

苏州大学实验报告

院、系 化学部 年级专业 2023级化培 姓名 张璐 学号 2109401026
 课程名称 分析化学实验(下) 成绩 _____
 指导教师 严吉林 同组实验者 黄月、张璐乐、邹颖 实验日期 2023.4.27

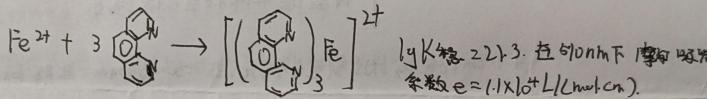
实验名称 分光光度法测定水中总铁

一、实验目的

- 掌握选择分光光度分析的条件及分光光度测定铁的方法。
- 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 $\text{pH}=2\sim 9$ 时（ Fe^{2+} 的 $\text{pH}_{\text{半峰}}=5\sim 6$ ），与二价铁生成稳定的红色配合物：



用盐酸羟胺将 Fe^{3+} 还原为 Fe^{2+} ，用 1,10-二氮菲 作显色剂，可测定试样中总铁。为保证宣读具有较高的灵敏度和准确度，必须选择适合的测量条件，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

选被测物的最大吸收波长的光作为入射光，若最大吸收处有干扰物质，则根据“吸收最大，干扰最小”原则来选。

2. 显色剂用量

加过量显色剂保证反应完全，过量太多有副反应。由一系列被测元素浓度相同不同显色剂用量的溶液测吸光度，作标准曲线或曲线平坦处，选择合适用量。

3. 红色配合物的稳定性。

4. 溶液酸度

许多络合物的稳定性会随 pH 改变；选择合适的酸度，可在不同 pH 缓冲液中加入适量被测离子和显色剂，测其吸光度 A ，在 $A-\text{pH}$ 图上寻找合适 pH 范围。

5. 不干扰消除

- 利用被测物与干扰物化学性质差别，通过控制 pH ，加掩蔽剂、氧化剂消除干扰。
- 选择适宜入射波长，避免干扰物引入吸光度误差。
- 采用多参数比浊法抵消某些杂质或试剂在测定波长的吸收。

三、仪器与试剂

仪器：723型一光程可见分光光度计； 250-mL 容量瓶 1个 ， 100-mL 容量瓶 1个 ， 50-mL 容量瓶 7个 ； 25-mL ， 10-mL ， 5-mL 吸量管 1支 ； 10-mL 吸量管 1支 ；烧杯、量筒。

试剂： $100.0\text{ }\mu\text{g/mL}$ 铁标准溶液：吸取 1.000 mg/mL 铁标准液 10.00 mL 于 50 mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀； $10.00\text{ }\mu\text{g/mL}$ 铁标准溶液 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

吸取 $10.00\text{ }\mu\text{g/mL}$ 铁标准溶液 10 mL 于 50 mL 容量瓶中，加入 1 mL 10% 盐酸羟胺， 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，以蒸馏水为参比，在 $450\sim 580\text{ nm}$ ，每隔 10 nm 测样品吸光度，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，选择最大吸收波长，定为最大吸收波长 λ_{max} 。

2. 标准曲线的绘制

取 50 mL 容量瓶，用吸量管分别加入 $10.00\text{ }\mu\text{g/mL}$ 铁标准溶液 2.00 mL ， 4.00 mL ， 6.00 mL ， 8.00 mL ， 10.00 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，在选定 λ_{max} 下， 1-cm 比色皿，以蒸馏水为参比，测定吸光度，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， 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，在与标准曲线同样情况下测其吸光度。

五、实验数据处理

1. 最大吸收波长如图 511.00 nm 。

2. 标准曲线如图所示。

$$3. y = 0.0852x + 0.0078$$

当 $y=0.1650\text{ nm}$ 时， $x=3.768$ 杆浓度 $3.768\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

杆浓度	吸光度	$\lambda = 0.1650\text{ nm}$
1	$2.00\text{ }\mu\text{g/mL}$	0.0905 nm
2	$4.00\text{ }\mu\text{g/mL}$	0.1733 nm
3	$6.00\text{ }\mu\text{g/mL}$	0.2621 nm
4	$8.00\text{ }\mu\text{g/mL}$	0.3419 nm
5	$10.00\text{ }\mu\text{g/mL}$	0.4111 nm