

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  $\xrightarrow{\text{摇匀}}$  0.15% 邻-萘酚溶液  $\xrightarrow{2\text{mL}}$  1mol/L NaAc 溶液  $\xrightarrow{5\text{mL}}$  定容, 摇匀  
 50mL 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   |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 3#    | 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


 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  $\xrightarrow{0.15\% \text{ 邻-萘酚溶液}}$   
 50mL (7#) 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, 以试剂溶液为参比液, 在最大波长 508nm 处测相应的吸光度

| 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) 有参溶液的稳定性

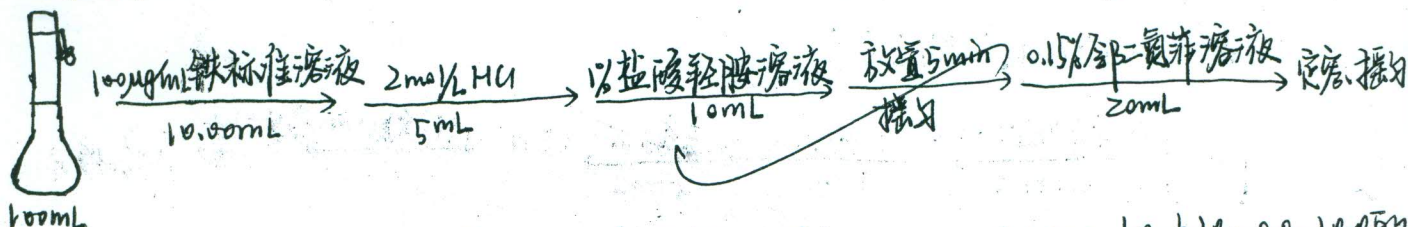

 100  $\mu\text{g/mL}$  铁标准溶液  $\xrightarrow{1.00\text{mL}}$  10% 盐酸羟胺溶液  $\xrightarrow{1\text{mL}}$  摇匀  $\xrightarrow{\text{静置 5min}}$  0.15% 邻-萘酚溶液  $\xrightarrow{2\text{mL}}$   
 50mL 1mol/L NaAc 溶液  $\xrightarrow{5\text{mL}}$  定容, 摇匀

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、6.30、8.0、10.0的NaOH溶液,定容摇匀

| 容量瓶号    | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6                      | 7                  | 8     |
|---------|-------|-------|-------|-------|-------|------------------------|--------------------|-------|
| NaOH/mL | 0.0   | 2.0   | 3.0   | 4.0   | 5.0   | 6.30                   | <del>8.0</del> 8.0 | 10.0  |
| pH      | 1.58  | 2.03  | 5.06  | 5.95  | 11.07 | 12.07                  | 12.86              | 13.08 |
| 吸光度A    | 0.129 | 0.403 | 0.402 | 0.400 | 0.396 | <del>0.384</del> 0.320 | 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,以试剂空白为参比溶液,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 <sup>3+</sup> 标准溶液/mL | 试样/mL | 盐酸羟胺/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 | 0.163 |
| 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 | 0.479 |
| 6#   | 1.60                              | 0.00  | 1.00    | 5.00    | 2.00    | 50.00 | 0.656 |
| 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)  $2.0 \times 10^{-3} \text{ mol/L}$  邻菲罗啉溶液

100 mL 容量瓶  $\xrightarrow{0.0991 \text{ g 邻菲罗啉}}$   $\xrightarrow{2 \text{ mL 无水乙醇}}$   $\xrightarrow{20 \text{ mL 去离子水}}$  溶解  $\xrightarrow{\text{转移至 } 250 \text{ mL 容量瓶中}}$  定容 摇匀

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

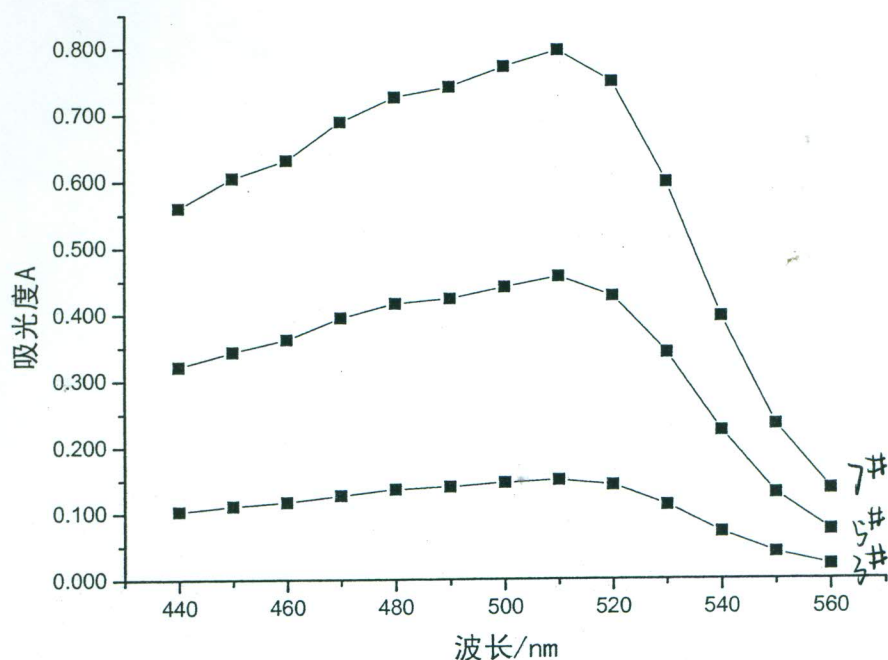
100 mL 容量瓶  $\xrightarrow{0.2411 \text{ g } \text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}}$   $\xrightarrow{1 \text{ mL } 6 \text{ mol/L HCl}}$   $\xrightarrow{4 \text{ mmol 去离子水}}$  溶解  $\xrightarrow{\text{转移至 } 250 \text{ mL 容量瓶中}}$  定容 摇匀

### 4. 摩尔比法测定配合物的组成操作步骤

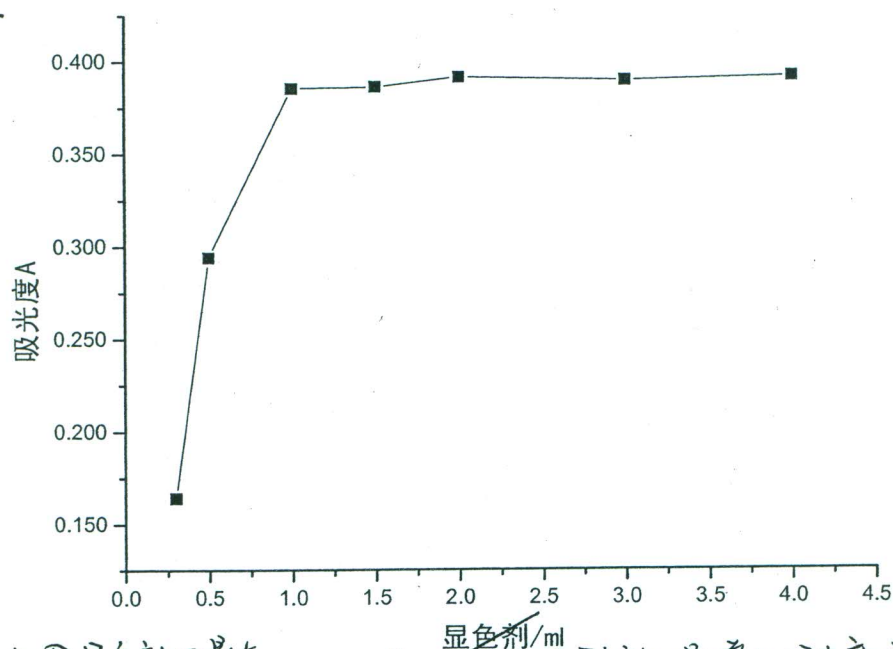
| 容量瓶号                       | 1     | 2     | 3     | 4     | 5     | 6     | 7     | 8     |
|----------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 加入 Fe 标准溶液/mL              |       |       |       | 1.00  |       |       |       |       |
| 盐酸羟胺/mL                    |       |       |       | 1.00  |       |       |       |       |
| 邻菲罗啉/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 |
| $C_{\text{phen}}/\text{g}$ | 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

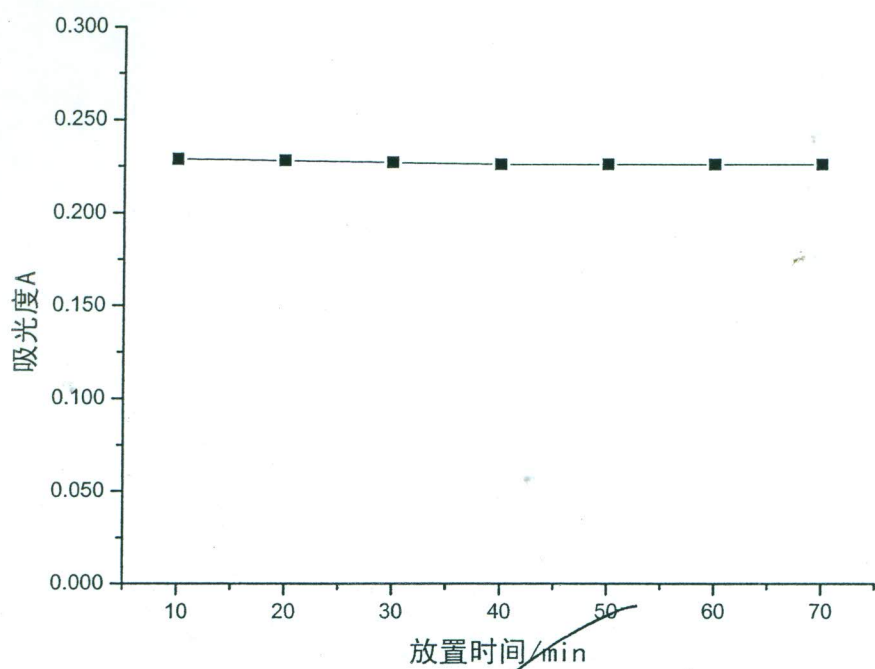
| 序号 | $\text{V}(\text{Fe}^{3+})/\text{mL}$ | 盐酸羟胺/mL | $\text{V}(\text{phen})/\text{mL}$ | NaAc/mL | 摩尔分数 $C_{\text{M}}/(C_{\text{M}}+C_{\text{phen}})$ | 吸光度 A |
|----|--------------------------------------|---------|-----------------------------------|---------|----------------------------------------------------|-------|
| 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 |



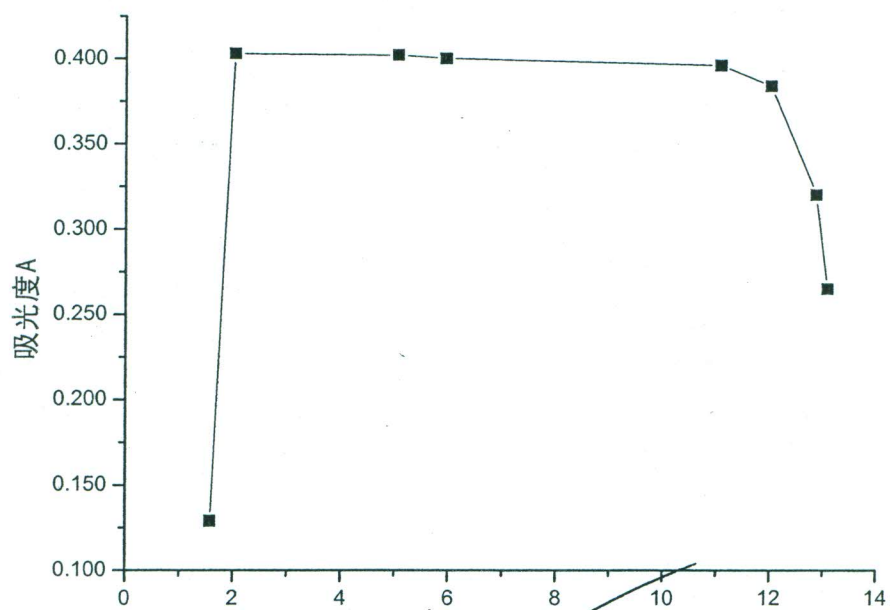
由图可知,吸光度随着波长的增大而增大,当达到某一波长时,吸光度最大,此后,再增大波长,吸光度下降,且下降速度加快.由图可知,最大吸光度在波长 $\lambda = 510\text{ nm}$ 处左右达到,与真实值 $508\text{ nm}$ 较为接近



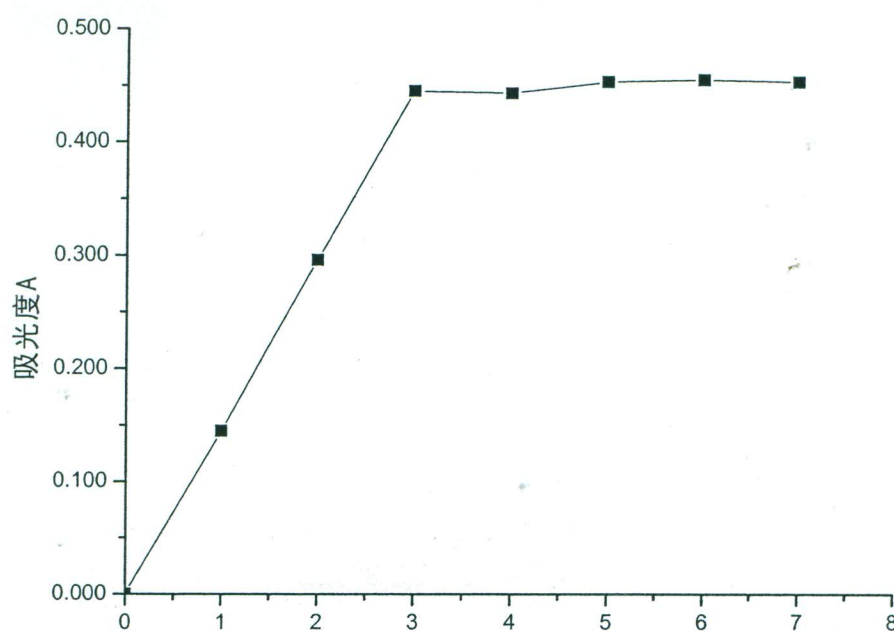
由图显色剂用量在 $0.0 \sim 1.0\text{ mL}$ 之间,随显色剂用量增大,吸光度增大,但在显色剂用量超过 $1.0\text{ mL}$ 后,显色剂用量对吸光度基本无影响,因此实验取 $1\text{ mL}$ 显色剂即可.



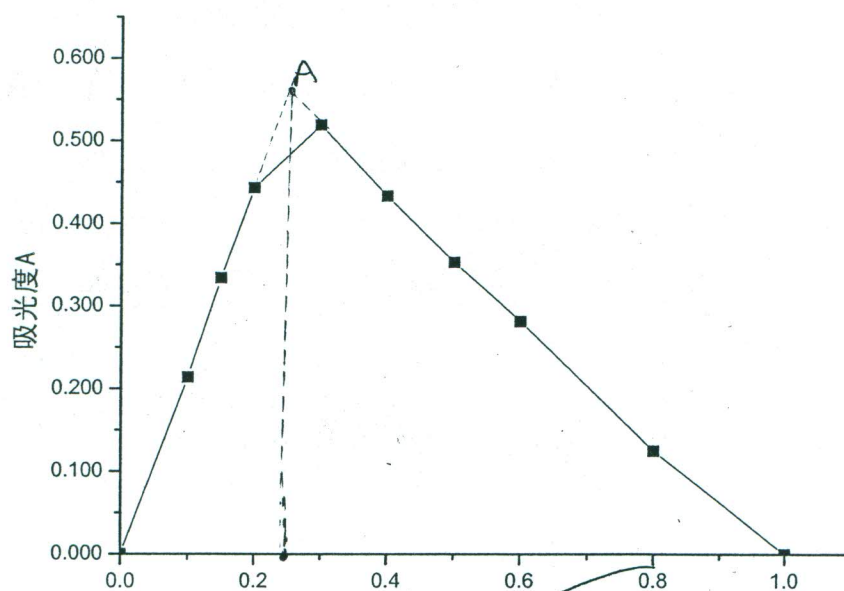
吸光度随放置时间的变化基本保持稳定



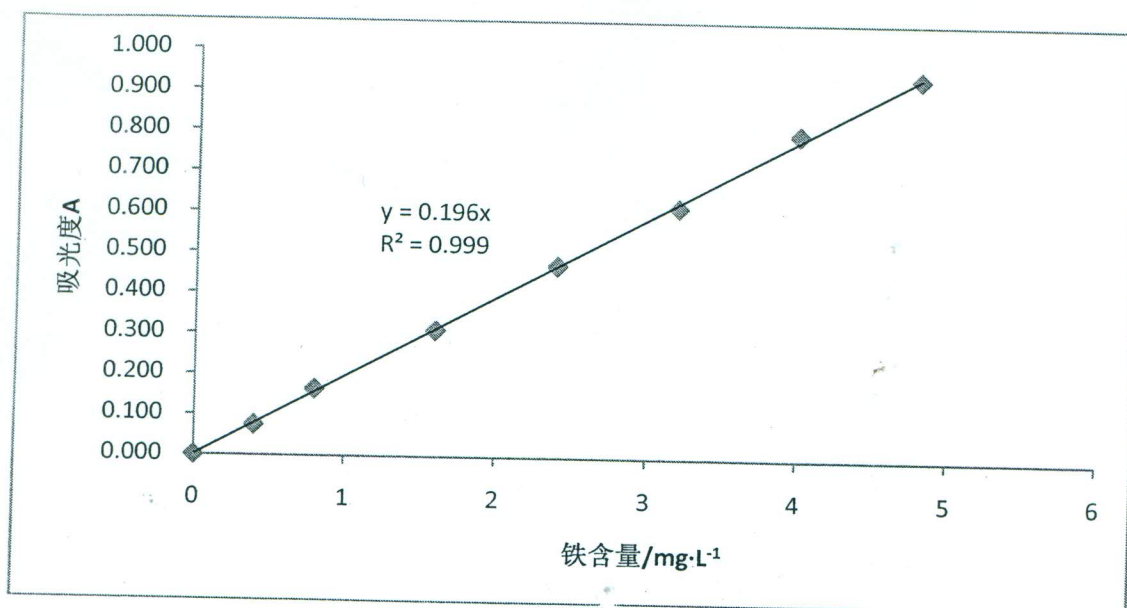
由图可知, pH在2~11之间, 吸光度达到最大且基本保持稳定, 故最佳pH测量区间为[2, 11].



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  $n = \frac{0.75}{0.25} = 3$



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, 需要更加细致的分组, 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-氨基苯酚后才变色。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.