

实验六

邻菲罗啉分光光度法测定铁



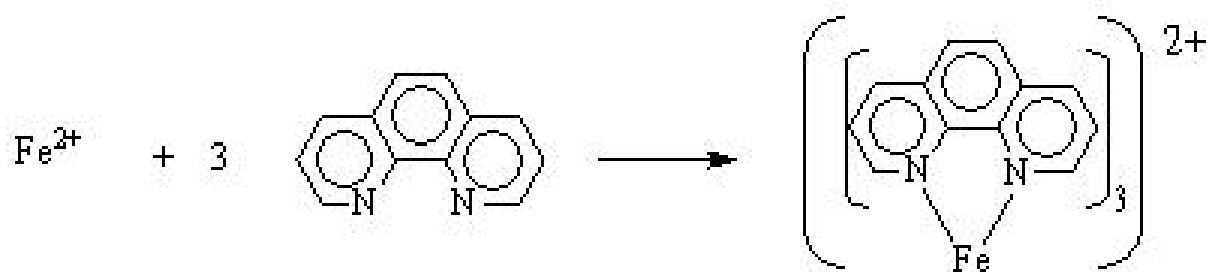
一、实验目的

- 掌握邻菲罗啉光度法测定铁的原理和方法
- 学习绘制吸收曲线的方法，掌握绘制吸收曲线的目的
- 学会752型紫外可见分光光度计的使用方法



二、实验原理

在pH值2~9的溶液中，邻菲啰啉与铁生成稳定的红色配合物。该红色配合物的最大吸收峰在510 nm波长处。



邻菲啰啉

橙红色



二、实验原理

注意事项:

- 1、该实验的选择性很高，其他二价阳离子不能干扰该实验测定。
- 2、由于 Fe^{3+} 也可与邻菲罗啉反应，生成淡蓝色配合物，所以应在显色前将 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} ，再与邻菲罗啉反应测定试样中的总铁。
- 3、 Fe^{2+} 与邻菲罗啉在pH2~9的范围内都能显色，为了尽量减少其他离子的影响，通常在微酸性（pH \approx 5）溶液中显色。



三、仪器与试剂

- 仪器

- 752型紫外可见分光光度计
- 25 mL比色管、1 cm比色皿
- 1 mL、2 mL、5 mL移液管

- 试剂

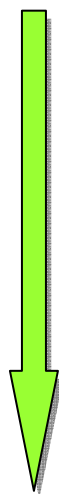
- 标准铁溶液（ $100 \mu\text{g/mL}$ ）
- 邻菲罗啉（0.15%水溶液新鲜配制）
- 盐酸羟氨（10%水溶液，临用时配制）
- NaAc-HAc缓冲溶液（1.0 mol/L）



四、实验步骤

1. 系列标准溶液的配制

取6只25 mL比色管，编号。用移液管分别加入0.00 mL, 0.10 mL, 0.20 mL, 0.30 mL, 0.40 mL, 0.50 mL标准铁溶液（含铁100 $\mu\text{g/mL}$ ）。



加入0.50 mL 10% 盐酸羟胺

加入1 mL 0.15% 邻菲罗啉溶液

加入2.5 mL 1.0 mol/L NaAc-HAc缓冲溶液

以去离子水稀释至刻度，摇匀后静置5 min。



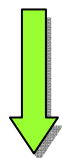
四、实验步骤

2. 吸收曲线的制作

在752型紫外可见分光光度计上，用1 cm比色皿，采用试剂溶液（1号比色管）为参比溶液，用6号比色管测定，在440~560 nm间，每隔10 nm测定一次吸光度。



以波长 λ 为横坐标，吸光度 A 为纵坐标，绘制吸收曲线。



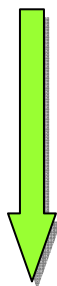
选择测定铁的最佳波长（一般选用最大吸收波长 λ_{\max} ）



四、实验步骤

3. 标准曲线的制作

在所选择的波长下，用**1 cm**比色皿，以试剂溶液为参比溶液，测定各溶液的吸光度。



以铁的微克数为横坐标，吸光度为纵坐标，作图绘制标准曲线。



四、实验步骤

4. 未知溶液中铁的测定

用移液管准确移取**1.00 mL**未知溶液于**25 mL**比色管中。

↓ 加入**0.50 mL 10%**盐酸羟胺，摇匀，放置**2**分钟。
加入**1.00 mL 0.15%**邻菲罗啉溶液
加入**2.50 mL 1.0 mol/L NaAc-HAc**缓冲溶液

以水稀释至刻度，摇匀。

↓
在与标准曲线相同波长处，用**1 cm**比色皿，以试剂溶液为参比溶液，测定其吸光度，然后从工作曲线上查出铁的微克数，计算未知溶液中铁的含量（ $\mu\text{g/mL}$ ）。



五、752型紫外可见分光光度计





