

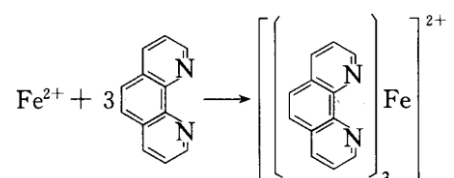
分光光度法测定水中总铁

一. 实验目的

1. 掌握选择分光光度分析的条件及分光光度测定铁的方法。
2. 掌握分光光度计的性能、结构及其使用方法。

二. 实验原理

水合铁离子具有一定的颜色，在浓度不高时，颜色不深，如果直接以该吸收作为定量依据，检测灵敏度低。1, 10-二氮菲是测定铁的一种很好的显色剂，在 pH=2~9（一般维持 pH=5~6）时，与二价铁生成稳定的红色配合物：



其 $\lg K_{\text{稳}}=21.3$ ，在 510 nm 下摩尔吸光系数 $\epsilon=1.1 \times 10^4 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ 。

用盐酸羟胺将 Fe(III) 还原为 Fe(II)，用 1, 10-二氮菲作显色剂，可测定试样中总铁。

本法选择性高，相当于铁量 40 倍的锡(II)、铝(III)、钙(II)、镁(II)，锌(II)、硅(II)，20 倍的铬(VI)、钒(V)、磷(V)，5 倍的钴(II)、镍(II)、铜(II)不干扰测定。

为了使测定结果有较高的灵敏度和准确度，必须选择适宜的测量条件，主要包括入射光波长、显色剂用量、有色溶液的稳定性、溶液酸度等。

1. 入射光波长

为了使测定结果有较高的灵敏度，应选择被测物质的最大吸收波长的光作为入射光。这样，不仅灵敏度高，准确度也好。当在最大吸收波长处有干扰物质吸收存在时，不能选择最大吸收波长，可根据“吸收最大，干扰最小”的原则来选择测定波长。

2. 显色剂用量

加入过量显色剂，能保证显色反应进行完全，但过量太多，也会带来副反应，如增加空白溶液的颜色、改变组成等。显色剂的合适用量可通过实验来确定。由

一系列被测元素浓度相同、不同显色剂用量的溶液分别测其吸光度，作吸光度—显色剂用量曲线，找出曲线平坦部分，选择一个合适用量即可。

3. 有色配合物的稳定性

有色配合物的颜色应当稳定足够的时间，至少应保证在测定过程中吸收度基本不变，以保证测定结果的准确度。

4. 溶液酸度

许多有色物质的颜色随溶液的 pH 而改变，如酸碱指示剂的颜色与 pH 有关。某些金属离子在酸度较低时会水解，影响测定；另一些显色剂阴离子在较高 H^+ 浓度下，会与 H^+ 结合而降低显色剂浓度等。选择合适的酸度，可以在不同 pH 缓冲溶液中加入等量被测离子和显色剂，测其吸光度 A，在 A-pH 图中寻找合适的 pH 范围。

5. 干扰的排除

当被测组分与其他干扰组分共存时，必须采取适当措施排除干扰。一般采取以下几种措施：

(1) 利用被测组分与干扰物化学性质的差异，可通过控制酸度、加掩蔽剂、氧化剂等办法消除干扰。

(2) 选择合适的入射光波长，避免干扰物引入的吸光度误差。

(3) 采取合适的参比溶液来抵消其他组分或试剂在测定波长下的吸收。

三. 仪器与试剂

仪器：723 型—光栅可见分光光度计；250-mL 容量瓶 1 个，100-mL 容量瓶 1 个，50-mL 容量：7 个；25-mL、10-mL、5-mL 吸管各 1 支；10-mL 吸量管 1 支；烧杯；量筒。

试剂：100.0 $\mu\text{g/mL}$ Fe^{3+} 标准溶液：吸取 1.000 mg/mL Fe^{3+} 储备液 10.00 mL 于 50 mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀；10.00 $\mu\text{g/mL}$ Fe^{3+} 标准溶液：吸取 100.0 $\mu\text{g/mL}$ Fe^{3+} 标准溶液 25.00 mL 于 250-mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀；0.15% 1,10-二氮菲水溶液；10% 盐酸羟胺水溶液（新鲜配制）；1 mol/L 乙酸钠溶液。

四. 实验步骤

1. 吸收曲线的绘制和测量波长的选择

用吸管吸取 10.00 $\mu\text{g/mL}$ 铁标准溶液 10 mL 于 50-mL 容量瓶中, 加入 1 mL 10% 盐酸羟胺溶液, 摇匀。加入 2 mL 0.15% 1, 10-二氮菲溶液和 5 mL 乙酸钠溶液, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。用 1-cm 比色皿, 以试剂空白为参比, 在 450~550nm, 每隔 10 nm 测量样品的吸光度, 在具有最大吸收波长前后各 5 nm 再进行测量。在所测数据中, 挑出具有最高吸光度的波长, 定为最大吸收波长 λ_{max} 。

2. 标准曲线的绘制

取 5 个 50 mL 容量瓶, 用吸量管分别加入 10.00 $\mu\text{g/mL}$ 铁标准溶液 2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL, 1 mL 10% 盐酸羟胺溶液, 2 mL 0.15% 1, 10-二氮菲溶液, 5 mL 乙酸钠溶液, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。在选定最大吸收波长 λ_{max} 下, 用 1 cm 比色皿, 以试剂空白为参比, 测定各溶液吸光度。绘制 A-c 标准曲线。

3. 铁含量的测定

取未知铁试样 10.00 mL 于 50 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 10% 盐酸羟胺溶液、2 mL 0.15% 1, 10-二氮菲溶液和 5 mL 乙酸钠溶液, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀。在与标准曲线同样条件下测量其吸光度。

五. 结果处理

1. 根据条件实验的数据分别绘制吸光度随波长变化的曲线, 得出最大吸收波长。
2. 绘制标准曲线。
3. 由未知试样测定结果求出试样中铁含量。

六. 注意事项

1. 试样和工作曲线测定的实验条件应保持一致, 所以最好两者同时测定。
2. 盐酸羟胺易氧化, 不能久置。

七、思考题

1. 分光光度计由哪些部件组成？为什么用光栅作色散元件？光电管的作用是什么？使用该仪器时要注意哪些问题？
2. 实验中为什么要进行各种条件试验？
3. 如果试样中有某种干扰离子，此离子在测定波长处也有吸收，应如何处理？