

水中总铁含量的测定（分光光度法）

方法原理

在 pH3 ~ 9 的条件下,低铁离子能与邻菲罗啉生成稳定的橙红色络合物,在波长 510nm 处有最大光吸收。邻菲罗啉过量时,控制溶液 pH 为 2.9 ~ 3.5,可使显色加快。水样先经加酸煮沸溶解铁的难溶化合物,同时消除氰化物、亚硝酸盐、多磷酸盐的干扰。加入盐酸羟胺将高铁还原为低铁,还可消除氧化剂的干扰。水样不加盐酸煮沸,也不加盐酸羟胺,则测定结果为低铁的含量。

仪器及试剂

美析 UV-1300 紫外分光光度计

铁标准贮备溶液:称取 0.7022g 硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,溶于 70ml 20+50 硫酸溶液中,滴加 0.02mol/L 的高锰酸钾溶液至出现微红色不变,用纯水定容至 1000ml。此贮备溶液 1.00ml 含 0.100mg 铁。

铁标准溶液(使用时现配):吸取 10.00ml 铁标准贮备溶液,移入容量瓶中,用纯水定容至 100ml。此铁标准溶液 1.00ml 含 10.0 μg 铁。

0.1%邻菲罗啉溶液:称取 0.1g 氮杂菲($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶解于加有 2 滴浓盐酸的纯水中,并稀释至 100ml。此溶液 1ml 可测定 100 μg 以下的低铁。

($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl}$)两种,都可用。

10%盐酸羟胺溶液:称取 10g 盐酸羟胺($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$),溶于纯水中,并稀释至 100ml。

乙酸铵缓冲溶液(pH4.2):称取 250g 乙酸铵($\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$),溶于 150ml 纯水中,再加入 700ml 冰乙酸混匀,用纯水稀释至 1000ml。

1+1 盐酸。

实验步骤

量取 50.0ml 振摇混匀的水样(含铁量超过 50 μ g 时,可取适量水样加纯水稀释至 50.0ml)于 100ml 三角瓶中。

注:总铁包括水体中悬浮性铁和微生物体中的铁,取样时应剧烈振摇成均匀的样品,并立即量取。取样方法不同,可能会引起很大的操作误差。

另取 100ml 三角瓶 8 个,分别加入铁标准溶液 0、0.25、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00ml,各加纯水至 50ml。

向水样及标准系列三角瓶中各加 4ml 1+1 盐酸和 1ml 盐酸羟胺溶液,小火煮沸至约剩 30ml(有些难溶亚铁盐,要在 pH2 左右才能溶解,如果发现尚有未溶的铁可继续煮沸浓缩至约剩 15ml),冷却至室温后移入 50ml 比色管中。

向水样及标准系列比色管中各加 2ml 邻菲罗啉溶液,混匀后再加 10.0ml 乙酸铵缓冲溶液,各加纯水至 50ml 刻度,混匀,放置 10~15min。

注:①乙酸铵试剂可能含有微量铁,故缓冲溶液的加入时要准确一致。

②若水样较清洁,含难溶亚铁盐少时,可将所加试剂: 1+1 盐酸、邻菲罗啉溶液及乙酸铵缓冲溶液用量减半。但标准系列与样品操作必须一致。

于 510nm 波长下,用 2cm 比色皿,以纯水为参比,测定样品和标准系列溶液的吸光度。

绘制校准曲线,从曲线上查出样品管中铁的含量。

计算

$$C=M/V$$

式中:C——水样中总铁(Fe)的浓度,mg/L;

M——从校准曲线上查得的样品管中铁的含量, μ g;

v——水样体积,ml。

关于美析

美析主营光谱类仪器 :可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、原子荧光光度计、ICP-AES、ICP-MS , 生命科学仪器 : 超微量分光光度计、全自动核酸提取仪 , 目前 , 我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验 , 结合市场的最新实际需求 , 近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。