

应用方案 | 分光光度法测铁离子含量

关键词：铁离子；分光光度法；显色反应；美析仪器：www.macylab.com;

一、分光光度法测定物质含量时应注意的事项:

1、是显色反应的条件

2、是测量吸光度的条件。显色反应的条件有：显色剂的用量、显色时间、干扰物质的消除方法、介质的酸度、显色时溶液的温度等。测量吸光度的条件包括应选择的入射光波长，吸光度范围和参比溶液等。

紫外分光光度计法测定微量铁的显色剂可以选择邻二氮菲(phen)在 $\text{pH}=2\sim 9$ 的条件下， Fe^{2+} 离子与邻二氮菲生成稳定的橘红色络合物，反应如下：

此络合物 $\lg K_{\text{稳}}=21.3$ ，摩尔吸光系数。

显色前，要用盐酸羟胺把 Fe^{3+} 离子还原为 Fe^{2+} 离子：

测定时应控制溶液酸度在 $\text{pH}=5$ 左右为宜，酸度太高，反应进行较慢，酸度太低， Fe^{2+} 离子水解，影响显色。

二、试剂和仪器

仪器：UV-1500PC（上海美析仪器有限公司）

试剂：1、100 铁标准溶液

2. 10 铁标准溶液由 100 稀释制得

3. 盐酸羟胺 10% 溶液 4. 邻二氮菲溶液 0.15% 5. NaAc 溶液 1mol/L

三、实验步骤

1、测量波长的选择

在 50ml 容量瓶中按次序准确加入以下溶液，10 铁标准溶液 5ml，10% 盐酸羟胺 1ml，摇匀，再加入 1mol/L NaAc 溶液 5ml，0.15% 邻二氮菲 3ml。用水稀释至刻度。在分光光度计上，用 1cm 比色皿以水为参比溶液，测定其在 440~580nm 之间的吸光度。并绘制图，从曲线上找出大吸收的波长。

2、显色剂用量的选择

取 7 个 50ml 容量瓶，各加入 1ml10 铁标准溶液，1ml 盐酸羟胺，摇匀。再分别加入 0.10、0.30、0.50、0.80、1.0、2.0、4.0ml 邻二氮菲和 5mlNaAc 溶液，以水稀释至刻度，摇匀，放置 10min。以水为参比溶液，在选择波长下测定各溶液的吸光度。并绘制,从曲线上找出显色及的适宜用量 V。

3、显色时间的选择

在 1 个 50ml 容量瓶中，加入 1ml10 铁标准溶液，1ml 盐酸羟胺，再加入由上述选择的适宜邻二氮菲 Vml，5mlNaAc，以水稀释至刻度，摇匀。立刻用比色皿以水为参比在选择波长下测量吸光度。然后依次测定放置 5、10、30、60min 后的吸光度。绘制图，选出与邻二氮菲显色反应所需的适宜时间。

4.标准曲线的绘制

在 6 个 50ml 容量瓶中，分别加入 0.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0ml 10 铁标准溶液，再分别加入 1ml 盐酸羟胺，2ml 邻二氮菲，5mlNaAc 溶液，用水稀释至刻度，摇匀。以水为参比溶液在选择波长、选择的适宜显色剂用量、适宜显色时间下测定各溶液的吸光度。绘制标准曲线图。

数据记录与处理

1.测量波长的选择

波长/nm	440	460	480	490	500	505	510
吸光度/A	0.139	0.156	0.175	0.178	0.185	0.190	0.192
波长/nm	515	520	530	540	560	580	
吸光度/A	0.189	0.180	0.143	0.094	0.033	0.01	

由上图知，适宜波长为=510nm

2.显色剂用量的选择

显色剂体积 V/mL

显色剂体积V/mL	0.1	0.3	0.5	0.8	1.0	2.0	4.0
吸光度/A	0.044	0.048	0.048	0.043	0.055	0.048	0.054

由上图知，适宜指示剂用量为 V=1.0ml

3.显色时间的选择

显色时间t/min	2	5	10	30
吸光度/A	0.055	0.056	0.056	0.058

由上述图知，直线斜率 $K=1.0 \times 10^{-4} \approx 0$ ，故可认为显色时间对吸光度几乎无影响。

4.标准曲线的绘制

铁标准溶液体积 v/mL

铁标准溶液体积v/mL	2.0	4.0	6.0	8.0	10.0	待测
铁标准溶液浓度b/	0.4	0.8	1.2	1.6	2.0	待测
吸光度/A	0.096	0.175	0.239	0.313	0.383	0.281