

Л.С.Король, канд.хим.наук, Х.Я.Левитман,
канд. техн. наук, И.В.Нагорная (БПИ)

СРАВНИТЕЛЬНОЕ ИЗУЧЕНИЕ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЖЕЛЕЗА (III)

Наличие большого количества реактивов для фотометрического определения того или иного вещества приводит зачастую к известной дезориентации аналитиков-практиков. Поэтому сравнительное изучение ряда предлагаемых реактивов весьма актуально и помогает сделать выбор наиболее эффективного из них для конкретного анализа. Настоящая работа посвящена изучению ряда реагентов по фотометрическому определению трехвалентного железа.

В работе устанавливались чувствительность реакции железа (III) с исследуемыми реагентами, относительная чувствительность реагентов к мешающим примесям, точность и воспроизводимость предлагаемых методов.

Чувствительность фотометрических реакций при определении железа выражалась нами в виде гаммового показателя*, предложенного В.И.Кузнецовым с сотрудниками [1, 2].

При оценке пригодности исследуемых реактивов для определения железа (III), кроме гаммового показателя чувствительности, учитывался показатель относительной чувствительности данного реагента к возможным мешающим примесям [3].

Относительная чувствительность реагента к мешающим примесям представляет отношение гаммового показателя чувствительности комплекса определяемого катиона с применяемым реагентом к гаммовому показателю чувствительности комплекса мешающего иона с этим реагентом (условия проведения реакции те же). Наиболее пригодными являются те реагенты, для которых значения этой величины максимальны.

С целью оценки точности и воспроизводимости исследованных определений с различными реактивами использовались элементы математической статистики [4, 5].

Для работы использовались: 0,000179 М раствор $FeCl_3$; 0,3934 М раствор сульфасалициловой кислоты; 0,001 М рас-

* Гаммовый показатель чувствительности представляет собой оптическую плотность раствора, содержащего одну гамму определяемого вещества в 1 мл исследуемого раствора при толщине слоя 10 мм.

твор метилтимолового синего; 1,5 М раствор роданида калия; 0,05 М раствор трилона Б; 0,00423 М раствор алюминона; 0,01 М раствор о-фенантролина и 0,0093 М раствор родизоната натрия.

В данной работе проведено сравнительное изучение следующих реактивов для фотометрического определения железа (III): сульфасалициловой кислоты [6-9], метилтимолового синего [10], роданида калия [8, 11], [13], трилона Б [10], алюминона [12], о-фенантролина [7, 9, 11], родизоната натрия [13].

Оптическая плотность исследуемых растворов измерялась на спектрофотометре СФ-4. Оптимальные длины волн в каждом конкретном случае найдены по снятым спектрам поглощения (рис. 1, а, в). Фотометрирование растворов проводилось при длинах волн, при которых наблюдается наибольшая разница между светопоглощением образовавшегося соединения и реактива.

На рис. 1 не представлены спектры поглощения растворов сульфасалициловой кислоты, роданида калия, трилона Б и о-фенантролина, так как в области поглощения образующихся соединений они не дают заметного поглощения света.

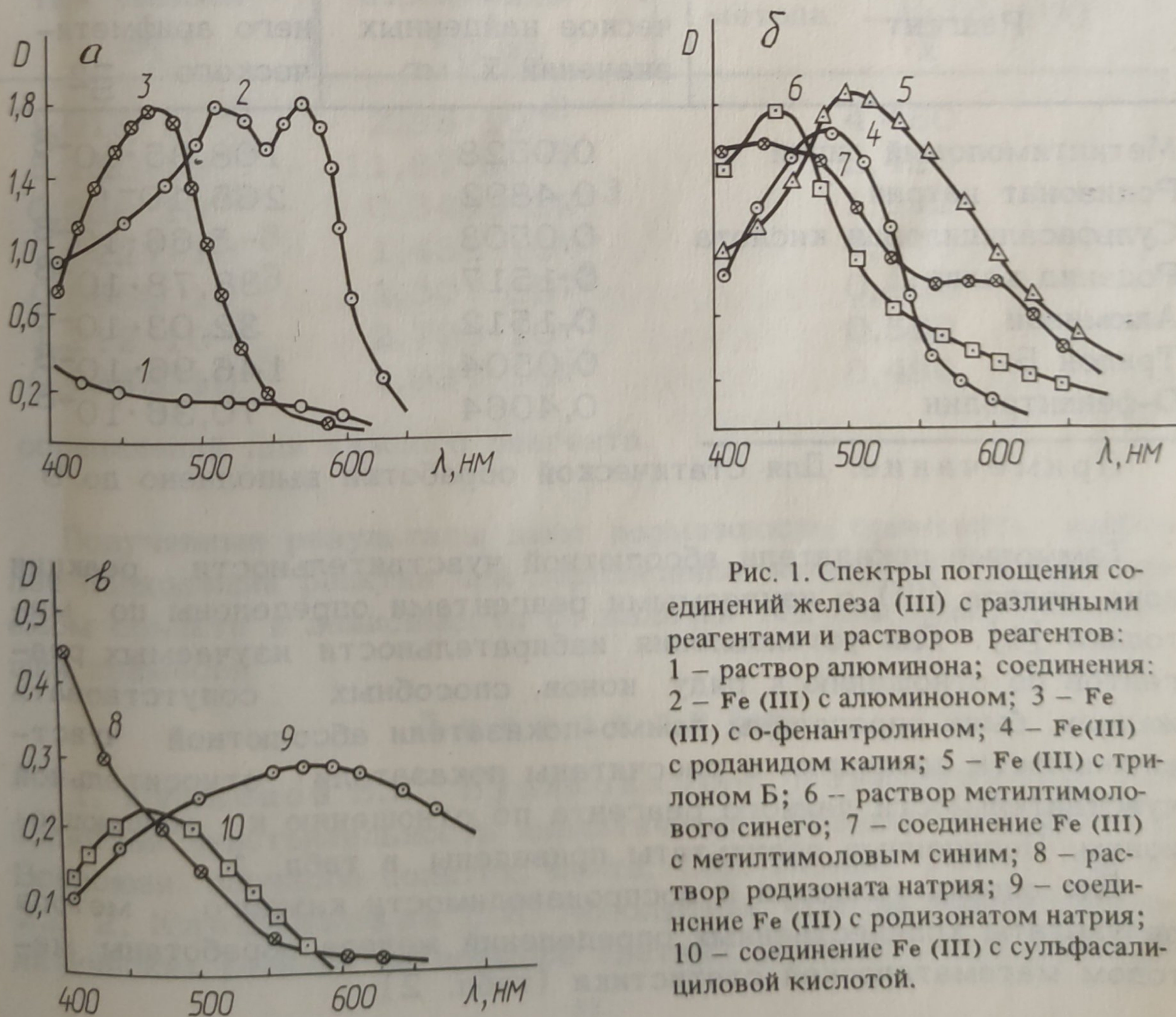


Рис. 1. Спектры поглощения соединений железа (III) с различными реагентами и растворов реагентов: 1 – раствор алюминона; соединения: 2 – Fe (III) с алюминоном; 3 – Fe (III) с о-фенантролином; 4 – Fe(III) с роданидом калия; 5 – Fe (III) с трилоном Б; 6 – раствор метилтимолового синего; 7 – соединение Fe (III) с метилтимоловым синим; 8 – раствор родизоната натрия; 9 – соединение Fe (III) с родизонатом натрия; 10 – соединение Fe (III) с сульфасалициловой кислотой.

Табл. 1. Определение чувствительности реакции и относительной чувствительности

Реактив	$\lambda_{\text{опт}}$ нм	рН	$S_{\text{абс}}^{\text{Fe}^{3+}}$	$S_{\text{отн}} =$	
				Mn^{2+}	Ni^{2+}
Роданид калия	470	1,0	0,152	∞	157,5
Алюминон	530	5,0	0,142	25,36	5,46
Метилтимоловый синий	600	4,0	0,097	∞	1830
О-фенантролин	475	4,0	0,096	27,06	57,7
Сульфасалициловая кислота	470	2,0	0,052	9,2	185,9
Родизонат натрия	490	10,5-11	0,0086	29,7	25,3
Трилон Б	580	3,5-4,6	0,0329	3,61	64,4

Табл. 2. Критерии оценки точности и воспроизводимости

Реагент	Среднее арифметическое найденных значений \bar{x} , мг	Дисперсия среднего арифметического \bar{s}^2
Метилтимоловый синий	0,0528	$108,35 \cdot 10^{-8}$
Родизонат натрия	0,4892	$265 \cdot 10^{-7}$
Сульфасалициловая кислота	0,0503	$5,66 \cdot 10^{-8}$
Роданид калия	0,1517	$38,78 \cdot 10^{-8}$
Алюминон	0,1512	$32,03 \cdot 10^{-8}$
Трилон Б	0,0504	$146,96 \cdot 10^{-8}$
О-фенантролин	0,4064	$70,36 \cdot 10^{-8}$

Примечание. Для статической обработки выполнено до 9

Гаммовые показатели абсолютной чувствительности реакции иона железа (III) с изучаемыми реагентами определены по методике [1]. Для установления избирательности изучаемых реагентов по отношению к ряду ионов, способных сопутствовать железу, были определены гамма-показатели абсолютной чувствительности последних и рассчитаны показатели относительной чувствительности данного реагента по отношению к мешающим ионам. Полученные результаты приведены в табл. 1.

Для оценки точности и воспроизводимости каждого метода результаты количественных определений железа обработаны методом математической статистики (табл. 2).

железа (III) с исследуемыми реагентами
реагентов к мешающим ионам

$$= S_{\text{абс}}^{\text{Fe}^{3+}} / S_{\text{абс}}^{\text{меш. иона}}$$

Co ²⁺	Cu ²⁺	Zn ²⁺	Cd ²⁺	Pb ²⁺	Al ³⁺	Cr ³⁺	Bi ³⁺
∞	74,2	∞		506,7			
10,92	-	7,47	18,7	17,75	-	3,64	49,0
∞	186		22,04	323	22,04		62,2
56,35	50,95	25,4		54,74	19,16	18,8	223
72,2	122,3	-	172,2	306	86,7	208	40,0
6,7	6,7	-	39,1	172	24,6	3,3	209,7
17,6	6,52	9,99	6,84	4,54	22,2	9,84	96,6

фотометрических методов определения железа (III)

Среднеквадратич. ошибка $S_{\bar{x}}$	Точность прямого определения $\epsilon_{0,95}$	Относительная погрешность метода $\frac{\epsilon_{0,95}}{\bar{x}} \cdot 100$
$1,018 \cdot 10^{-3}$	$2,35 \cdot 10^{-3}$	4,460
$5,150 \cdot 10^{-3}$	$11,87 \cdot 10^{-3}$	2,420
$0,238 \cdot 10^{-3}$	$0,5495 \cdot 10^{-3}$	1,092
$0,6227 \cdot 10^{-3}$	$1,438 \cdot 10^{-3}$	0,948
$0,5660 \cdot 10^{-3}$	$1,307 \cdot 10^{-3}$	0,860
$1,212 \cdot 10^{-3}$	$2,799 \cdot 10^{-3}$	0,560
$0,8388 \cdot 10^{-3}$	$1,937 \cdot 10^{-3}$	0,480

определений для каждого реагента.

Полученные результаты дают возможность применить наиболее подходящий реактив при определении железа (III) в исследуемом объекте в зависимости от наличия тех или иных мешающих примесей.

Л и т е р а т у р а

1. Кузнецов В.И., Будакова Л.М., Ненашева Л.А. Абсолютная чувствительность аналитических реакций. - В сб.: Тр. Всесоюз. заочного политех. ин-та. Сер. Химия, 1967, 39, с. 22.
2. Клещельская Е.И. Абсолютная чувствительность аналитических реакций на примере цветных реакций индия: Автореф.

дис. ... канд. техн. наук. - М., 1969, с. 23. 3. Малеван-
ный В.А., Лельчук Ю.А. О количественной оценке мешающего
действия посторонних катионов в спектрофотометрическом мето-
де анализа. - ЖАХ, 1968, 23, № 10, с. 1558. 4. Комарь Н.М.
К вопросу о применении математической статистики в аналити-
ческой химии. - ЖАХ, 1952, 7, № 6, с. 325. 5. Налимов В.В.
Применение математической статистики при анализе вещества. -
М., 1960, с. 431. 6. Шарло Г. Методы аналитической химии. -
М.-Л., 1965, с. 625. 7. Ассортимент реактивов на железо (III). -
М., 1972, с. 88. 8. Бабко А.К., Пилипенко А.Г. Колоримет-
рический анализ. - М.-Л., 1951, с. 408. 9. Пешкова В.М.,
Громова М.И. Практическое руководство по спектрофотометрии
и колориметрии. - М., 1965. - 228 с. 10. Пршибил Р. Ана-
литическое применение ЭДТА и родственных соединений. - М.,
1975. - 531 с. 11. Сендел Е. Колориметрическое определение
следов металлов. - М., 1964. - 902 с. 12. Молот Л.А., Куль-
берг Л.М. Аналитическое применение ауринтрикарбоновой кис-
лоты. - ЖАХ, 1956, 11, № 2, с. 198. 13. Король Л.С., Ле-
витман Х.Я. Спектрофотометрическое исследование взаимодей-
ствия свинца с родизонатом натрия. - Изв. АН БССР. Сер. хим.
наук, 1964, № 3, с. 56.