

# 苏州大学实验报告

院、系 材料部 年级专业 11级化学 姓名 李盼 学号 2103401026  
课程名称 分析化学实验 (F) 成绩  
指导教师 严志林 同组实验者 黄日、张厚乐、邹颖 实验日期 2023.4.27

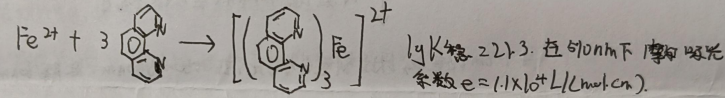
实验名称 分光光度法测定水中总铁

## 一、实验目的

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. 掌握分光光度计的构造、结构及其使用。

## 二、实验原理

三价铁离子有一定的颜色，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 时（最佳 pH=5~6），与二价铁生成稳定红色配合物：



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。为使测定结果有较高的灵敏度和准确度，必须选择合适的测量条件，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

选择被测物质最大吸收波长的光作入射光，若最大吸收有干扰物质，则根据“吸收最大，干扰最小”原则来选。

### 2. 显色剂用量

加过量显色剂保证显色反应完全，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，作标准曲线找曲线平坦处，选择合适用量。

### 3. 红色配合物的稳定性

有色配合物的颜色应稳定足够时间。

### 4. 溶液酸度

许多有色物质的颜色会随 pH 改变；选择合适酸度，可在不同 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 pH 范围。

### 5. 干扰消除

- ① 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。
- ② 选择透入射波长，避开干扰物引入吸光度误差。
- ③ 采用参比溶液抵消某些组分或试剂在测定波长的吸收。

## 三、仪器与试剂

仪器：723 型一光栅可见分光光度计；250ml 容量瓶 1 个，100ml 容量瓶 1 个，50ml 容量瓶 1 个；25ml、10ml、5ml 吸量管 1 支；10ml 吸量管 1 支；烧杯、量筒。

试剂：1000 μg/ml Fe<sup>2+</sup> 标准溶液：吸取 1.000 mg/ml Fe<sup>2+</sup> 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 μg/ml Fe<sup>2+</sup> 标准溶液：吸取 10.00 μg/ml Fe<sup>2+</sup> 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 μg/ml 铁标准溶液 10 ml 于 50 ml 容量瓶中，加入 1 ml 10% 盐酸羟胺，加 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 450~550 nm，每隔 10 nm 测吸光度，在具有最大吸收波长前后各 5 nm 再进行测量，在所测波长中，选有最大吸收波长的波长，定为最大吸收波长  $\lambda_{\text{max}}$ 。

### 2. 标准曲线的绘制

5 个 50 ml 容量瓶，用吸量管分别加入 10.00 μg/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，5 ml 乙酸钠溶液，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，在选定  $\lambda_{\text{max}}$  下，用 1 cm 比色皿，以试剂空白为参比，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定吸光度。

## 五、实验数据处理

1. 最大吸收波长如图为 511.00 nm。

2. 标准曲线如图所示。

3.  $y = 0.0832x + 0.0078$

当  $y = 0.1650$  时， $x = 3.7768$  标准曲线  $3.7768 \mu\text{g}/\text{ml}$ 。

标准样	浓度	0.1650 nm
1	2.00 μg/ml	0.0900 nm
2	4.00 μg/ml	0.1730 nm
3	6.00 μg/ml	0.2610 nm
4	8.00 μg/ml	0.3490 nm
5	10.00 μg/ml	0.4410 nm