试样于100mL

烧杯中,加少量水,分批加入5 mL浓硝酸,待溶液澄清后,蒸发至近干,再加少量水,煮沸溶解盐类,冷却,将溶液转入25mL容量瓶中,以下操作同检量线.

脲(分析纯) 称取4.00g试样,用水溶解,将此溶液转入25mL容量瓶中,以下操作同检量线.

试样分析及标准加料回收实验结果见表1.

表1 分析结果对照(%)

试样名称	标定值	测得值 (n=5)	对照值 (AAS法)
纯铝标样	0.22	0.22±0.01	0.22
碳酸钡	0.001	0.001	0.001
脲	0.0002	0.0002	

收稿日期: 1987年3月24日

铋及氧化铋中微量碲的 极谱催化波测定

章蓁蓁 薛子文

(江苏冶金研究所)

金属铋中碲的含量在ppm级或在其以下,一般采用萃取-比色法测定^[1,2],或用碲为载体还原沉淀法富集^[3],这些方法对于处理不足微量量的碲并不理想.本文采用巯基棉在较大的酸度范围内把低至0.01 μg 的碲从铋中分离出来.对于微量碲的测定,极谱催化波具有较高的灵敏度,已报道的催化波体系有很多种^[4-6],我们选择了0.6mol/L NH₄OH-0.01mol/L EDTA-0.3mol/L 酒石酸钠- 5.7×10^{-5} mol/L Pb²⁺-0.54mol/L Na₂SO₃体系,碲的峰电位为-1.16伏(SCE),该体系可允许一定量的铋存在,必要时还可同时测定试样中痕量硒,应用此法可准确测定金属铋或氧化铋中0.00002%以上的碲.

一、仪器与试剂

SSJ-80数字示波极谱仪,导数部分,饱和甘汞电极为阳极.

碲标准溶液: 准确称取0.1251g 光谱纯二氧化碲于100mL烧杯中,加0.5g 氢氧化钾及少量水溶解,