

实验名称: _____ 姓名: _____ 学号: _____

三. 实验步骤

1. 条件实验

1) 吸收曲线的制作



100 $\mu\text{g/mL}$ 铁标准溶液 $\xrightarrow{1.00\text{mL}}$ 10% 盐酸羟胺 $\xrightarrow{\text{摇匀}}$ 静置 5min $\xrightarrow{2\text{mL}}$ 0.15% 邻二氮菲溶液 $\xrightarrow{5\text{mL}}$ 1mol/L NaAc 溶液 $\xrightarrow{\text{定容摇匀}}$

用 1cm 比色皿, 采用试剂溶液为参比溶液, 以下列波长测吸光度

波长/nm	440	450	460	470	480	490	500	510	520	530	540	550	560
2#	0.103	0.111	0.117	0.127	0.136	0.140	0.146	0.150	0.142	0.112	0.071	0.040	0.021
5#	0.321	0.343	0.362	0.394	0.415	0.423	0.440	0.456	0.426	0.341	0.224	0.130	0.074
7#	0.564	0.604	0.631	0.688	0.725	0.740	0.771	0.798	0.748	0.597	0.395	0.233	0.136

2) 显色剂浓度的影响



50mL (17R)

100 $\mu\text{g/mL}$ 铁标准溶液 $\xrightarrow{1\text{mL}}$ 10% 盐酸羟胺溶液 $\xrightarrow{\text{摇匀}}$ 静置 5min $\xrightarrow{\text{0.15\% 邻二氮菲溶液}}$ 1mol/L NaAc 溶液 $\xrightarrow{5\text{mL}}$ 定容摇匀

- ① 0.30mL ⑤ 2.00mL
- ② 0.50mL ⑥ 3.00mL
- ③ 1.00mL ⑦ 4.00mL
- ④ 1.50mL

在光度计上, 用 1cm 的比色皿, 试剂溶液为参比液, 在最大波长 508nm 处测定相应的吸光度

容量瓶号	1	2	3	4	5	6	7
显色剂/mL	0.30	0.50	1.00	1.50	2.00	3.00	4.00
吸光度 A	0.164	0.294	0.385	0.386	0.391	0.389	0.391

3) 有色溶液的稳定性



50mL

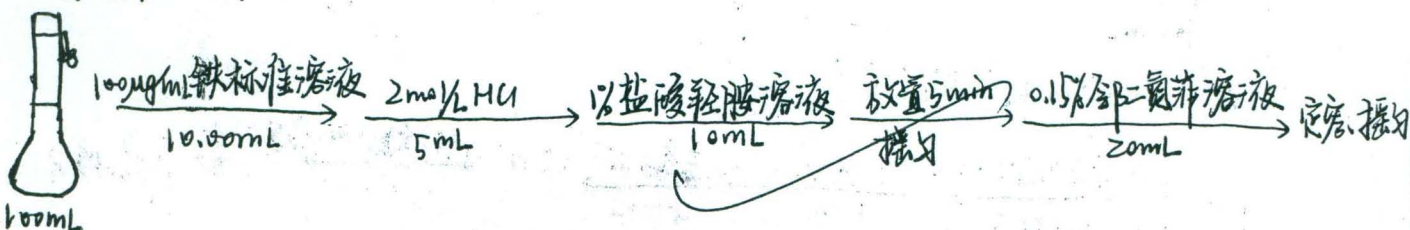
100 $\mu\text{g/mL}$ 铁标准溶液 $\xrightarrow{1.00\text{mL}}$ 10% 盐酸羟胺溶液 $\xrightarrow{1\text{mL}}$ 摇匀 $\xrightarrow{\text{静置 5min}}$ 0.15% 邻二氮菲溶液 $\xrightarrow{2\text{mL}}$ 1mol/L NaAc 溶液 $\xrightarrow{5\text{mL}}$ 定容摇匀

实验名称: _____ 姓名: _____ 学号: _____

在光度计上,用1cm的比色皿,用试剂溶液为参比溶液,在最大波长508nm处测相应的吸光度

放置时间/min	10	20	30	40	50	60	70
吸光度A	0.229	0.228	0.227	0.226	0.226	0.226	0.226

4) 溶液PH的影响



取7只50mL容量瓶,各吸取上述溶液10.00mL于其中,分别加入0.0、2.0、3.0、4.0、6.0、8.0、10.0的NaOH溶液,定容摇匀

容量瓶号	1	2	3	4	5	6	7	8	平均
NaOH/mL	0.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	8.0	10.0	
PH	1.58	2.03	5.06	5.95	11.07	12.01	12.86	13.08	
吸光度A	0.129	0.403	0.402	0.400	0.396	0.384	0.320	0.265	

2. 铁含量的测定

1) 标准曲线的制作

按下表配制1#-8#溶液,将各溶液于50mL容量瓶中,加水至刻度,摇匀。在最大的吸收波长下,用1cm比色皿,以试剂空白#作参比溶液,分别测定其吸光度A值

2) 总铁的测定

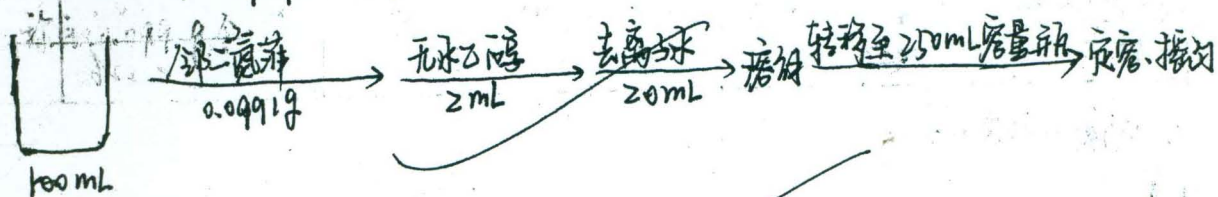
按表配制9#溶液,测出吸光度并从标准曲线上查得相应的总铁的含量

实验编号	100μg/mL Fe 标准溶液/mL	试样/mL	盐酸羟肟酸/mL	NaAc/mL	邻二氮菲/mL	定容/mL	吸光度A
1#	0.00	0.00	1.00	5.00	2.00	50.00	0.000
2#	0.20	0.00	1.00	5.00	2.00	50.00	0.074
3#	0.40	0.00	1.00	5.00	2.00	50.00	0.143
4#	0.80	0.00	1.00	5.00	2.00	50.00	0.310
5#	1.20	0.00	1.00	5.00	2.00	50.00	0.471
6#	1.60	0.00	1.00	5.00	2.00	50.00	0.616
7#	2.00	0.00	1.00	5.00	2.00	50.00	0.798
8#	2.40	5.00	1.00	5.00	2.00	50.00	0.937
9#							0.714

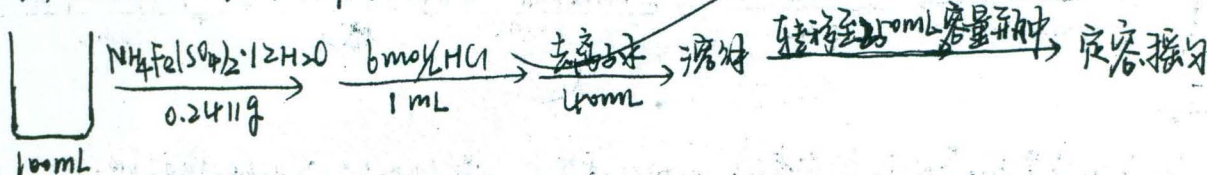
实验名称: _____ 姓名: _____ 学号: _____

3. 试剂的配制

1) $2.0 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$ 邻菲罗林溶液



2) $2.0 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$ 铁标准溶液

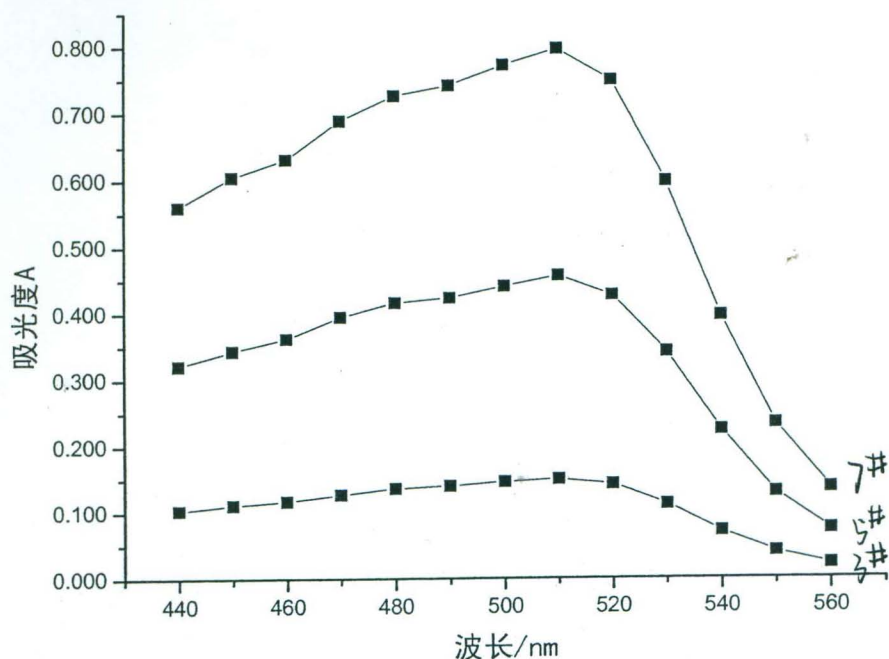


4. 摩尔比法测定配合物的组成操作步骤

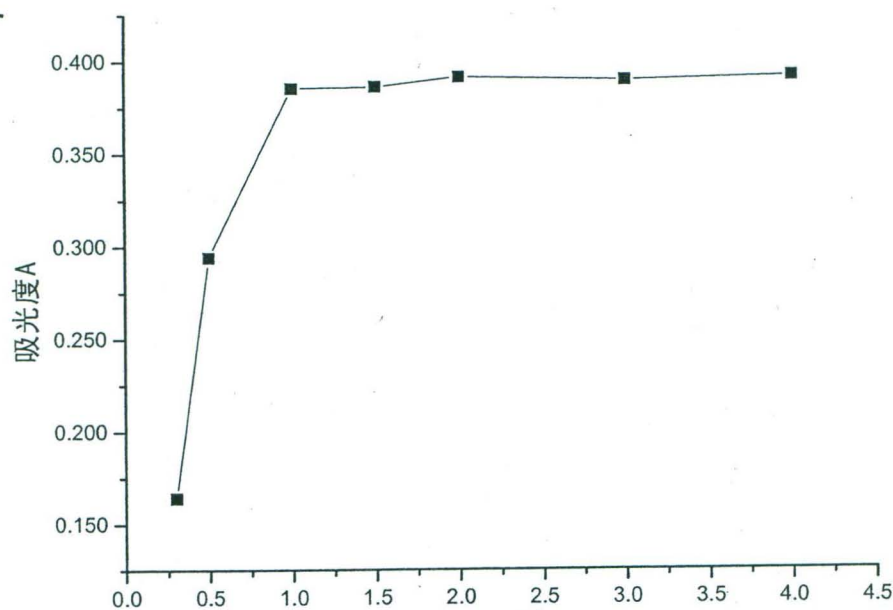
容量瓶号	1	2	3	4	5	6	7	8
加入 Fe 标准溶液/mL				1.00				
盐酸羟胺/mL				1.00				
邻菲罗林/mL	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	6.00	7.00
NaAc/mL				5.00				
吸光度 A	0.000	0.145	0.296	0.445	0.443	0.453	0.455	0.453
$C_{\text{phen}}/C_{\text{m}}$	0	1	2	3	4	5	6	7

5. 等摩尔系列法测定配合物的组成操作步骤

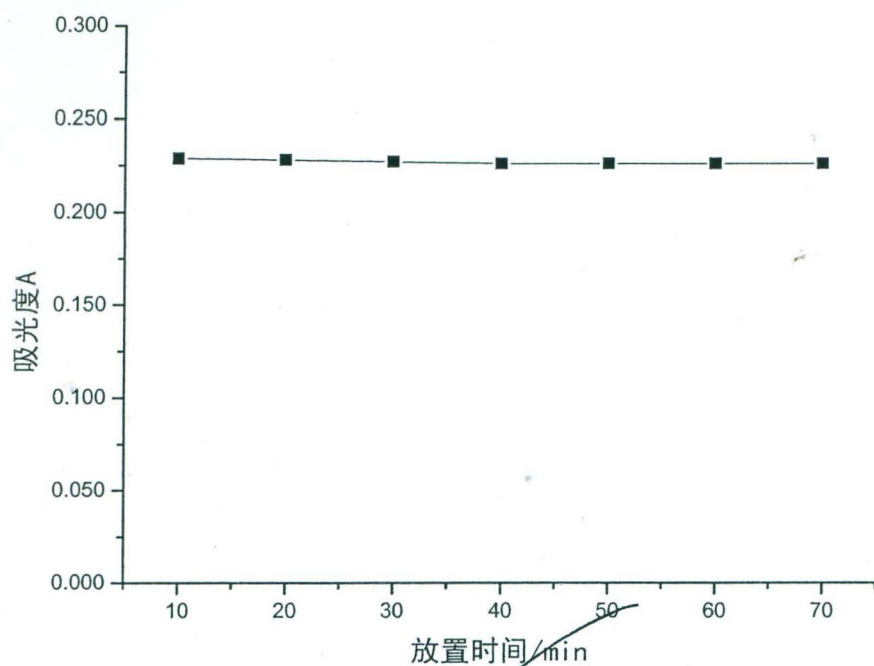
序号	$\text{V}(\text{Fe}^{3+})/\text{mL}$	盐酸羟胺/mL	$\text{V}(\text{phen})/\text{mL}$	NaAc/mL	摩尔分数 $C_{\text{Fe}}/C_{\text{phen}}$	吸光度 A
1	0.00		5.00		0.00	0.000
2	0.50		4.50		0.10	0.214
3	0.75		4.25		0.15	0.334
4	1.00		4.00		0.20	0.443
5	1.50	1.00	3.50	5.00	0.30	0.519
6	2.00		3.00		0.40	0.433
7	2.50		2.50		0.50	0.353
8	3.00		2.00		0.60	0.281
9	4.00		1.00		0.80	0.125
10	5.00		0.00		1.00	0.000



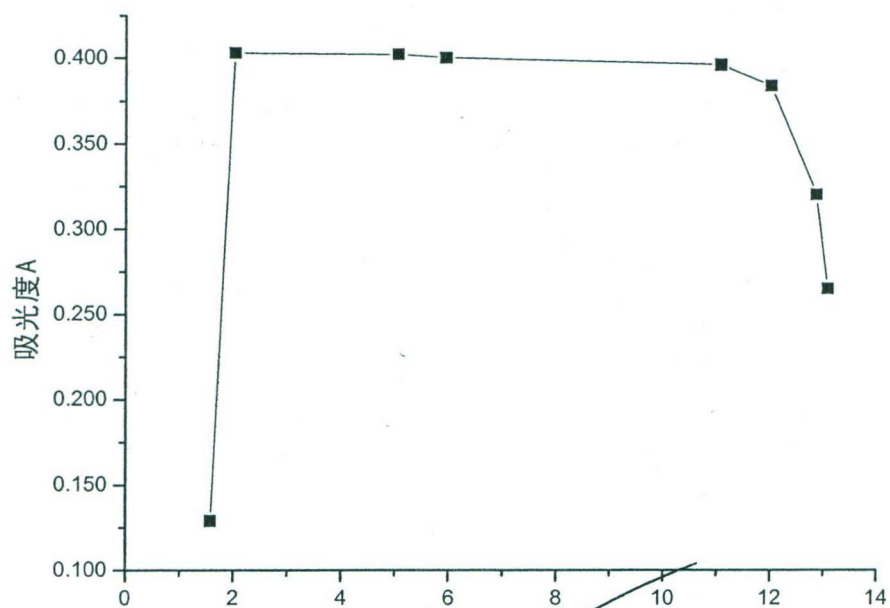
由图可知,吸光度随着波长的增大而增大,当达到某一波长时,吸光度最大,此后,再增大波长,吸光度下降,且下降速度加快.由图可知,最大吸光度在波长 $\lambda = 510\text{ nm}$ 处左右达到,与真实值 508 nm 较为接近



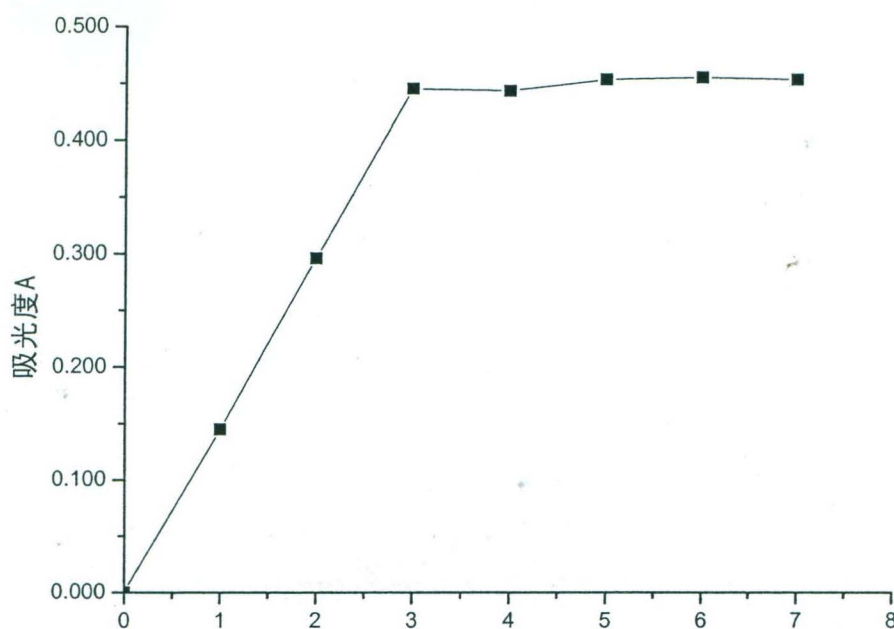
由图显色剂用量在 $0.0 \sim 1.0\text{ ml}$ 之间,随显色剂用量增大,吸光度增大,但在显色剂用量超过 1.0 ml 后,显色剂用量对吸光度基本无影响,因此实验取 1 ml 显色剂即可.



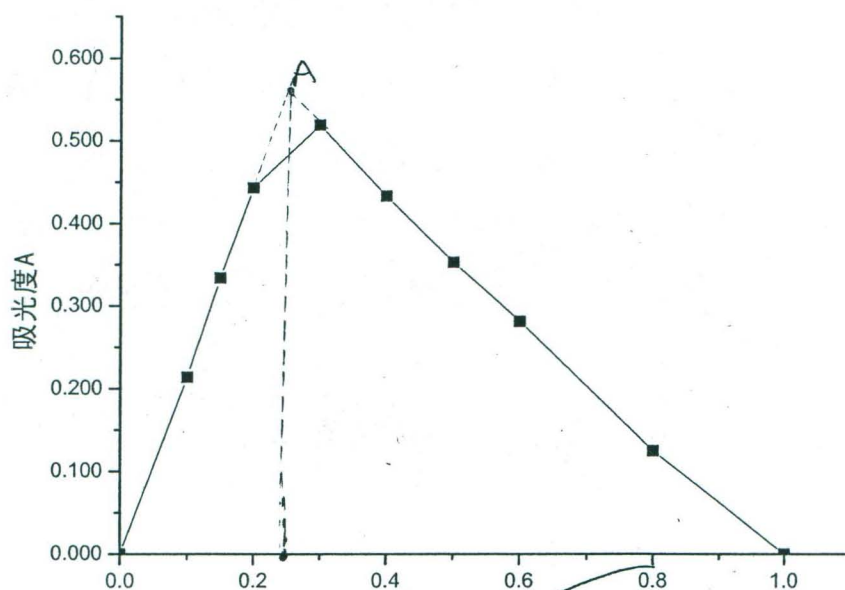
吸光度随放置时间的变化基本保持稳定



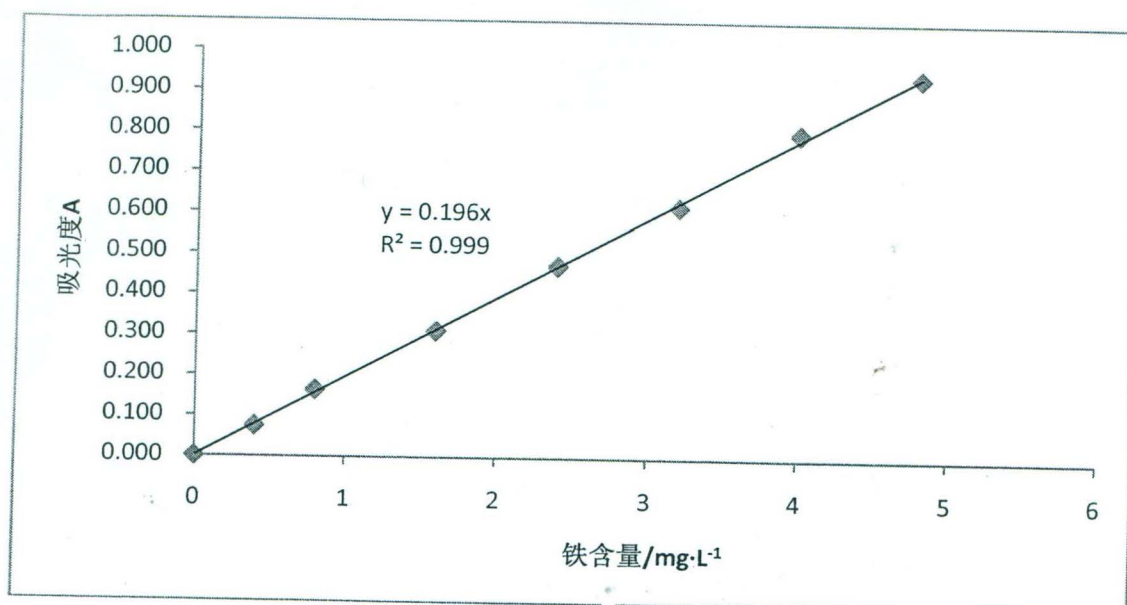
由图可知, pH在2~11之间, 吸光度达到最大且基本保持稳定, 故最佳pH测量区间为[2, 11]。



由图可知, 当 $\frac{C_{phen}}{C_M} > 3$ 时, 吸光度 A 不再随着 $\frac{C_{phen}}{C_M}$ 的变化而变化而是保持稳定
故配合剂与金属离子的配合比为 3



A 点的横坐标为 0.25, 故 $n = \frac{0.25}{0.083} = 3$



由标准曲线 $y = 0.196x$ 得当吸光度 $A = 0.714$ 时, 铁含量 $x = \frac{0.714}{0.196} \approx 3.64 \text{ mg/L}$

1. 吸光度-放置时间图的前 3 min, 数据存在一定的波动, 可能是由于溶液未完全稳定下来, 以及仪器本身存在一定误差。从 0.229 到 0.226 变化还是小, 可忽略。
2. 在制作吸收曲线时, 从图中得到的最大吸光度所对应波长 $\lambda = 510 \text{ nm}$ 处与真实值较为接近, 但如果需要测量更精确的数据, 需要更加精细的分值, 同时需要更加精确的仪器。
3. 在吸光度-pH 图中, 得到的最佳 pH 区间 2~11, 其中 pH 用酸度计测量而得, 是存在较大的误差的。
4. 添加盐酸羟胺溶液后需振荡再放置 5 min. 其实放置的时间我个人认为可以更久一些。在测试 pH 对吸光度的影响时, 经过近 15 min, 加入邻-萘酚后才变色。随着 Fe 标准溶液的量增大, 盐酸羟胺的量需要加大之外, 时间也需要增大。good suggestion.