

文章编号: 1005- 8893 (2003) 01- 0033- 03

# 邻菲罗啉分光光度法直接测定盐酸胍中微量铁<sup>\*</sup>

巫淼鑫

(江苏工业学院 测试中心, 江苏 常州 213016)

摘要: 通过试验认为盐酸胍的存在对邻菲罗啉亚铁吸收曲线、吸光值稳定的 pH 范围、显色剂用量及有色物的稳定性等均无影响, 并建立了邻菲罗啉分光光度法直接测定盐酸胍中微量铁含量的方法, 当盐酸胍中铁的质量分数为  $5 \times 10^{-6}$  时, 相对标准偏差为 2%。

关键词: 盐酸胍; 铁; 邻菲罗啉; 分光光度法

中图分类号: O 65

文献标识码: A

以前我国生产的盐酸胍主要为工业级, 对铁等微量元素的含量无要求<sup>[1~3]</sup>。而目前国外需求的医药级和生物级盐酸胍中铁的质量分数应小于  $5 \times 10^{-6}$ <sup>[4]</sup>, 因此有必要建立一种适合于工厂要求的分析方法。微量铁测定方法很多, 有原子吸收法、发射光谱法、电化学法及分光光度法等, 在国内的文献中未查到盐酸胍中微量铁含量的分析方法。前两种方法虽然测定速度快、选择性好, 但仪器昂贵。本文选择邻菲罗啉分光光度法作为研究对象, 考察在有无盐酸胍存在下邻菲罗啉亚铁吸收曲线、酸度和显色剂用量的影响、有色物稳定性以及回收率等, 并建立盐酸胍中铁含量的分析方法, 其原理可见文献 [5, 6]。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器与试剂

721 分光光度计, pH S- 2c 型精密酸度计, 3cm 玻璃比色皿, 玻璃电极和甘汞电极等。HAc-NaAc 缓冲溶液 (pH = 4.6), 盐酸羟胺, 邻菲罗啉,  $10.0 \mu\text{g/mL}$  铁盐标准溶液, 氢氧化钠, 浓盐酸,  $0.250 \text{ g/mL}$  盐酸胍水溶液。所用试剂均为分析纯, 所用水均为蒸馏水。

### 1.2 实验方法

吸取不同量  $10.0 \mu\text{g/mL}$  铁盐标准溶液于 50 mL 容量瓶中, 各加 2.5 mL 1% 盐酸羟胺溶液、5.0 mL HAc-NaAc 缓冲溶液 (pH = 4.6) 和 5.0 mL 0.1% 邻菲罗啉溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 10 min。以空白作参比, 在 505 nm 处测定溶液吸光值 ( $A$ )。以 50 mL 溶液中铁含量  $c$  ( $\mu\text{g}$ ) 为横坐标, 以  $A$  为纵坐标, 绘制工作曲线。然后以 4 mL 盐酸胍溶液替代铁盐标准溶液, 按上述步骤测定溶液吸光值, 并从工作曲线算出样品中铁含量。

## 2 结果与讨论

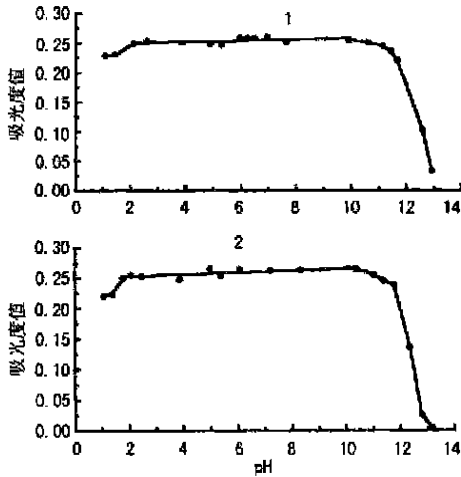
### 2.1 盐酸胍对试验条件的影响

从图 1 至图 5 可知, 盐酸胍的存在对邻菲罗啉亚铁吸收曲线及其吸光度稳定的酸度范围、显色剂和盐酸羟胺用量、有色物稳定性等均无影响。在有盐酸胍存在下, 邻菲罗啉亚铁吸收曲线在 505 nm 处取得最大值, 吸光度最大且稳定的 pH 范围为 2 ~ 9.5, 显色剂用量在 0.6 mL 后达到最大且在考查的 0.6 ~ 10 mL 范围内保持不变, 有色物在考查的时间范围 2 ~ 500 min 内稳定。因此将最佳测定

\* 收稿日期: 2003- 02- 24

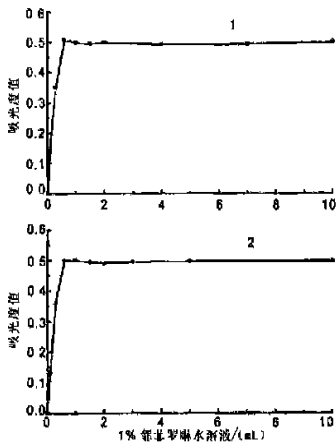
作者简介: 巫淼鑫 (1964- ), 男, 浙江武义人, 副研究员, 硕士, 主要从事仪器分析和化学分析方面的研究。

条件选在吸收波长 505 nm, 溶液 pH 4.6 左右, 显色剂和盐酸羟胺用量分别为 5.0 和 2.5 mL, 放置时间 10 min。



1. 50 mL 溶液中含 1.00 g 盐酸胍; 2. 不含盐酸胍

图 1 酸度对吸光值的影响

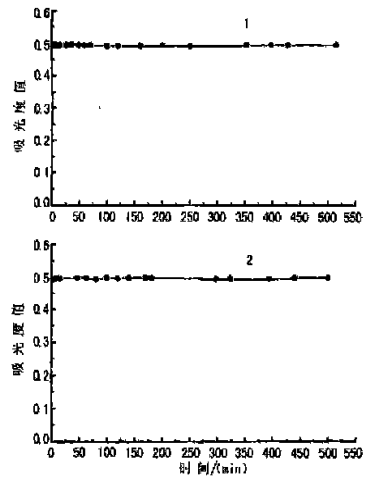


1. 50 mL 溶液中含 1.00 g 盐酸胍; 2. 不含盐酸胍

图 2 邻菲罗啉用量对吸光值的影响

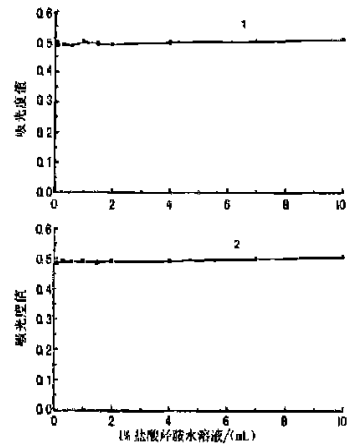
## 2.2 回收率及工作曲线

在工作曲线绘制步骤中加入 4 mL 盐酸胍溶液, 每个点平行测定 3 次, 所得回收率列于表 1 中。从回收率可知盐酸胍存在对邻菲罗啉亚铁吸收既无增敏也无退色作用; 另外测得盐酸胍水溶液本身在 505 nm 处无吸收; 因此在绘制工作曲线时可不加精制盐酸胍。工作曲线如图 6 所示, 在 0~40  $\mu\text{g}$  范围内, 其线性方程为  $A = 0.012c + 0.002$ ,  $r = 0.9999$ 。



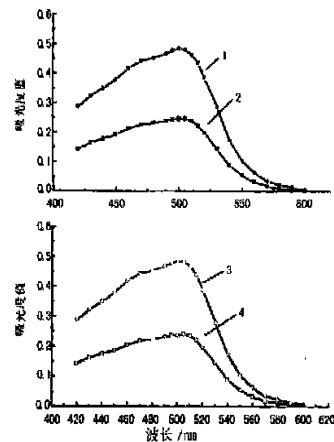
1. 50 mL 溶液中含 1.00 g 盐酸胍; 2. 不含盐酸胍

图 3 有色溶液的稳定性



1. 50 mL 溶液中含 1.00 g 盐酸胍; 2. 不含盐酸胍

图 4 盐酸羟胺用量对吸光值的影响



1. 50 mL 溶液中含 40  $\mu\text{g}$   $\text{Fe}^{3+}$  和 1.00 g 盐酸胍;  
2. 50 mL 溶液中含 20  $\mu\text{g}$   $\text{Fe}^{3+}$  和 1.00 g 盐酸胍;  
3. 50 mL 溶液中含 40  $\mu\text{g}$   $\text{Fe}^{3+}$  (不含盐酸胍);  
4. 50 mL 溶液中含 20  $\mu\text{g}$   $\text{Fe}^{3+}$  (不含盐酸胍);

图 5 邻菲罗啉亚铁吸收曲线

## 2.3 样品分析

在上述最佳条件下测定样品中铁含量 9 次, 平

均值为 $0.3 \times 10^{-6}$ ，相对标准偏差为 40%。因该样品中铁含量很低，因此相对标准偏差较大。若样品中铁含量为 $5 \times 10^{-6}$ ，平行测定 3 次，其相对标准偏差为 2%。从上述试验及其结果可知可用邻菲罗啉光度法直接测定盐酸胍中微量铁。

表 1 回收率试验数据表

编号	1	2	3	4	5
铁含量/ $\mu\text{g}$	5.0	10.0	20.0	30.0	40.0
吸光度值 <sup>1)</sup>	0.063	0.122	0.244	0.363	0.481
吸光度值 <sup>2)</sup>	0.062	0.121	0.243	0.364	0.482
回收率, %	98.4	99.1	99.6	100.3	100.2

1) 溶液中不含盐酸胍; 2) 50 mL 溶液中含 1.00 g 盐酸胍。

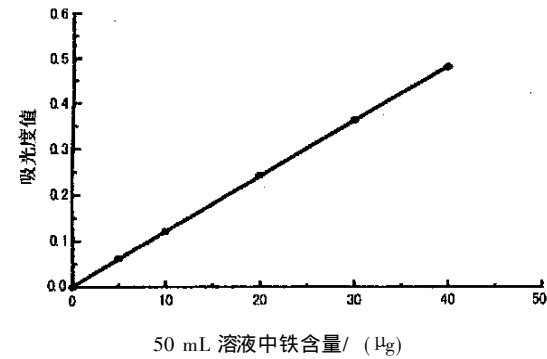


图 6 校正曲线

参考文献:

[1] 徐克勋. 精细有机化工原料及中间体手册 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1999.

[2] 司航. 化工产品手册: 有机化工原料 [M]. 北京: 化学工业出版社, 1999. 503- 504.

[3] 巫淼鑫, 许华祥. 盐酸胍中微量砷的光度测定 [J]. 江苏石油化工学院学报, 2002, 14 (3): 28- 29.

[4] Fluka Chemic AG. Fluka Handbook of Chemika- Biochemika and Analytika, Switerzerland [M]. Buchs: Fluka Chemic AG, 1995. 758- 759.

[5] 张济新. 分析化学实验 [M]. 上海: 华东化工学院出版社, 1989. 104- 109.

[6] 成都科学技术大学分析化学和浙江大学分析化学教研室. 分析化学实验 [M]. 上海: 高等教育出版社, 1982. 147- 152.

Spectrophotometric Determination of Micro Amount Iron in Guanidine Hydrochloride with 1, 10- Phenanthroline

WU Miao- xin

(Analysis Center, Jiangsu Polytechnic University, Changzhou 213016, China)

Abstract: An analytical method, spectrophotometric determination of micro amount iron in guanidine hydrochloride with 1, 10- phenanthroline, was established. When iron amount in the sample was  $5 \times 10^{-6}$ , its relative standard deviation was 2%. It was proven that the relation curves between absorbance and wave length or acidity, 1, 10- phenanthroline, laid time were not affected by guanidine hydrochloride.

Key words: guanidine hydrochloride; iron; 1, 10- phenanthroline; spectrophotometry