

# 有机萃取-火焰原子吸收法测定海水中总铁

陈代红

(北海市海洋环境监测中心站, 广西 北海 536000)

中图分类号: O 657.31

文献标识码: B

文章编号: 1006-2009(2001)03-0035-01

目前, 国家水质分析规范中测定水中铁的方法很多, 但对海水中铁的测定方法却很少, 通过不断试验得出, 在 pH 3.5~3.7 介质中, 铁和二乙氨基二硫代甲酸钠 (DDTC) 形成螯合物, 以有机试剂四氯化碳萃取, 再以  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$  溶液反萃取, 可用火焰原子吸收分光光度法测定海水中总铁。

## 1 试验

### 1.1 主要试剂

50 g/L 苯二甲酸氢钾溶液, 100 g/L 二乙氨基二硫代甲酸钠溶液, 均需用  $\text{CCl}_4$  萃取提纯; 1 g/L 溴百里香酚蓝指示剂; 氨水  $\varphi(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 12.5\%$ , 用等温扩散法提纯; 4:1  $\text{HNO}_3\text{-}30\%\text{H}_2\text{O}_2$ , 临用时现配; 1 000 mg/L 铁标准贮备液: 称取金属铁 (99.99%) 0.500 0 g, 溶于 7.5 mol/L 硝酸 60 mL 中, 加少量浓硝酸氧化, 用去离子水稀释至 500.0 mL; 50.0 mg/L 铁标准使用液: 用 0.2 mol/L 硝酸稀释铁标准贮备液。

### 1.2 仪器工作条件

北京地质仪器厂 GGX-64 型原子吸收分光光度计: 波长 248.3 nm, 狭缝宽度 0.4 nm, 灯电流 3.0 mA, 空气 6.5 L/min, 乙炔 0.5 L/min。

### 1.3 样品测定

量取经硝酸酸化 (pH < 2) 海水样 200 mL, 移入 250 mL 分液漏斗中, 加 1 g/L 溴百里香酚蓝指示剂 1 滴, 摇匀, 用  $\varphi(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 12.5\%$  氨水调至 pH 7~8 (由黄变蓝)。加 50 g/L 苯二甲酸氢钾溶液 10 mL~15 mL (pH 控制在 3.5~3.7 范围内)<sup>[1]</sup>, 摇匀后, 加 100 g/L DDTC 溶液 1.0 mL,  $\text{CCl}_4$  15 mL, 充分摇匀振荡 4 min, 静置分层。将有机相移入干燥 25 mL 比色管中, 加 4:1  $\text{HNO}_3\text{-}30\%\text{H}_2\text{O}_2$  溶液 0.50 mL, 立即振摇 1 min, 再加去离子水 9.50 mL, 充分摇匀, 静置分层。按上述原子吸收分光光度计工作条件, 测定溶解在水相中的铁。同时取 200 mL 不含铁清洁海水作空白试验。

### 1.4 校准曲线

分别吸取一系列铁标准使用液于 100 mL 容量瓶中, 用 0.2 mol/L  $\text{HNO}_3$  稀释至刻度, 摇匀, 配成 0.00 mg/L~5.00 mg/L 标准系列, 与样品同时测定。校准曲线线性回归方程:

$$y = (0.0008 \sim 0.0058) + (0.025 \sim 0.077)x$$

$$x > 0.999。$$

## 2 结果与讨论

### 2.1 干扰及消除

作模拟海水回收率试验, 证明海水中存在的主要元素 K、Na、Ca、Mg、Sr、Al、Mn、Cl、S、Br、C、B、Si、F、N、P、I 等不干扰测定。

### 2.2 萃取条件

水体 pH 严格控制在 3.5~3.7 范围, 铁可被定量萃取, 否则, 萃取率明显下降。用  $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$  混合液作反萃取时, 如混合液中  $\varphi(\text{H}_2\text{O}_2) = 30\%$  过氧化氢的含量高于 20%, 会分解产生气泡, 使测定结果偏低。

### 2.3 方法灵敏度与检测限

测定方法特征灵敏度为 0.028 mg/L (1% 吸收), 检测限为 0.012 mg/L, 满足一类海水水质标准测定要求。

### 2.4 精密度与回收率

对 3 个不同浓度的样品进行 10 次重复分析, 测定均值分别为 0.058 mg/L、0.456 mg/L 和 2.196 mg/L, 其相对标准差为 19%、2.4% 和 1.5%。对 20 个不同浓度海水样进行加标回收试验, 其回收率在 85%~104% 之间。

[参考文献]

- [1] 魏复盛. 水和废水监测分析方法指南 [M]. 中册. 北京: 中国环境科学出版社, 1994. 387.

收稿日期: 2000-10-04; 修订日期: 2001-02-13

作者简介: 陈代红 (1971-), 女, 广西北海人, 助理工程师, 大专。

本栏目责任编辑 李延嗣