

催化分光光度法测定痕量钛

周之荣^① 吴伟

华东地质学院应化系 江西临川 344000

催化褪色光度法测定钛的报道较少^[1], 本文研究了痕量 Ti(IV) 催化过氧化氢氧化酸性铬蓝 K 褪色反应的影响因素, 建立了测定痕量 Ti(IV) 的催化光度法, 并用于测定植物及人发中钛。方法操作简便, 测定结果的重现性较为满意。

1 实验部分

1.1 仪器和主要试剂

721-W 型可见分光光度计; UV-260 型分光光度计; DS-501 型超级恒温器。

酸性铬蓝 K $\rho(\text{酸性铬蓝 K}) = 0.1 \text{ g/L}$ 的水溶液; 体积分数 $\varphi(\text{H}_2\text{O}_2) = 3\%$ 的过氧化氢水溶液, 现用现配; $0.1 \text{ mol/L H}_2\text{SO}_4$; 标准储备液 0.1 g/L Ti(IV) , $0.9 \text{ mol/L H}_2\text{SO}_4$ 介质, 工作溶液用 $0.9 \text{ mol/L H}_2\text{SO}_4$ 逐级稀释为 1 mg/L Ti(IV) 。

1.2 实验方法

取两支 25 mL 具塞比色管, 在其中一支加入 1.0 mg/L Ti(IV) 标准溶液 1.5 mL , 另一支不加 Ti(IV) (非催化反应), 然后用水稀释至 10 mL 。分别加入 2 滴 1 g/L 的 2,4-二硝基苯酚溶液, 用 $7 \text{ mol/L NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 调节至黄色, 以 $0.1 \text{ mol/L H}_2\text{SO}_4$ 调至黄色刚消失并加入 $0.5 \text{ mL } 0.1 \text{ mol/L H}_2\text{SO}_4$, 5.0 mL 酸性铬蓝 K 溶液, $1.0 \text{ mL H}_2\text{O}_2$ 。用水稀释至刻度, 摇匀。于 90°C 恒温水浴中加热 9 min , 取出流水冷却 5 min 。以水作参比, 用 1 cm 比色皿在 721-W 型分光光度计上, 于 522 nm 处

测量吸光度 A_0 (空白) 和 A (试样), 计算 $\lg(A_0/A)$, 绘制 $\lg(A_0/A)-C$ 曲线。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱

按实验方法操作, 绘制吸收曲线如图 1 所示。结果表明: Ti(IV) 催化 H_2O_2 对酸性铬蓝 K 的褪色反应, 且随着 Ti(IV) 量的增加作用加剧。选定 522 nm 作为测定波长, 可定量痕量钛(IV)。

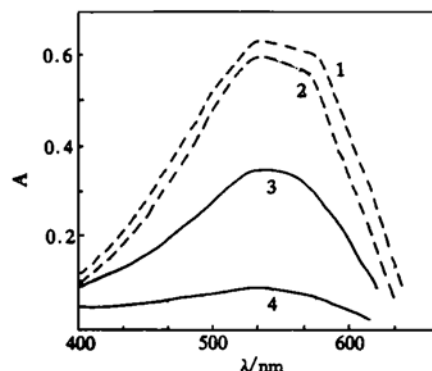


图 1 吸收曲线

1—酸性铬蓝 K; 2—曲线 1+ H_2O_2 ;
3—曲线 2+ $0.024 \text{ mg/L Ti(IV)}$;
4—曲线 2+ 0.06 mg/L Ti(IV) 。

2.2 反应条件的选择

反应在 H_2SO_4 介质中进行, 当体系中加入的 $0.1 \text{ mol/L H}_2\text{SO}_4$ 量在 $0.3 \sim 0.7 \text{ mL}$ 时, $\lg(A_0/A)$ 值最大且恒定, 实验加入量为 0.5 mL 。

① 周之荣 男, 讲师, 分析化学专业。吴伟 男, 本院 1995 届毕业生, 现在核工业 404 厂工作。

按实验方法操作,改变反应温度进行实验,结果如图2所示。由此,选定反应温度为90℃。进一步试验表明,在90℃的恒温水浴中加热5~9 min时,lg(A_0/A)与加热时间有良好线性关系,超过9 min时,由于参加反应的物质浓度变化已不容忽视,lg(A_0/A)与加热时间不再保持线性。故选择加热时间为9 min。依据图2结果,采用流水冷却法中止催化反应。冷却时间超过3 min时,lg(A_0/A)不再发生变化,选定冷却时间为5 min。

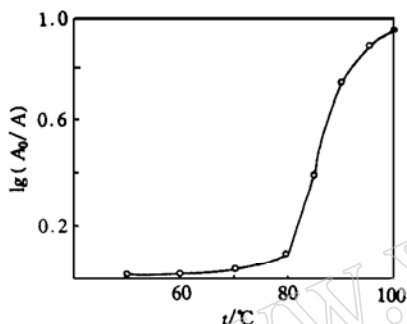


图2 温度对反应的影响
在25 mL 体积中,含Ti(IV) 1.5 μg。

2.3 试剂用量对反应的影响

在25 mL 体积中,随着加入的0.1 g/L 的酸性铬蓝K 水溶液体积增加,其lg(A_0/A)随着增高,当试剂量达4 mL 时lg(A_0/A)值达最高,直至7 mL 时其值保持恒定,超过7 mL 后lg(A_0/A)值开始下降。实验选定其用量为5 mL。

当3% H_2O_2 加入量在0.5~1.75 mL 时,lg(A_0/A)值保持稳定且最大。实验选用1.0 mL。

2.4 工作曲线

按实验方法进行实验,并以lg(A_0/A)值对Ti量作图。结果表明,Ti(IV)量在0~60 μg/L 时,与lg(A_0/A)值呈线性。

进行11次空白试验,按3倍标准偏差除以工作曲线斜率计算得方法检出限为0.076 μg/L。

2.5 共存离子的影响及其消除

在25 mL 体积中,加入1.5 μg Ti(IV)对常见的28种外来离子进行了干扰试验。结果表明,当控制相对误差不大于5%时,共存离子允许量(μg)为: Ba^{2+} 1 500, Zn^{2+} 、 Hg^{2+} 、 $Mo(VI)$ 、 Mg^{2+} 1 000, $W(VI)$ 、 Ca^{2+} 500, Mn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Sr^{2+} 150, Pb^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Ag^+ 、 Sn^{2+} 、 Bi^{3+} 50, F^- 40, Al^{3+} 30, $Cr(III)$ 、 $V(V)$ 20;大量的 K^+ 、 Na^+ 及 NH_4^+ 、 SO_4^{2-} 、 CH_3COO^- 和 Cl^- 不干扰测定;而 Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 、 Sb^{3+} 有严重干扰,可采用8-羟基喹啉-氯仿萃取以消除它们的影响^[1]。

3 样品分析

称取植物或人发试样0.5000 g 于小瓷坩埚中,低温灰化后在450℃下灼烧0.5 h,取出。冷却后用0.9 mol/L H_2SO_4 提取,移入100 mL 容量瓶中用0.1 mol/L H_2SO_4 定容。分取10 mL 置于60 mL 分液漏斗中,加0.1 mol/L EDTA 溶液2.0 mL,摇匀,用1.0 mol/L NaOH 调至pH 8~9,稀释至15 mL,用0.01 mol/L 8-羟基喹啉-氯仿萃取3次,合并有机相,蒸至近干,加1.0 mL 9 mol/L H_2SO_4 、2.0 mL H_2O_2 ,蒸至白烟冒尽。用少量水提取,移入25 mL 比色管中。按实验方法测定Ti(IV),结果(表1)说明方法可行。

表1 分析结果 $w(Ti)/10^{-6}$

样品	推荐值	本法结果				
		分次测定值			平均值	RSD(%)
GSV-3	20.4	20.2	20.2	20.6	20.5	1.1
		20.6	20.7	20.6		
GSV-4	24.0	23.6	23.6	23.6	23.8	0.98
		23.8	23.8	24.2		
GSH-1	2.70	2.69	2.69	2.68	2.69	0.19
		2.68	2.69	2.69		

4 参考文献

1 陈国树,张涵,李子先.催化褪色光度法测定痕量钛

(IV) 的研究. 分析化学. 1990, 18(12): 128.

〈收稿日期: 1995-07-01, 修回日期: 1995-10-08〉

Determination of Trace Titanium by Catalytic Spectrophotometry

Zhou Zhirong, Wu Wei

(Department of Applied Chemistry, East China Geological Institute, Linchuan, Jiangxi, 344000)

Catalytic effect of Ti(IV) on decolorizing reaction of acid chrome blue K by oxidation with H_2O_2 in H_2SO_4 solution and its dynamic conditions are studied in this paper. Based on this study, a method for the determination of Ti(IV) is established with the detection limits of $0.076 \mu g/L$ Ti(IV) and linear range of 0 to $60 \mu g/L$ for Ti(IV). The method has been applied to the determination of trace titanium in human hair and vegetable samples with satisfactory results.

Key words: catalytic decolorization spectrophotometry, acid chrome blue K, titanium

欢迎订阅《分析测试学报》

《分析测试学报》是由中国分析测试协会主办的全国性学术刊物。刊登电子显微学、质谱学、光谱学、色谱学、波谱学及电化学等方面的分析测试新理论、新方法、新技术及其在各领域中的应用研究成果。供分析测试工作者和管理人员阅读。双月刊, 国内外公开发售。国际标准刊号: ISSN 1004-4957, 国内刊号: CN 44-1318/TH, 国际刊名代码 CODEN: FCXES, 国内邮发代号: 46-104, 单价: 8.00 元/册。

本刊入选为中国自然科学核心期刊(第 69 名), 并在《中国科技论文统计与分析》年度报告中入选被引用数最多的 100 种期刊之列(第 76 名)。1987 年以来多次入选美国化学文摘千种表。

根据上级指示, 本刊目前不收审处费和发表费。

编辑部地址: 广州 先烈中路 100 号《分析测试学报》编辑部, 邮政编码: 510070, 电话: (020) 87775600-606。

1996 年《光谱学与光谱分析》征订

邮发代号 82-68

《光谱学与光谱分析》是中国科协主管, 冶金部钢铁研究总院承办的学术性刊物。北京大学出版社出版, 国内外公开发售, 双月刊, 每期 132 页。《光谱学与光谱分析》刊登激光光谱测量、红外、拉曼、振动、紫外、可见、发射、吸收、X 射线荧光光谱各领域的最新研究成果及阶段性成果, 光谱分析论文及光谱仪器、光谱新书评、学术活动等光谱领域最新进展及发展动态。《光谱学与光谱分析》适于冶金、地质、机械、环保、国防、医药、农林、化工、商检等各领域从事光谱学与光谱分析的研究单位、厂矿、公司、高等院校的中、高级研究人员和管理干部阅读。《光谱学与光谱分析》被认定为中国自然科学(物理类)核心期刊; 一直被国家科委用作“中国科技论文统计与分析”刊物, “中国学术期刊文摘”用刊。《光谱学与光谱分析》国内邮发代号为 82-68, 每期定价: 9.00 元, 国外代号为 BM905。《光谱学与光谱分析》着力发现培育年轻人, 欢迎订阅、欢迎赐稿。

编辑部地址: 北京海淀区学院南路 76 号, 光谱期刊社, 邮政编码: 100081, 电话: (010) 62182998。