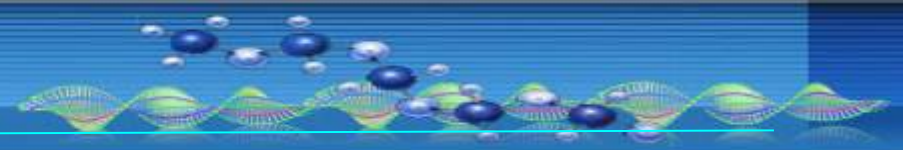


水中微量铁的含量测定 ——标准曲线法



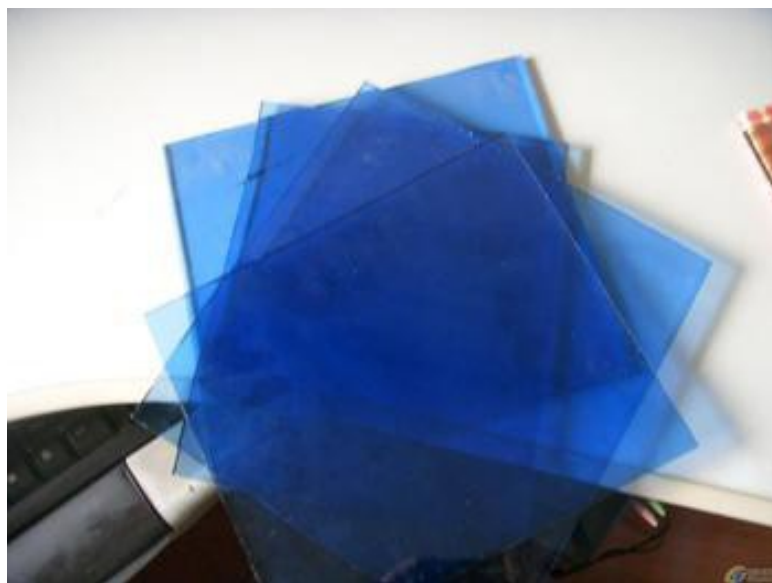
实验目的

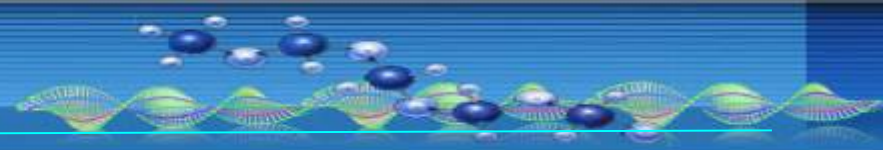
- 学习确定实验条件的方法，掌握邻二氮菲分光光度法测定微量铁的方法原理。
- 掌握分光光度计的使用方法，并了解此仪器的主要构造。

二、实验原理

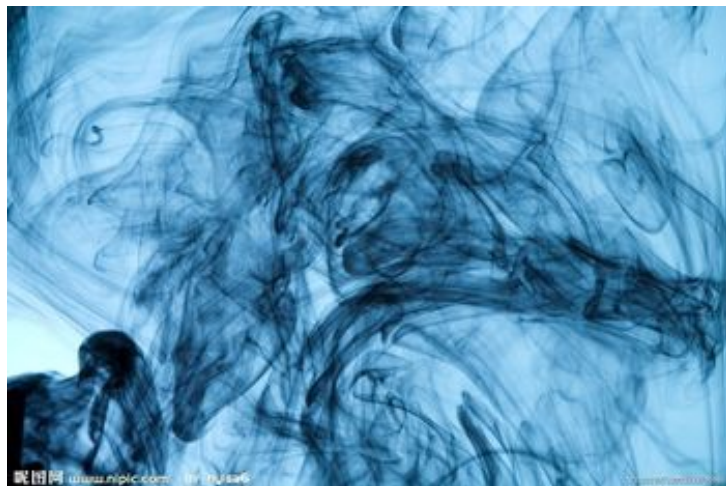
朗伯—比耳定律

- 布格 (Bouguer) 和朗伯 (Lambert) 先后于 1729 年和 1760 年阐明了光的吸收程度和吸收层厚度的关系。 $A \propto b$





❖ 1852年比耳 (Beer) 又提出了光的吸收程度和吸收物浓度之间也具有类似的关系。 $A \propto c$



❖ 二者的结合称为朗伯—比耳定律。

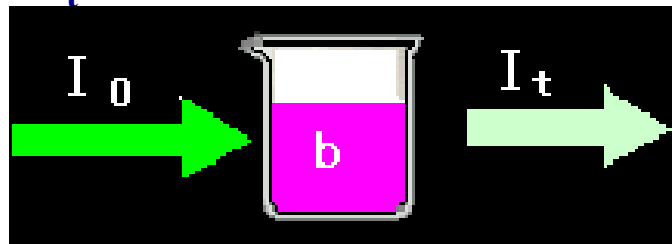
二、实验原理

朗伯—比耳定律

吸光度 A：表征物质对光吸收程度的量。

$$A = \lg I_i / I_t = -\lg T = \varepsilon bc$$

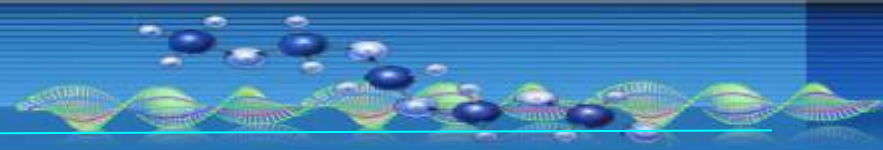
- A-- 吸光度
- ε -- 摩尔吸光系数
- C-- 被测物浓度
- I_i -- 入射光强
- T-- 透过率
- b-- 液层厚度（光程长度）
- I_t -- 透射光强





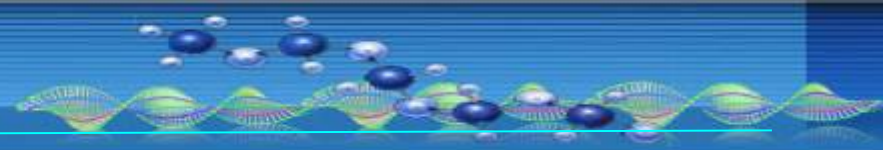
标准（工作）曲线

标准（工作）曲线绘制方法：在 λ 、 b 固定的情况下，测定一系列不同浓度的标准溶液的吸光度，作 $A \sim c$ 图，在相同条件下测定样品溶液的吸光度，从曲线上可查出被测样品的浓度。



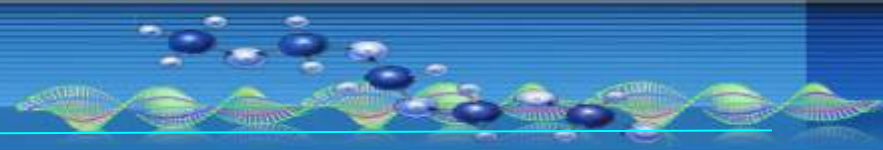
三、仪器

仪器：分光光度计 1 台； 1cm 吸收池一套； 0.2ml 吸量管 1 支， 1ml 吸量管 2 支； 2mL 吸量管 1 支； 5mL 吸量管 2 支； 50ml 容量瓶 7 个（标准曲线使用 6 个，水样检测使用 1 个）。



分光光度计的保养与维护

- ❖ 安置在干燥、无污染的地方；
- ❖ 仪器停止工作时，必须切断电源，应按开关机顺序关闭主机和稳流稳压电源开关；
- ❖ 比色皿使用完毕后，立即用蒸馏水或有机溶剂冲洗干净，把水渍擦净；



四、试剂

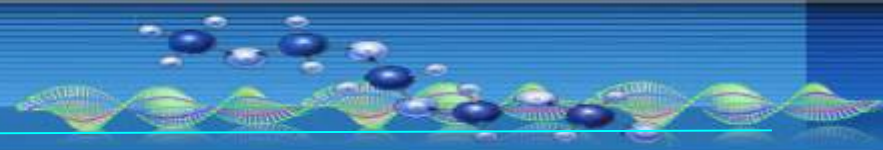
$1.5\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 邻二氮菲水溶液；

$100\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸羟胺溶液（新配）；

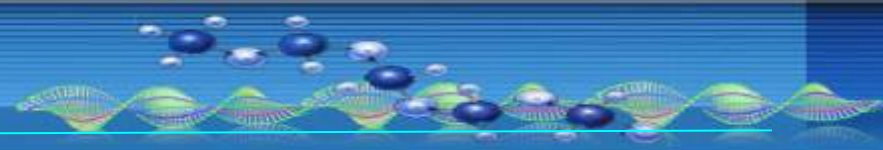
$1.0\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 乙酸钠溶液；

$100.00\text{ ug}\cdot\text{mL}^{-1}$ 铁标准溶液；

水样，铁浓度未知。



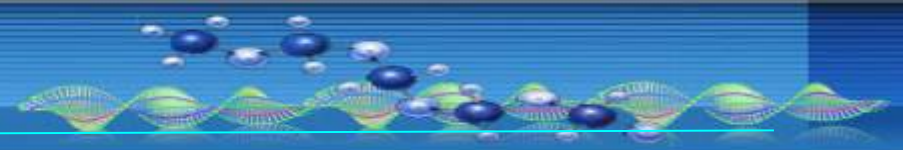
1. 乙酸钠缓冲溶液：称取 **136g** 结晶乙酸钠（或 **88g** 无水乙酸钠），初溶于少量纯水中，再定容至 **1000ml**，混匀，备用。（注意：因为乙酸钠的溶解会大量吸热，可适当加热）
2. 盐酸羟胺溶液（**100g/l**）：称取 **10g** 盐酸羟胺溶于纯水中，并稀释至 **100ml**。
3. 二氮杂菲溶液（**1.5g/L**）：称取 **0.15g** 二氮杂菲溶解于加有 **2** 滴盐酸的纯水中，并稀释至 **100ml**。
4. 铁标准储备液（**500ug/ml**）：称取 **0.8776g** 硫酸亚铁铵，溶于少量纯水，加 **3ml** 盐酸，于容量瓶中用纯水定容成 **250ml**。（注意：亚硫酸铁铵的称量必须精确）
5. 铁标准使用溶液（**100.0ug/ml**）此溶液使用时现配。



五、实验步骤

(一) 准备工作

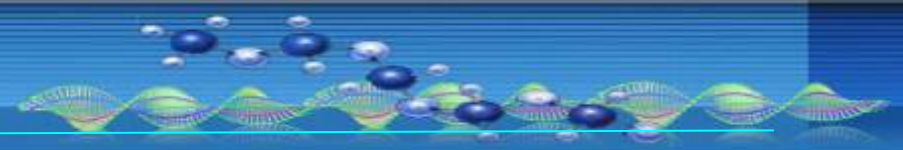
打开分光光度仪电源开关，预热。



五、实验步骤

(二) 标准曲线的制作

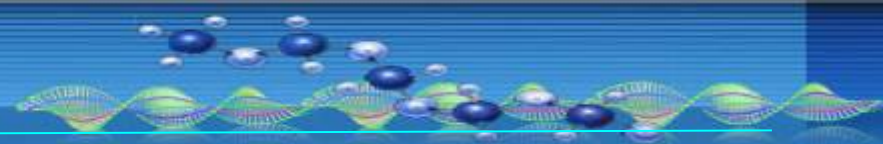
取 50ml 容量瓶 6 个，用移液管分别加入铁标准溶液 0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL，加入 1mL $100\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸羟胺溶液，摇匀，加入 5.0 mL 1mol/L 乙酸钠溶液，混匀后再加 2 mL $1.5\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 二氮杂菲溶液，以水稀释至刻度，摇匀，放置 5min。在 490-530nm 处，测定 $2.0\text{ug}\cdot\text{mL}^{-1}$ ，找取最大吸收波长，用 1cm 比色皿，以试剂空白（1 号管）为参比，测吸光度 A 并记录。绘制标准曲线（可用 Excel 处理）。



五、实验步骤

(三) 水样的测定

取 50ml 容量瓶 1 个，用移液管分别加入水样溶液 2mL ， 加入 1 mL $100\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸羟胺溶液，摇匀，加入 5.0 mL 1mol/L 乙酸钠溶液，混匀后再加 2mL $1.5\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 二氮杂菲溶液以纯水稀释至刻度，摇匀，放置 5min 。在 510nm 处，用 1cm 比色皿，以标准曲线一号管空白为参比，测吸光度 A 并记录。从曲线上查出样品管中铁的质量。



铁标准溶液	0.0			
(用 0.2ml 管)	0.20			
	0.40	+1ml 盐酸羟胺	+5ml 乙酸钠	2ml 邻二氮菲
管)	0.60	(用 1ml 管)	(用 5ml 管)	(用 2ml 管)
	0.80	(7 管都需要加)		
	1.00			
水样溶液	2.0			
(用 2ml 管)				

最后用蒸馏水稀释至 50ml



六、数据处理

水样中铁的质量浓度计算公式：

水样中总铁的质量浓度按式(20)计算。

$$\rho(\text{Fe}) = \frac{m}{V}$$

式中：

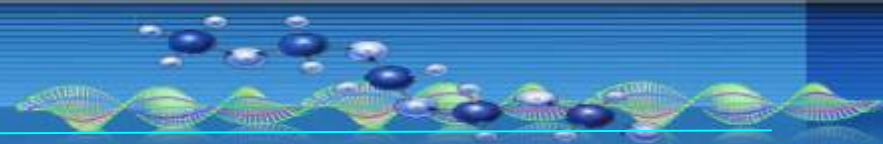
$\rho(\text{Fe})$ ——水样中总铁的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

m ——从校准曲线上查得的样品管中铁的质量，单位为微克(μg)

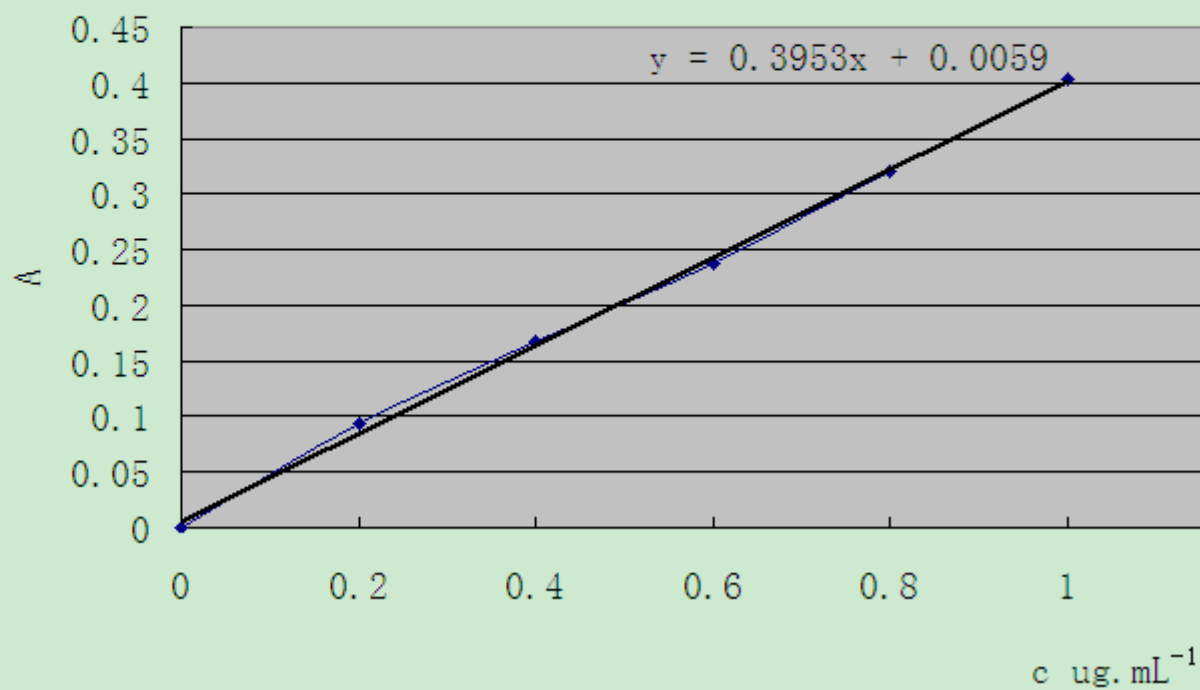
V ——水样体积，单位为毫升(ml)。

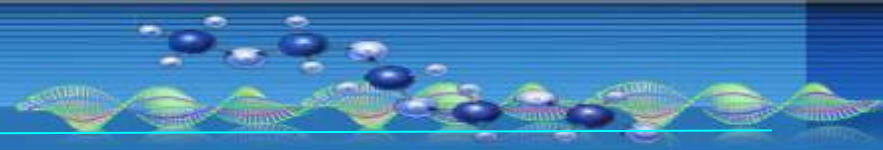
六、数据处理:

标准溶液体积 (ml)	0.00	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
铁质量 (u g)	0	20	40	60	80	100
吸光度 A						
标准曲线 $Y=aX+b$						
相关系数 r						
样品体积 (ml)	2.00					
吸光度 A						
样品中铁的质量浓度 (ug/ml)	x/2					



邻二氮菲微量铁的含

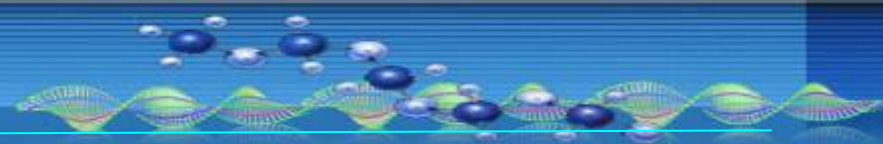




七、实验注意事项

不能颠倒各种试剂的加入顺序。





乐园网 www.962.net



962.NET
乐园网