

催化动力学光度法测定硼酰化钴中的痕量铁

李化全

(山东淄博钴业有限公司, 山东 淄博 255200)

摘要: 提出了催化动力学光度法测定硼酰化钴中痕量铁的新方法。试验结果表明, 用该方法测定的适宜条件为: 波长 505 nm, 盐酸用量 1.2 mL, 甲基橙用量 2.5 mL, 双氧水用量 1.0 mL, 温度 100 ℃。Ca²⁺, Na⁺, K⁺, Ni²⁺等离子的存在对测定结果基本无影响。实际测定回收率大于 98%, 相对标准偏差小于 5%。

关键词: 催化动力学光度法; 硼酰化钴; 痕量铁

中图分类号: T Q330.38⁺7; O432.2 文献标识码: B 文章编号: 1000-890X(2001)08-0498-03

随着对子午线轮胎质量要求的提高, 对橡胶与钢丝之间粘合性能的要求也越来越高, 即要求钢丝帘线与橡胶之间不仅在静态、常温下具有良好的粘合强度, 而且在动态、高温下和老化后仍具有良好的粘性保持率。传统的环烷酸钴、硬脂酸钴等钴二酸粘合剂已逐渐被性能优异的新型粘合剂硼酰化钴所替代。硼酰化钴是一种含钴、硼的金属有机复合物, 国外俗称钴硼络合物。它可以明显提高各类钢丝与橡胶的粘合力, 具有耐热、耐湿和减缓金属锈蚀等作用。国际上公认其代表了橡胶粘合剂的新水平, 是粘合技术的一个突破。而快速准确地测定其中的铁含量, 对保证产品的质量起到十分重要的作用^[1]。

动力学光度法因其具有高灵敏度和低检出线而受到重视^[2-3]。应用动力学光度法测定硼酰化钴中的痕量铁还未有报道。我们发现在酸性介质中 Fe³⁺ 对双氧水氧化甲基橙褪色反应具有强烈的催化作用。采用固定时间法, 催化反应与非催化反应的吸光度差值与 Fe³⁺ 的质量浓度在一定范围内呈线性关系, 由此而建立了催化动力学光度法测定痕量铁的新方法。现将采用该方法对硼酰化钴中痕量铁进行测试的情况介绍如下。

1 实验

1.1 主要仪器与试剂

723 型分光光度计, 上海分析仪器厂产品; PHS-3 型酸度计, 上海雷诺仪器厂产品; LB801 超级恒温水浴, 辽阳仪器厂产品; SYZ-A 石英亚沸高纯水制备器, 江苏医疗器械厂产品。试验用化学试剂均为分析纯试剂。

1.2 铁标准溶液的配制

准确称取硫酸高铁铵 0.8634 g 于 100 mL 烧杯中, 加入 5 mL 的浓硫酸和少量水, 加热使其完全溶解, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此标准溶液 Fe³⁺ 的质量浓度为 100 μg·mL⁻¹。

准确移取上述标准溶液 10 mL 于 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液 Fe³⁺ 的质量浓度为 1 μg·mL⁻¹。

1.3 试验方法

在两个 25 mL 的容量瓶中分别加入甲基橙溶液 2.5 mL, 双氧水 1.0 mL 和浓盐酸 1.2 mL, 其中一个加入一定量的质量浓度为 1 μg·mL⁻¹ 的 Fe³⁺ 标准溶液, 使其发生催化反应; 另一个不加 Fe³⁺ 标准溶液, 为非催化反应。两者均在水浴上加热 15 min, 取出冷却, 用 1 cm 的比色皿在波长为 505 nm 处比色, 分别测定其吸光度, 并计算其差值 ΔA:

$$\Delta A = A_0 - A$$

式中 A₀——非催化反应溶液的吸光度;

A——Fe³⁺ 催化反应溶液的吸光度。

作者简介: 李化全(1977-) 男, 山东淄博人, 山东淄博钴业有限公司工程师, 学士, 主要从事新产品开发与工业分析测试工作。

2 结果与讨论

2.1 工作曲线的绘制

分别移取 0.0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 和 5.0 mL 质量浓度为 $1\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 的 Fe^{3+} 标准溶液于 25 mL 容量瓶中, 按前述试验方法操作分别测定其吸光度, 计算 ΔA 值, 并绘制 $\Delta A\text{-Fe}^{3+}$ 质量浓度曲线, 见图 1。由图 1 可以看出, Fe^{3+} 溶液的质量浓度在 $0\sim0.16\text{ }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 范围内与 ΔA 呈线性关系, 且线性关系良好。其直线方程为:

$$\Delta A = 0.001\ 712C + 1.6\times 10^{-3}$$

式中, C 为溶液中 Fe^{3+} 的质量浓度, $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 。其相关因数 R 为 0.998 9。

2.2 试验条件的确定

2.2.1 测量波长

选择不同波长对催化和非催化体系溶液的吸光度进行测定, 得到吸光度-波长曲线, 见图 2。由图 2 可以看出, 两体系溶液的最大吸收率均在 505 nm 处, 因此试验选择 505 nm 作为测量波长。

2.2.2 酸度

考察了不同酸度对溶液吸光度测定结果的影响, 结果见表 1。由表 1 可以看出, 盐酸用量在 1.0~1.5 mL 范围内, ΔA 基本保持在

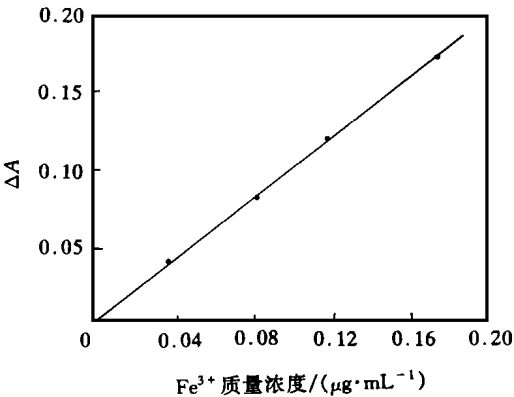


图 1 $\Delta A\text{-Fe}^{3+}$ 质量浓度曲线

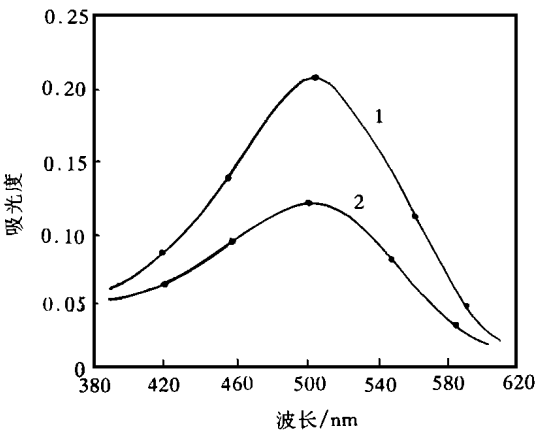


图 2 吸光度-波长曲线

1—非催化体系; 2— Fe^{3+} 催化体系

0.040 左右, 此时溶液的 pH 值为 2。因此确定盐酸加入量为 1.2 mL。

2.2.3 甲基橙用量

不同甲基橙用量对溶液吸光度测定结果的影响见表 2。由表 2 可以看出, 随着甲基橙用量的增大, 催化反应与非催化反应的吸光度增大, 当甲基橙的用量在 2.0~3.0 mL 时, ΔA 基本恒定。因此选择甲基橙的用量为 2.5 mL。

2.2.4 双氧水用量

试验表明, 随着双氧水用量的增大, 氧化能力逐渐加强, 溶液吸光度逐渐减小, 当双氧水用量在 1.0~1.5 mL 时, ΔA 相对稳定, 因此试验选择双氧水的用量为 1.0 mL。

2.2.5 试验温度

随着溶液温度的升高, 催化反应和非催化反应加速, 当温度在 $90\sim100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, ΔA 基本恒

表 1 盐酸用量对 ΔA 的影响

项目	盐酸用量/mL							
	0.4	0.6	0.8	1.0	1.2	1.4	1.6	1.8
A_0	0.035	0.037	0.051	0.067	0.073	0.080	0.081	0.078
A	0.011	0.023	0.018	0.023	0.031	0.041	0.053	0.056
ΔA	0.024	0.014	0.033	0.044	0.042	0.039	0.028	0.022

表 2 甲基橙用量对 ΔA 的影响

项目	甲基橙用量/mL									
	1.6	1.8	2.0	2.2	2.4	2.6	2.8	3.0	3.2	3.4
A_0	0.041	0.044	0.086	0.089	0.092	0.095	0.097	0.099	0.105	0.131
A	0.028	0.034	0.044	0.045	0.046	0.048	0.050	0.057	0.081	0.090
ΔA	0.013	0.010	0.042	0.044	0.046	0.047	0.047	0.042	0.024	0.051

定 当温度低于50 ℃时, 催化反应进行很慢, 因此选择试验温度为 100 ℃。

2.3 共存离子的影响

准确量取质量浓度为 0. 16 μg·mL⁻¹ 的 Fe³⁺ 标准溶液 25 mL 进行铁含量测定, 加入不同干扰离子, 测定结果见表 3。由表 3 可以看出, 各种情况下的测定相对误差均在 ±5 % 内, 表明干 扰离子在限 定范围内不影响测定。Cu²⁺ 有干扰, 但加入 5 g·L⁻¹ 的硫脲作为掩蔽剂, 可消除干扰。

2.4 实际样品分析

准确称取已经预先烘干、研磨好的硼酰化钴试样 0. 100 0 g, 加入 1 : 1 (体积比) 的盐酸并加热使其完全溶解, 冷却, 移入 100 mL 容量瓶中备用。

取上述试液 2 mL 于 25 mL 容量瓶中, 按照试验方法测定 Fe³⁺ 的质量浓度, 分析结果见表 4。

3 结语

采用催化动力学光度法测定硼酰化钴中的

表 4 实际测定结果与回收率

项 目	产品编号			
	BAC01-99		BAC02-20	
试液加入量/mL	0	2	0	2
Fe ³⁺ 含量测定值/μg	0. 81	2. 74	0. 75	2. 80
	0. 80	2. 77	0. 74	2. 58
	0. 84	2. 81	0. 84	2. 66
	0. 79	2. 70	0. 79	2. 62
	0. 80	2. 71	0. 76	2. 76
	0. 87	2. 70	0. 79	2. 57
平均值/μg	0. 84	2. 73	0. 77	2. 66
回收率/%	98. 73		98. 10	
相对标准偏差/%	3. 27	1. 68	4. 69	3. 59
原子吸收法测定值/μg	0. 82	2. 71	0. 70	2. 53

痕量铁, 其线性关系良好, 线性范围为 Fe³⁺ 质量浓度 1~0. 16 μg·mL⁻¹, 测定结果准确可靠。试验的适宜条件为: 波长 505 nm, 盐酸用量 1. 2 mL, 甲基橙用量 2. 5 mL, 双氧水用量 1. 0 mL, 温度 100 ℃。Ca²⁺, Na⁺, K⁺, Ni²⁺, Pb²⁺, Zn²⁺ 等离子的存在对测定结果基本无影响。实际测定回收率大于 98 %, 相对标准偏差小于 5 %。该方法应用于生产过程控制, 效果良好, 是快速测定硼酰化钴中痕量铁的有效方法。

参考文献:

[1] 邹本义, 晋利英, 翟庆洲. 催化动力学光度法测定铁[J]. 理化检验(化学分册), 2000, 36(5): 226-227.
[2] 李祖先, 莫卫民, 刘盛辉. 硼酰化钴中硼的快速测定[J]. 理化检验(化学分册), 2000, 36(5): 216-218.
[3] 宁明远. 新催化光度法测定痕量铜[J]. 理化检验(化学分册), 1998, 34(4): 167-168.

收稿日期: 2001-03-07

双星集团成功回收 MD-EVA

中图分类号: TQ334. 9 文献标识码: D

青岛双星集团近日公布了其研究开发的 MD-EVA 回收技术, 该技术现已通过有关部门组织的鉴定。

我国制鞋业大量使用 EVA 材料, EVA 是难以降解的材料, 会对环境造成较大的污染。双星集团是我国最大的鞋业制造商, 为解决 EVA 的回收利用问题, 该集团技术人员从一次

和二次发泡机理入手, 利用机械法和化学法相结合的方法进行了材料几何结构和分子结构的改变, 使原先不可回收利用的 MD-EVA 材料可作为添加剂重新使用。

采用此项 MD-EVA 回收技术不仅节约了原材料, 而且可减轻 EVA 对环境造成的污染。2000 年青岛双星集团通过小批量试产创利 15 万元。

(摘自《中国化工报》, 2001-06-14)