

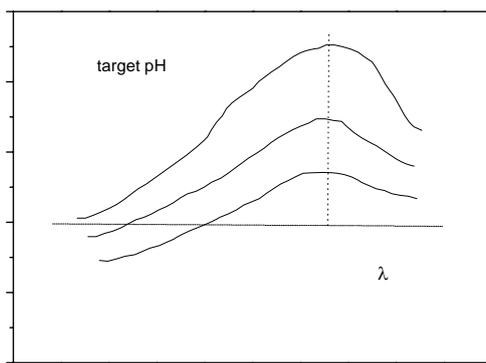
自由基褪色法测定微量M

一 预选实验

考虑使用 $\text{Fe}^{2+}+\text{H}_2\text{O}_2$ 体系作为偶 N 类显色剂(L)高级氧化剂, 测定离子 M(= Cu^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 等)。实验所有 M (~5-10 μg , 除 Ca、Mg、Al 等外) 与 L 混合, 与空白比较, 观察颜色变化。10 分钟后, 在全部反应液中加入 Fe^{2+} 、 H_2O_2 观察褪色, 不褪色者为待测 M。

二、实验过程

1. pH 选择 (固定 M 5~10 μg , L~1 μmol), 以氨性或醋酸盐缓冲液为介质, 配制 6~8 个 pH 反应体系, 以试剂为参比进行光谱扫描[注: M-L 需要反应 10min 后再加 Fe^{2+} 、 H_2O_2], 找出最灵敏反应 pH, 选定工作波长。



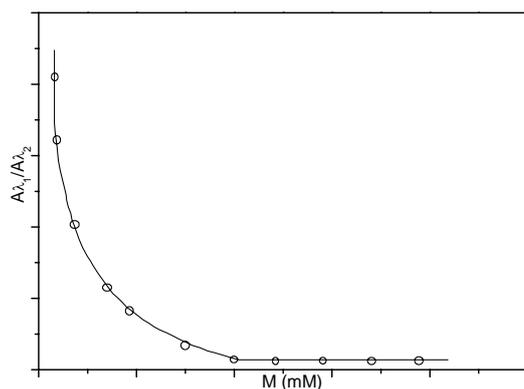
2. 配合物形成 (不加 Fe^{2+} 、 H_2O_2)

2.1 α 变化 (固定 L, 改变 M 浓度、以水为参比在 λ_1 、 λ_2 下测 M、L 体系吸光度, 计算 $A_{\lambda_1}/A_{\lambda_2}$)

$$\alpha = \frac{A_{\lambda_1}^{\text{ML}}}{A_{\lambda_2}^{\text{ML}}}$$

and

$$\beta = \frac{A_{\lambda_2}^{\text{L}}}{A_{\lambda_1}^{\text{L}}}$$



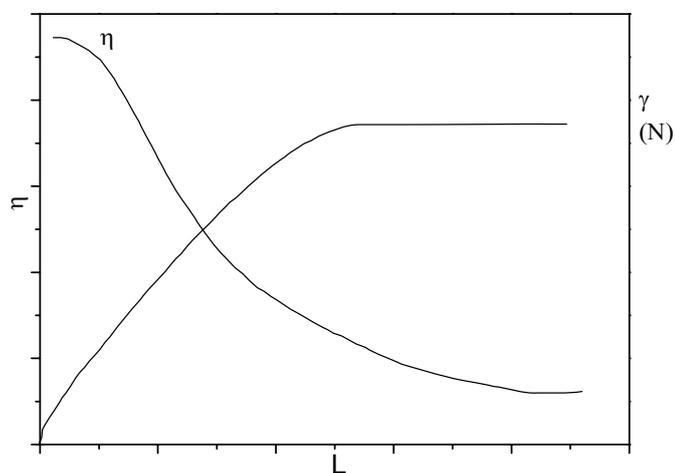
2.2 η 、 γ 计算（固定M，改变L 浓度，以水为参比测定 A_{λ_1} 、 A_{λ_2} ，按照：

$$\gamma = \eta \times \frac{C_{1.0}}{C_{M0}}$$

where

$$\eta = \frac{A_c - A_{\lambda_2}}{A_{\lambda_2}^L} + 1$$

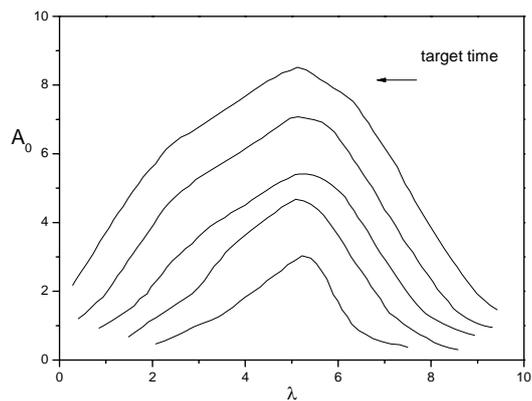
计算 η 、 γ ，其中： $A_c = \frac{A_{\lambda_2} - \beta A_{\lambda_1}}{1 - \alpha\beta}$



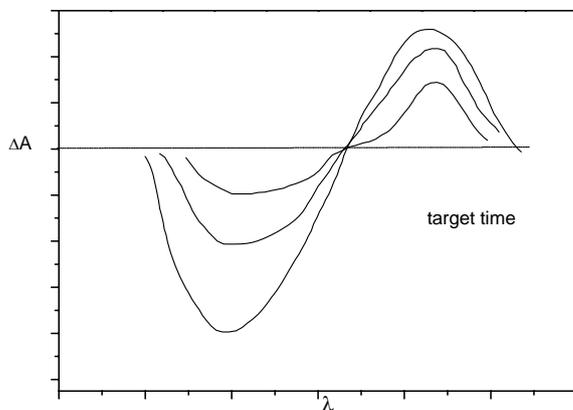
3.时间影响

3.1 L 褪色

在L 中加 Fe^{2+} 、 H_2O_2 后，以空白为参比进行时间扫描。观察多长时间后全部褪色。

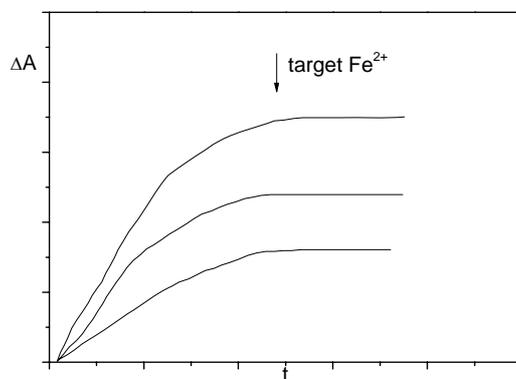


3.2 M-L 反应 (不加 Fe^{2+} 、 H_2O_2) (空白参比) 观察反应稳定时间, 此时间即为 Fe^{2+} 、 H_2O_2 的加入时间。

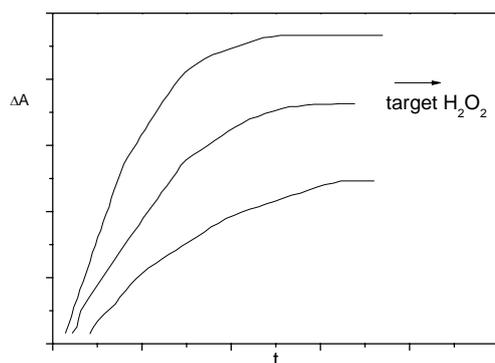


4. Fe^{2+} 、 H_2O_2 用量实验

4.1 Fe^{2+} 用量 (固定 M、L、 H_2O_2 加入量和反应时间) 在 λ_1 下以空白为参比, 测 $\Delta A \sim$ 时间关系。

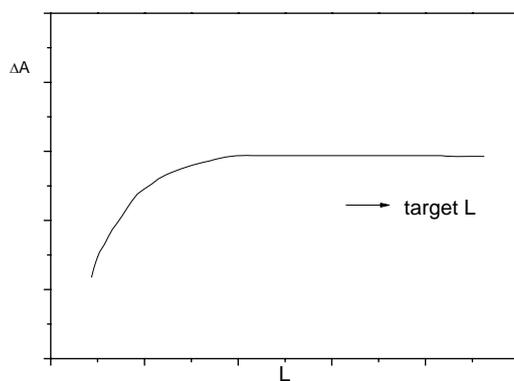


4.2 H_2O_2 用量 (固定 M、L、 Fe^{2+} 和反应时间)

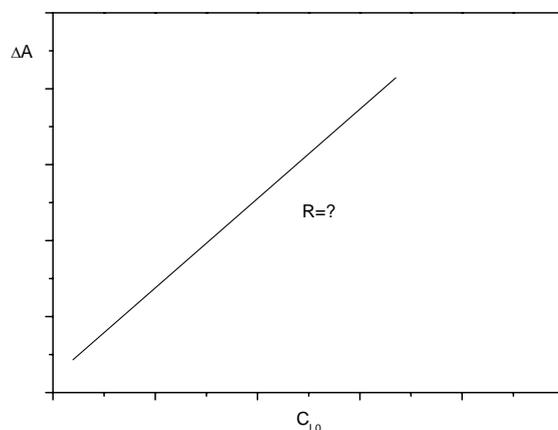


5 标准系列实验

5.1 L 用量 (固定 M、 Fe^{2+} 、 H_2O_2 、时间) 测 $\Delta A \sim L$ 浓度关系



5.2 标准曲线 (固定 L、 Fe^{2+} 、 H_2O_2 、时间, 改变 M) 测 $\Delta A \sim M$ 关系



5.3 空白实验: 20 次平行空白, 测 A_0 , 计算 SD 以及 $\text{LOD}=3\text{SD}$

5.4 干扰实验: 除目标 M 外的 M^{x+} 、阴离子等 20~30 种

6 样品分析

(以污水、废水样品为主) 至少对 3~5 个水样样品进行分析, 每个样品平行 6 个, 加标 3 个, 并用经典法验证结果 (AAS、ICP 等) 的准确性。

三 论文撰写

- 1、考虑使用 CPA 法（如反应时间短）
- 2、标注基金资助