



磺基水杨酸比色法测定微量铁的条件筛选与含量测定





Experimental purposes and requirements

- 1. 了解紫外-可见分光光度法和比色法测定物质含量的原理和方法。**
- 2. 学习紫外-可见分光光度计的使用。**





Experimental Principle

分光光度法基本原理

分光光度法 (spectrophotometry) 是基于物质分子对光的选择性吸收而建立起来的分析方法。按物质吸收光的波长不同, 分光光度法可分为紫外分光光度法、可见分光光度法、红外分光光度法。

Lambert-Beer定律: 当用适当波长的单色光照射一固定浓度的溶液时, 液层厚度 (l) 一定, 溶液均匀时, 吸光度与浓度成正比。

$$A = -\lg(I_t / I_0) = \lg(I_0 / I_t) = \epsilon cl。$$

分光光度法的灵敏度较高, 适用于微量组分的测定。其灵敏度一般能达到 $1 \sim 10 \mu\text{g/L}$ 的数量级。但该方法的相对误差较大, 一般可达到 $2 \sim 5\%$ 。





Experimental Principle

本实验测量的 Fe^{3+} 溶液的浓度很稀（ $50\mu\text{g}/\text{mL}$ ），基本可以认为是无色的，直接使用紫外-可见分光光度法测量得不到有强度的信号。因此，需要加入显色剂进行比色法测定。

比色法：以生成有色化合物的显色反应为基础，通过比较或测量有色物质溶液颜色深度来确定待测组分含量的方法。





Experimental Principle

磺基水杨酸（ $C_7H_6O_6S \cdot 2H_2O$ ）与 Fe^{3+} 可以形成稳定的配合物，其组成随溶液pH值的不同而改变。在不同的pH下，磺基水杨酸与 Fe^{3+} 能分别形成三种不同颜色的配离子：

pH=2~3，生成n=1，磺基水杨酸合铁（III）紫红色配合物；

pH=4~9，生成n=2，二磺基水杨酸合铁（III）红色配合物；

pH=9~11，生成n=3，三磺基水杨酸合铁（III）黄色配合物。

本实验使用紫外-可见分光光度法测定pH>9时所形成的黄色三磺基水杨酸合铁（III）的浓度来定量测定。



Procedures and methods

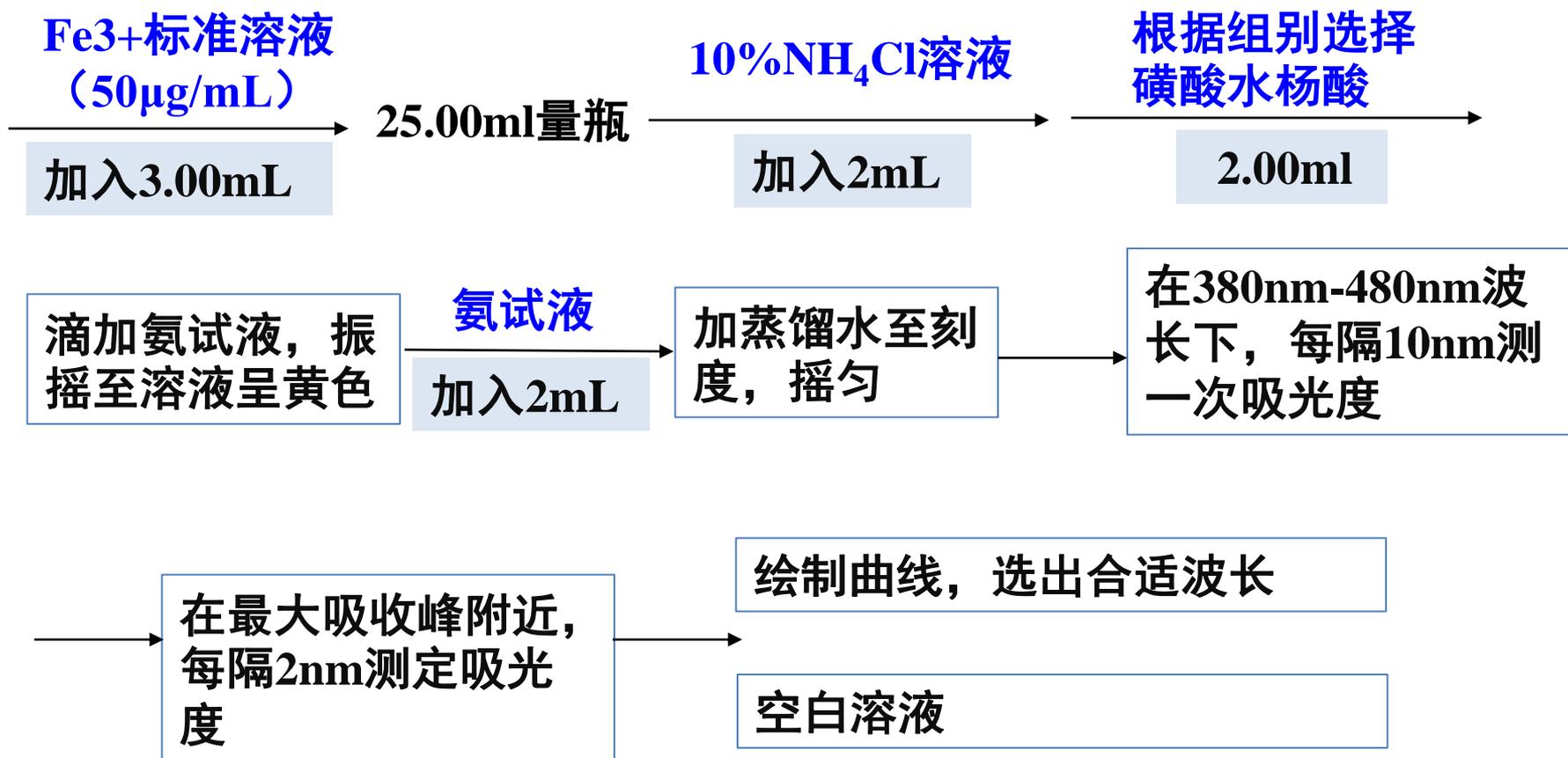
显色剂用量

组别	显色剂用量	组
A	10%磺酸水杨酸	4-5
B	5%磺酸水杨酸	2
C	2%磺酸水杨酸	2



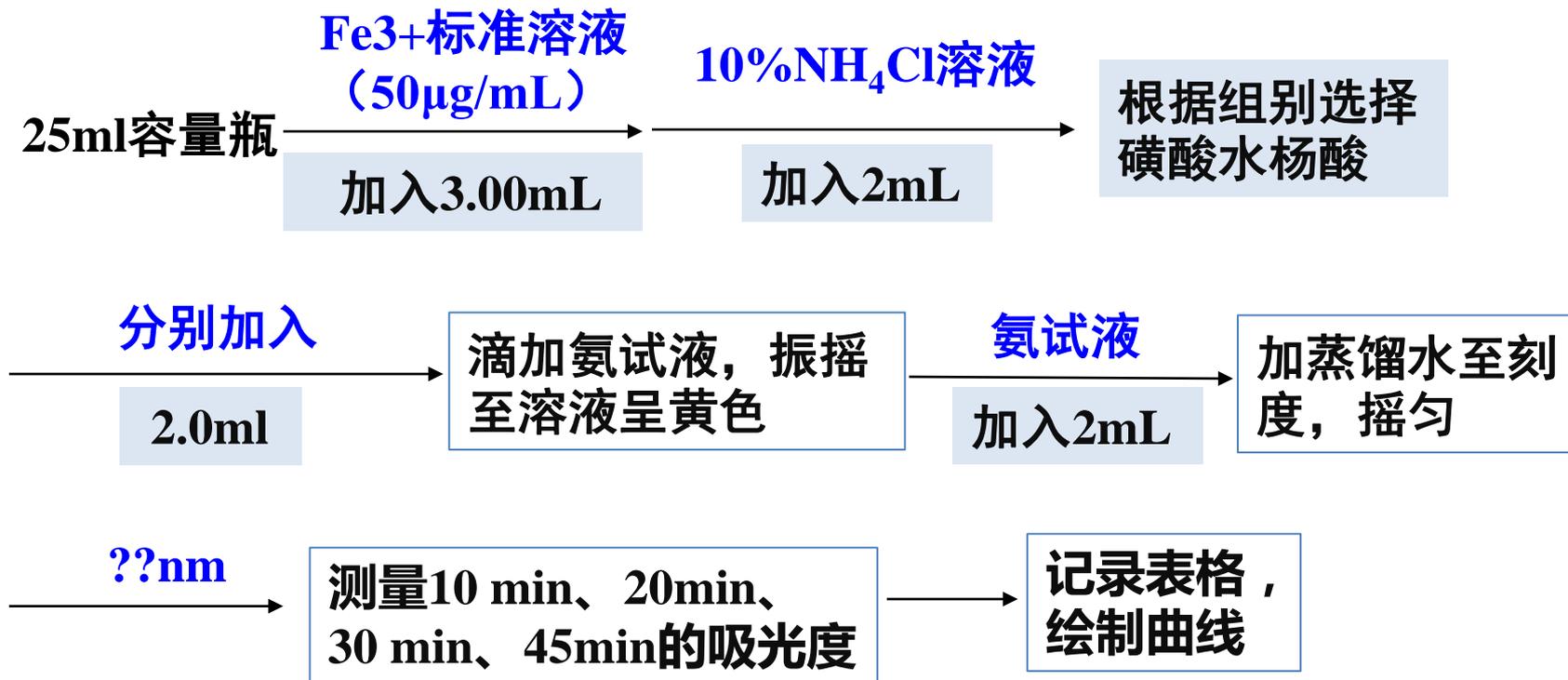
Procedures and methods

(1) 吸收曲线的制作和测量波长的选择



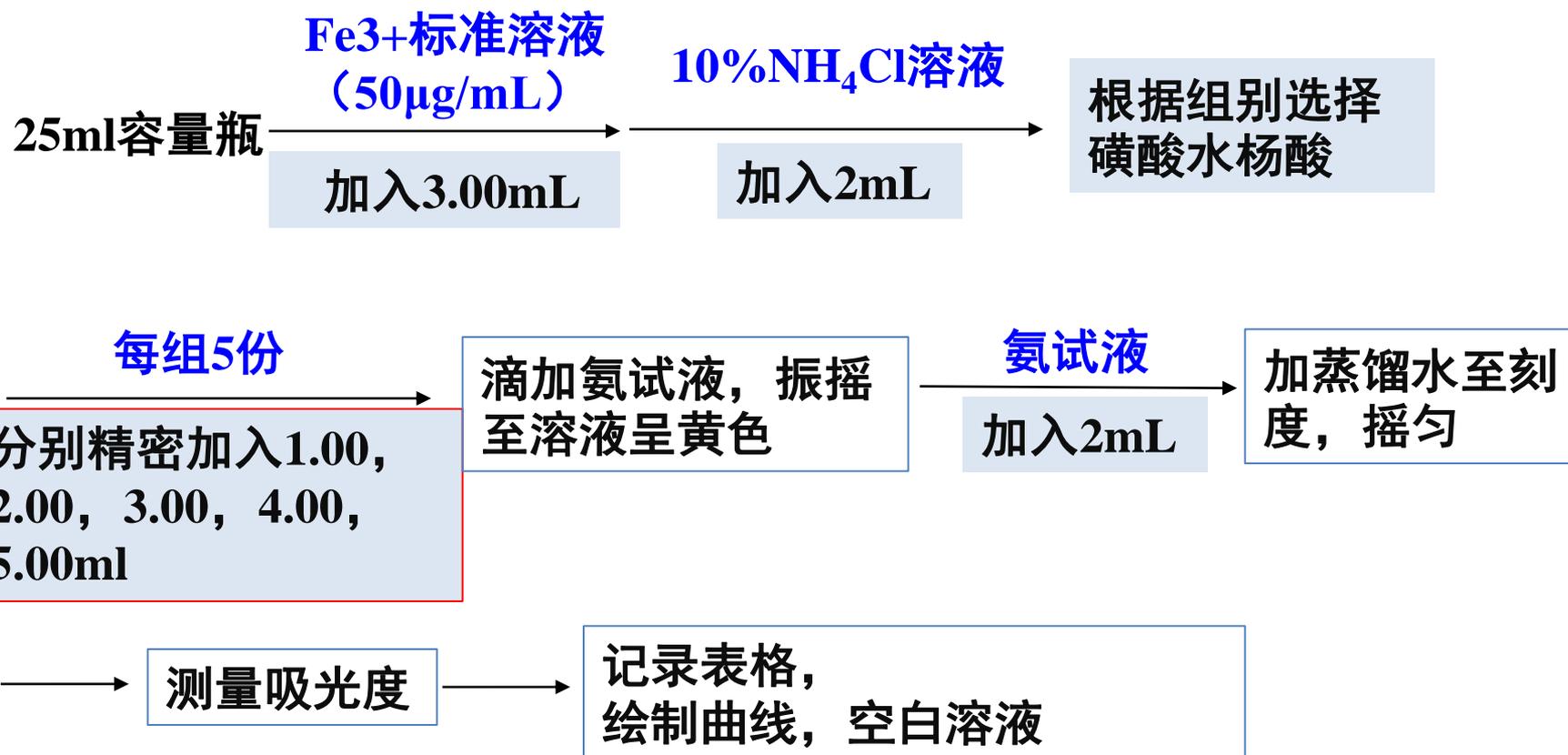
Procedures and methods

(2) 显色时间



Procedures and methods

(3) 显色剂用量的选择





Procedures and methods

UV2000紫外-可见分光光度计的使用（见视频）

- 1、仪器预热20分钟以上，调节旋钮选择测定波长。
- 2、用<MODE>键设置测定方式: 选择吸光度（A），红灯亮。
- 3、用手接触比色皿（杯）磨砂面，将样品溶液和参比溶液分别倒入比色皿（杯）中，用溶液分别淋洗2-3次，溶液倒入约三分之二位置，用软纸擦干比色皿（杯）四周，切忌将溶液带入仪器内部。
- 4、打开样品室盖，将盛有样品溶液和参比溶液的比色皿（杯）分别插入比色槽（通常将参比液放入第一个槽位），盖上样品室盖，比色皿（杯）光面应处于光路中。
- 5、将参比溶液推（拉）至光路中，按“100%.inc”键，使显示器显示的“BLA”直至显示“0.000”A为止，将样品溶液拉（推）至光路中，读取数据，依次测定。
- 6、测定完毕后，关闭仪器开关，拔下电源。倾出溶液至废液杯中，比色皿（杯）用合适溶剂清洗，再用无水乙醇淋洗，擦干放好。



Attention

- 配制溶液时注意认真仔细，做好标记。
- 使用比色皿时，只能拿毛玻璃的两面，并且必须用纸轻轻吸干透光面表面的溶液，防止划伤比色皿。
- 比色皿换装溶液前必须用蒸馏水、所装溶液润洗，以保证所测溶液的浓度尽量准确。
- 比色皿拉杆的移动动作要轻柔。
- 实验结束后要将比色皿清洗干净并放回原位，关闭仪器电源。





Questions

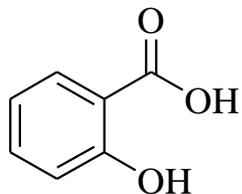
- 本次实验当中如何合理安排实验时间？
- 有关“磺基水杨酸比色法测定微量铁”的文献报道中，一般用的磺基水杨酸浓度是多少？可测定的铁浓度是多少？
- **以各组的统计数据来得出实验结论：**
 - 最佳波长是？
 - 最佳显色时间是？
 - 最佳的显色剂浓度和用量是？



TASK

- 根据所给的四个化合物，4-5人/组，查阅文献，对紫外扫描光谱的测定实验进行设计汇总，以PPT汇报形式在实验5（第9周-第12周）时汇报、讨论、确定实验方案；
- 实验6 时（第13周-第15周）正式实验实施；
- 提示：包括实验题目与所用仪器（紫外仪器）所用溶剂、溶液浓度、扫描范围等，如有扫描图谱电子版最好。
- PPT作业电子版上传clearing，作业以“化合物名称-组员姓名”命名。

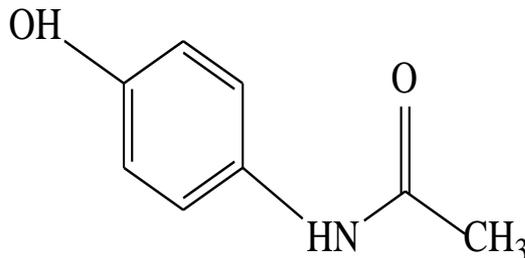
TASK



水杨酸

英文名:salicylic acid

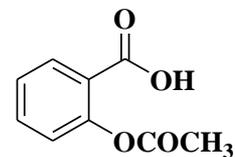
$C_7H_6O_3$, 分子量138.05



对乙酰氨基酚

英文名: Paracetamol

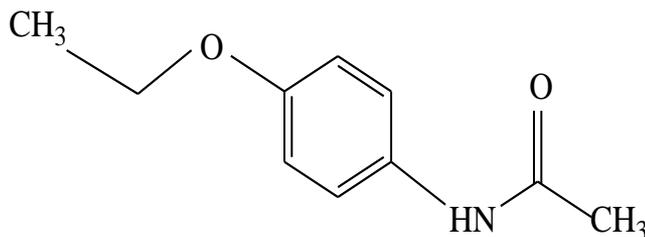
$C_8H_9NO_2$ 151.16



乙酰水杨酸

英文名:aspirin或acetylsalicylic acid

$C_9H_8O_4$, 分子量180.16



非那西丁

英文名: Phenacetin

$C_{10}H_{13}NO_2$ 179.21

实验目的与要求

实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题

谢谢大家!

