

丁基黄原酸钾分光光度法测微量硒(IV)

李世平
(化学系)

丁基黄原酸钾与 Se(IV) 反应生成淡黄色油状的螯合物, 此螯合物被 CCl_4 萃取后, 在紫外区有一稳定的吸收峰, 利用此试剂对微量 Se(IV) 进行测定, 方法简便.

1 实验方法

取 1ml 0.02mg/ml Se(IV) 工作液于 25ml 具塞比色管中, 加入 0.5ml 0.5mol HAc-NaAc 缓冲液, 加入 2ml 0.01mol/L KBx 溶液, 混匀后放置 40min, 准确加入 3ml CCl_4 , 振荡 1min 静置后分去水相, 在 $\lambda=311\text{nm}$, 用 1cm 石英比色皿, 以试剂空白为参比测定有机相的吸光值.

2 条件试验

2.1 吸收曲线

取 1ml 0.2mg/ml Se(IV) 标准液, 按实验方法加入试剂, 在 HP8451A 紫外分光光度计上扫描得吸收光谱, 本实验选择 $\lambda=311\text{nm}$ 为测定波长

2.2 生成物的稳定时间

按实验方法, 在 10—60min 不同的时间测定生成物的吸光值, 当反应 30min 后, 生成物的吸光值趋于稳定, 本实验选用 40min.

2.3 酸度试验

配制不同 pH 值的缓冲液, 按实验方法测得吸光值与酸度的关系曲线如图 1 所示, 本实验选用 $\text{pH}=4.0$

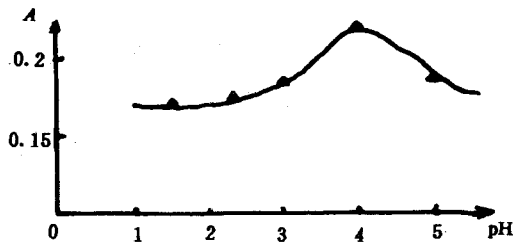


图 1 酸度影响曲线

Fig. 1 The effect of pH curve

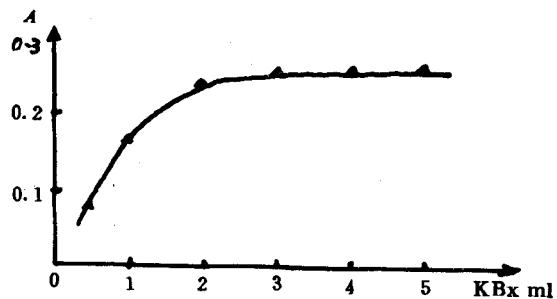


图 2 KBx 用量曲线

Fig. 2 Relationship between the absorbance and the volume of KBx

本文于1991年9月5日收到.

2.4 缓冲液用量

以不同的缓冲液用量,按实验方法测定,为提高萃取效率,本实验选用0.5ml.

2.5 KBx 用量

按实验方法,改变 KBx 用量,测得吸光值与 KBx 用量关系曲线,见图2,本实验选用2ml.

2.6 工作曲线

取不同量的 Se(IV)(0-9 μ g)/8ml,按实验方法测其吸光值,吸光值与 Se(IV)量之间满足于一直线方程,其式为 $A = -0.00616 + 0.0133 \text{ Se(IV)} (\mu\text{g})$

$r = 0.9999; n = 10.$

2.7 共存离子的影响

共存离子的影响情况见表1,当溶液中 Pb^{3+} 的量大于 Se(IV)的4倍以上时,将产生明显的正误差.

表1 共存离子影响(Se(IV)量为5ppm)
Tab.1 Influence of interfering ion (contain 4 μ g Se(IV))

| 加入离子 | 加入量(ppm) | 检出 Se(IV)(ppm) | 相对误差(%) |
|------------------|----------|----------------|---------|
| Mn^{2+} | 10 | 5.03 | +0.60 |
| As^{3+} | 125 | 4.98 | -0.40 |
| Mg^{2+} | 20 | 4.98 | -0.40 |
| Ca^{2+} | 20 | 5.02 | +0.40 |
| Zn^{2+} | 8.75 | 5.51 | +10.2 |
| Pb^{3+} | 50 | 5.46 | +9.2 |

3 样品测定

取 Se(IV)标样(试剂研究所)1mg/ml,配成不同浓度的样品,测定结果见表2

表2 样品测定结果
Tab.2 Determination result of sample

| 样品含 Se(IV)ppm | 测得值(ppm) | 相对误差(%) |
|---------------|----------|---------|
| 2.5 | 2.49 | -0.4 |
| 6.25 | 6.21 | -0.64 |
| 8.75 | 8.66 | -1.0 |

4 讨论

丁基黄原酸钾与硒(IV)在醋酸介质中生成淡黄色油状螯合物,此反应速度较慢,在30-40min才趋于完成,当 KBx 用量大于 Se(IV)量的8倍以上时,这生成的螯合物在 CCl_4 中有很稳定的吸收值,且能稳定24h,由于水相和有机相的分离不能绝对分清,因而测定有机相吸光值最好是在分去水相4min后再进行,此时吸光值稳定.