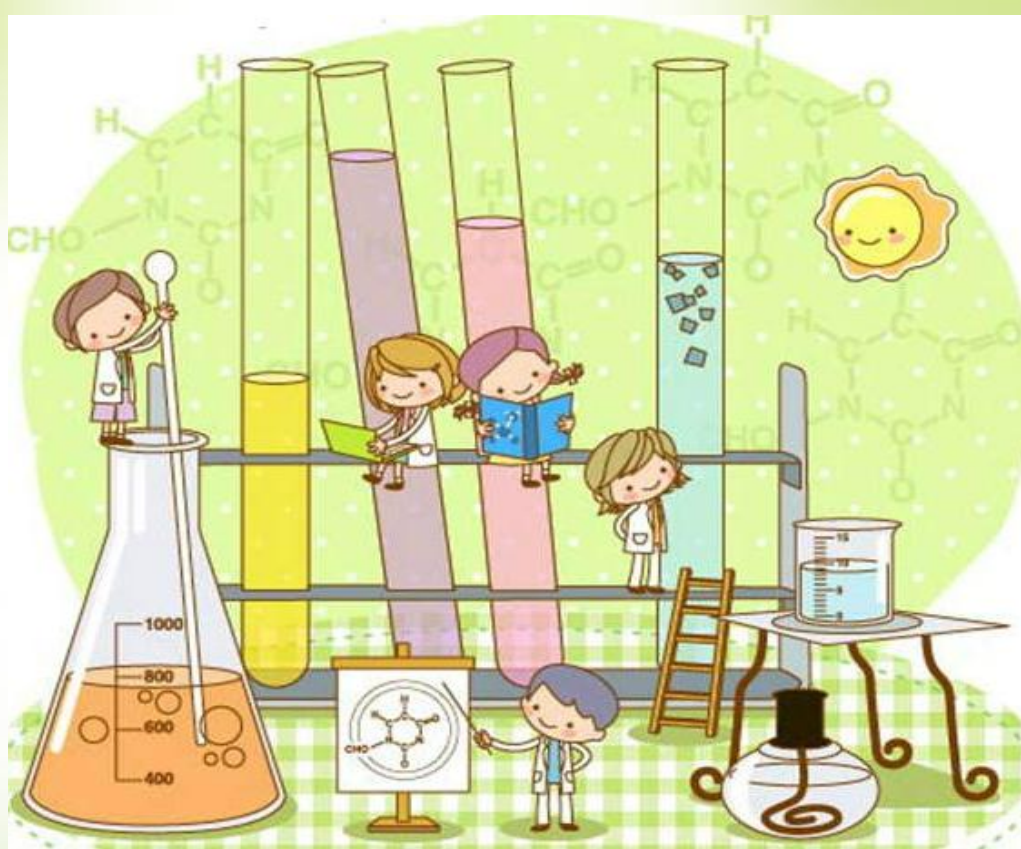


# 基础化学实验

基础化学实验中心  
山东省省级实验教学示范中心





# 基础化学实验

## ——邻二氮杂菲分光光度法 测定微量铁



# 一、实验目的



**了解分光光度计的结构、性能，学会使用722型光度计。**



**掌握分光光度法的测定原理，并用邻二氮杂菲法测定微量铁。**



**学会绘图处理实验数据的方法。**



## 二、实验原理

### 1. 分光光度法原理

分光光度法是根据物质对一定波长光的吸收程度来确定物质含量的光度分析法。

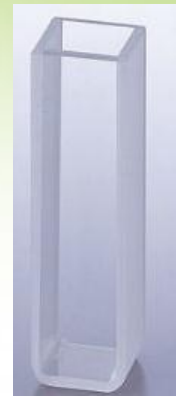
根据朗伯-比耳定律：

$$A = \epsilon bc$$

$A$ -吸光度；  $b$ -液层厚度（cm）；

$c$ -溶液中物质的浓度（ $\text{mol L}^{-1}$ ）；  $\epsilon$ -摩尔吸光系数（ $\text{L mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$ ）

当入射光波长 $\lambda$ 和吸收池光程 $b$ 一定时，吸光度 $A$ 与浓度 $c$ 成线性关系。



## 二、实验原理

### 1. 分光光度法原理

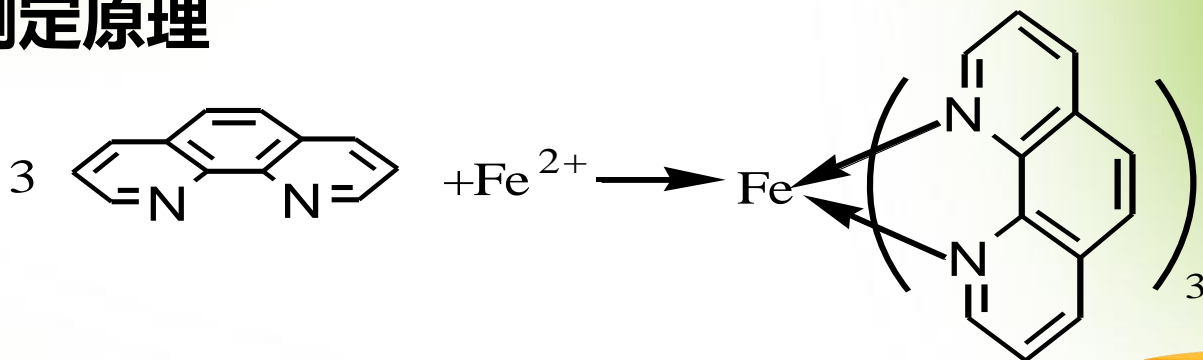
被测组分在一定条件下加入显色剂，发生显色反应，生成具有颜色的物质，而一定颜色的物质对**特定波长的单色光**具有**选择性的**吸收，根据吸光物质对一定波长的光的吸收程度确定物质的含量。

显色物浓度 $c$ 与 $A$ 成**正比例**关系，可通过**标准曲线法**测定未知试样的浓度。



## 二、实验原理

### 2. 测定原理



pH = 2~9

Fe<sup>2+</sup>与邻二氮杂菲  
生成橘红色配合物，

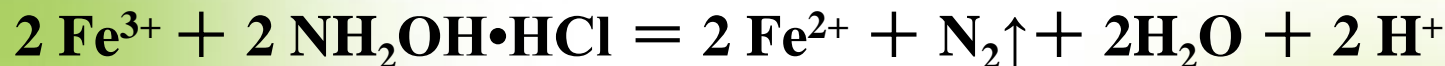
$$\lambda_{\max} = 508\text{nm},$$
$$\varepsilon_{508} = 1.1 \times 10^4,$$
$$\lg k_{\text{稳}}^{\theta} = 21.3$$

pH < 2

显色反应慢，  
酸度太低，  
Fe<sup>2+</sup>水解

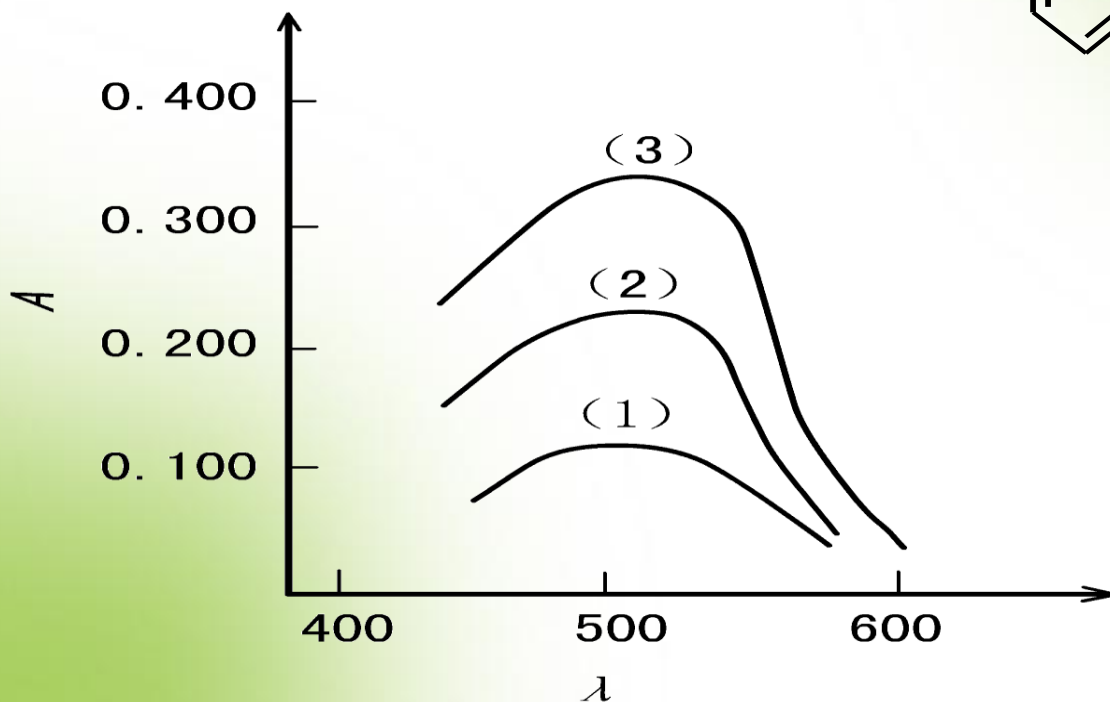
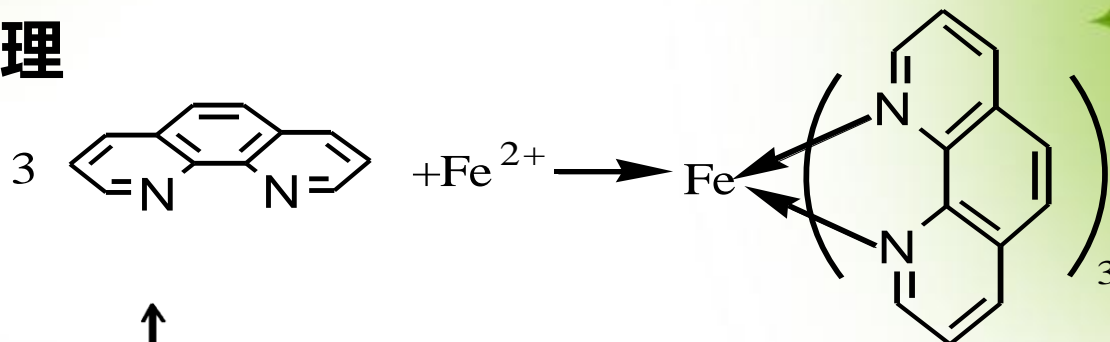
pH < 3

由于Fe<sup>3+</sup>与邻二氮杂菲  
也能发生配合反应（配  
合物呈蓝色）而干扰  
Fe<sup>2+</sup>的测定，所以在显  
色反应之前必需将试样  
中的Fe<sup>3+</sup>还原为Fe<sup>2+</sup>。



## 二、实验原理

### 2. 测定原理

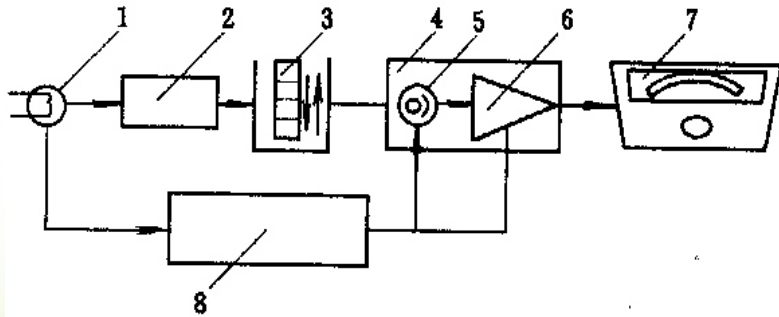


邻二氮杂菲亚铁溶液的吸收曲线

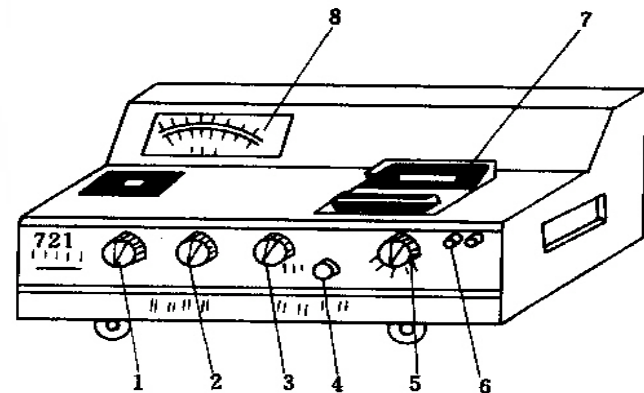


# 三、仪器与试剂

1. 仪器：722型光度计，移液管，吸量管，容量瓶。



722型分光光度计的结构示意图



722型分光光度计

1 光源 2. 单色器 3. 吸收池  
4. 光电管暗盒 5. 光电管  
6. 放大器 7. 微安表 8. 稳压器

1. 波长调节旋钮; 2. 调0电位器 3. 100% 光量调节器 4. 比色皿座架拉杆 5. 灵敏度选择  
6. 电源开关 7. 比色皿暗箱盖 8. 微安表

2. 试剂：100 mg L<sup>-1</sup>铁标准溶液，1% NH<sub>2</sub>OH·HCl，0.1%邻二氮杂菲，1.0 mol L<sup>-1</sup> NaAc，6.0 mol L<sup>-1</sup> HCl，水样。



## 四、实验步骤

### 2. 配制标准系列 及未知样溶液

### 1. 铁标准溶液的配制 ( $10.0 \text{ mg L}^{-1}$ )

### 3. 吸光度的测定

- (1) 吸收曲线的绘制
- (2) 标准曲线的绘制
- (3) 样品溶液吸光度 $A$ 测定



## 四、实验步骤

### 1. 铁标准溶液的配制 ( $10.0 \text{ mg L}^{-1}$ ) :

准确移取  $10.00 \text{ mL}$   $100 \text{ mg L}^{-1}$  铁标准溶液，置于  $100 \text{ mL}$  容量瓶中，加入  $2.0 \text{ mL}$   $6.0 \text{ mol L}^{-1}$  HCl 溶液，定容，此溶液含铁  $10.0 \text{ mg L}^{-1}$ ，供实验使用。

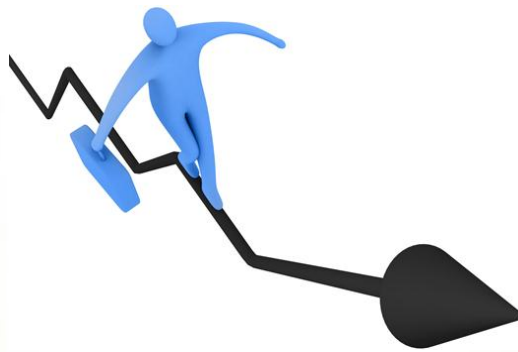
### 2. 配制标准系列及未知样溶液 :

取 7 支  $25 \text{ mL}$  比色管 ( 依次编号 1, 2, 3, ..., 7 号 )，用移液管按表 1 所示用量，分别依次加入  $\text{Fe}^{2+}$  标液 (  $10.0 \text{ mg L}^{-1}$  )、 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 、NaAc、邻二氮杂菲，稀释至  $25 \text{ mL}$  摇匀，放置  $10 \text{ min}$ ，待测定。

## 四、实验步骤

表1 标准系列溶液和样品溶液的配制

溶液编号	0	1	2	3	4	5	6 (样品)
$V[\text{Fe}^{2+}\text{标液}(10.0 \text{ mg L}^{-1})]/\text{mL}$	0.00	2.00	4.00	6.00	8.00	10.00	5.00
$V(\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl})/\text{mL}$	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
$V(\text{NaAc})/\text{mL}$	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
$V(\text{邻二氮杂菲})/\text{mL}$	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00	3.00





## 四、实验步骤

### (3) 样品溶液吸光度 $A$ 测定：

条件同标准系列溶液的测定，数据填入表3。

表3 标准系列溶液和样品溶液的吸光度

溶液编号	1	2	3	4	5	6 (样品)
$A$						



# 五、实验数据记录与处理

## 1. 绘制吸收曲线 ( $A-\lambda$ ) 和工作曲线 ( $A-c$ )。

表2 3号溶液不同波长下的吸光度

$\lambda$ (nm)	440	460	480	500	505	510	515	520	540	560
A										

根据表2绘制吸收曲线 ( $A-\lambda$ )。

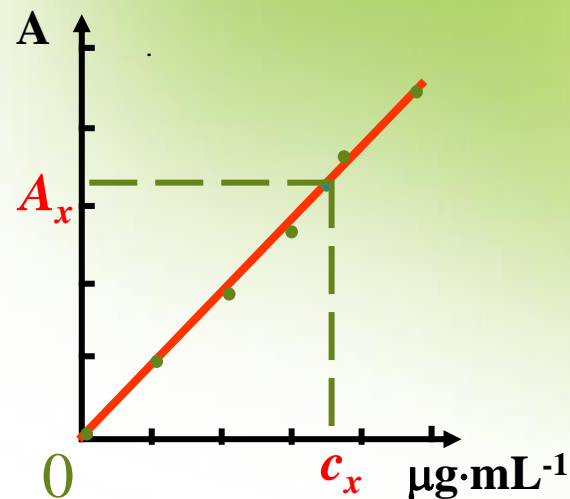


# 五、实验数据记录与处理

1. 绘制**吸收曲线** ( $A-\lambda$ ) 和**工作曲线** ( $A-c$ )。

表3 标准系列溶液和样品溶液的吸光度

溶液编号	1	2	3	4	5	6 (样品)
A						



邻二氮杂菲亚铁溶液的工作曲线

2. 求出未知试样**铁的浓度** (单位： $\text{mg L}^{-1}$ )。

## 六、思考题

- 用邻二氮杂菲测定铁时，加入 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 的作用是什么？
- 配制标准系列溶液和样品溶液时，能否任意改变加入试剂的顺序？为什么？
- 如果试液吸光度不在吸收曲线线性范围内怎么办？







谢谢( ~ ~ ~ ) ~

