

浙江大学 实验报告

学号: 3230103696
日期: 2024.4.29
地点: 紫金港化学实验楼2043

课程名称: 普化实验(2) 指导老师: 陈晨 成绩: _____

实验名称: 分光光度法测定阿司匹林中残留的水杨酸 实验类型: 定量分析 同组学生姓名: _____

一、实验目的和要求(必填)

二、实验内容和原理(必填)

三、主要仪器设备(必填)

四、操作方法与实验步骤

五、实验数据记录和处理

六、实验结果与分析(必填)

七、讨论、心得

一、实验目的

1. 掌握分光光度法测定阿司匹林中残留的水杨酸的原理和方法
2. 学习可见分光光度法中的吸收曲线、标准曲线的绘制及其意义
3. 学习722型可见分光光度计的基本构造及使用
4. 熟练掌握定量分析中移液管和容量瓶的使用

二、实验原理

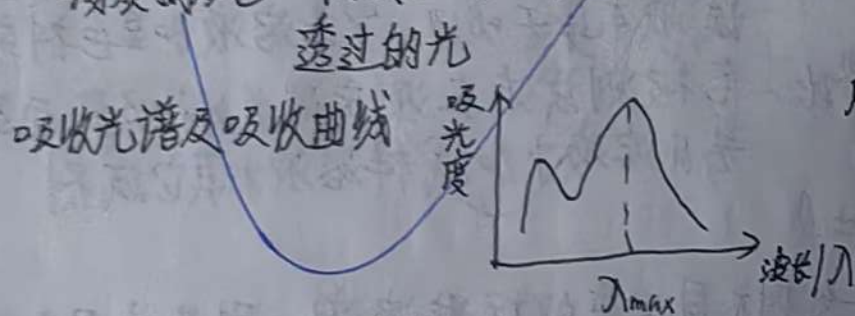
1. 基本概念:

单色光: 只有一种波长

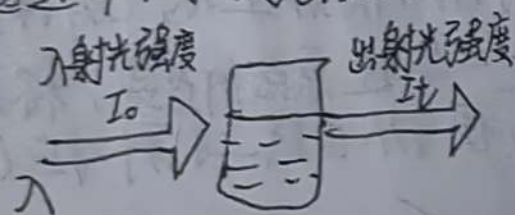
复合光: 两种以上波长的光混合

互补色光: 两种互补的光按一定的强度比例混合可得白光

物质的颜色: 物质呈现的是吸收光的互补色, 溶液呈现的是透过的光



透过率T与吸光度A



$$T = \frac{I_t}{I_0} \times 100\%$$

$$A = -\lg T$$

溶液透光度越大, 表示它对光的吸收越小

2. 朗伯-比尔定律 $A = \epsilon bc$

吸光度 A 与 b : 吸收光程 (cm), c : 溶液浓度 (mol/L) 成正比
 ϵ 为吸光系数 ($L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$)

3. 分光光度法测量条件的选择:

选择最大吸收波长

吸光度读数 $T = 36.8\%$, $A = 0.434$ 的相对误差最小

$T = 20 - 65\%$ $A = 0.2 - 0.7$ 时, 相对误差比较小

当 A 不在该范围时, 可改变浓度和比色皿厚度来控制 A , 选择合适参比溶液

4. 参比溶液: $A = A_{\text{被测物}} + A_{\text{试剂}} + A_{\text{溶剂}} + A_{\text{比色皿}} + A_{\text{其他}}$

在测定 A 时, 用空白做参比使 A 为 0,

以消除其他物质引起的吸收和比色皿表面反射误差.

* 即使所有试剂为无色, 也要用参比溶液

5. 选择参比溶液的原则:

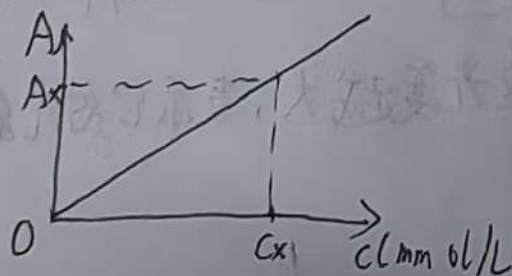
(1) 溶剂参比: 若仅待测组分与显色剂反应产物有吸收, 而其它无吸收, 用纯溶剂参比

(2) 试剂参比: 若显色剂或其他试剂在测定波长处略有吸收, 而被测试液本身无吸收, 参比溶液加显色剂或其它试剂

(3) 试样参比: 若被测试液在测定波长处有吸收而显色剂无吸收, 参比溶液加试样溶液和其它试剂

6. 标准曲线法

先配制一系列不同浓度的标准溶液, 用选定显色剂显色, 在一定波长下分别测定它们吸光度 A , 以 A 为纵坐标, C 为横坐标, 绘制 $A-C$ 曲线. 若符合比尔朗伯定律, 则是一条过原点的直线, 称为标准曲线. 再测定被测溶液 A_x , 便可从曲线上找到对应 C_x



实验名称: _____

姓名: _____

学号: _____

7. 分光光度计的构造

(1) 光源: 钨灯 320-3200 nm 连续光谱, 最适: 360-1000 nm
 氢灯 150-400 nm, 最适 200-400 nm 紫外区

(2) 单色器: 又称波长控制器, 把光源辐射的复色光分解成按波长顺序排列的单色光。包括: 狭缝, 色散元件, 准直镜 (棱镜或光栅)

(3) 吸收池: 又称比色皿。由无色透明光学玻璃或石英玻璃制成, 用于盛装试液或参比溶液, 形状一般是长方形。可见区用玻璃, 紫外区用石英。有 0.5 cm, 1.0 cm, 2.0 cm, 3 cm, 5 cm 各种厚度。

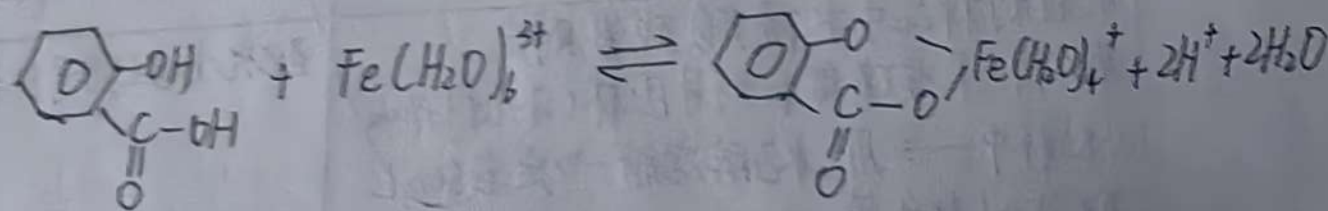
(4) 检测器: 又称光电转换器, 把通过吸收池上的光转换成电信号 (光电管, 光电管, 光电倍增管)

(5) 显示器: 显示记录结果

8. 本实验中, 水杨酸来源: 制备时除杂不干净, 阿司匹林分解产生

水杨酸 (SA) 与 Fe^{3+} 在 pH=2 下 1:1 络合

形成稳定紫色络合物, 在一定范围内满足朗伯-比定律



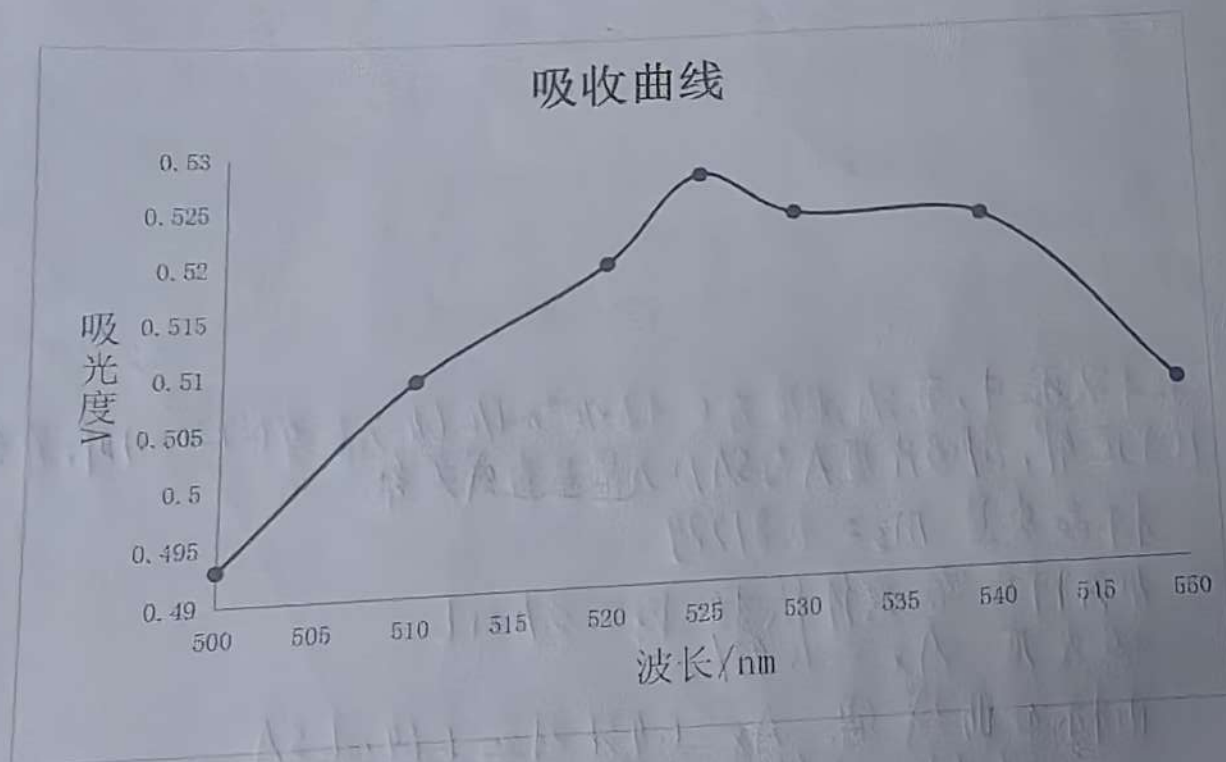
三、实验步骤及注意事项

实验步骤								注意事项																								
<p>1. 标准溶液的配制</p> <p>按下表配制标准溶液于25mL比色管中，用$\text{pH}=2.0$的缓冲液定容</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>序号</th> <th>0</th> <th>1</th> <th>2</th> <th>3</th> <th>4</th> <th>5</th> <th>6</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Fe^{3+}溶液/mL</td> <td>5.00</td> <td>5.00</td> <td>5.00</td> <td>5.00</td> <td>5.00</td> <td>5.00</td> <td>5.00</td> </tr> <tr> <td>SA加入量</td> <td>0</td> <td>0.20</td> <td>0.40</td> <td>0.60</td> <td>0.80</td> <td>1.00</td> <td>1.20</td> </tr> </tbody> </table>								序号	0	1	2	3	4	5	6	Fe^{3+} 溶液/mL	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	SA加入量	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00	1.20	<p>(1) Fe^{3+}溶液5mL用移液枪</p> <p>(2) 移液枪的使用： 调节量程 \rightarrow 取液 \rightarrow 放液(要按至第二停点) \rightarrow 弹出枪头</p> <p>(3) 竖直插入枪头，左右转动，手不可以按出枪头尖端</p> <p>(4) 松开控制钮要慢</p>
序号	0	1	2	3	4	5	6																									
Fe^{3+} 溶液/mL	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00																									
SA加入量	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00	1.20																									
<p>2. 吸收曲线制作</p> <p>在分光光度计上，用1cm的比色皿，在500、510、520、525、530、540、550nm的波长下测定一次，4号给出吸收曲线并确定λ_{max}</p>								<p>(1) 每换一次波长要重新校准</p> <p>(2) 比色皿装溶液时要用被测液润洗三次，液面控制在整个高度的3/4为宜，装液后要擦拭干净，手拿毛玻璃面</p> <p>(3) 若给出有平台区，取中值</p>																								
<p>3. 标准溶液和未知铁含量溶液吸光度测定</p> <p>在最大吸收波长λ_{max}处，用1cm比色皿，以0号溶液作参比，分别测定1-6号的A值，绘制标准曲线</p>								<p>(1) 校准：在参比下$T=100\%$，半档时$T=0.00\%$</p> <p>(2) 不读数时，拉杆在半档，使光电管处于休息状态</p>																								
<p>4. 自制样品中水杨酸残留测定</p> <p>用分析天平准确称取阿司匹林0.7-0.89g于100mL小烧杯中 \rightarrow 用无水乙醇溶解 \rightarrow 定容50mL</p> <p>取25mL比色管，加于5.00mL 0.01mol/L Fe^{3+}标准溶液，用$\text{pH}=2.0$缓冲液稀释至25mL</p> <p>准确移取上述溶液1.00-5.00mL，分几次加入试样，摇匀后观察颜色，使其颜色位于标准溶液系列中间，记录加入的试样体积，再稀释至25mL。</p> <p>以0号为参比，测定吸光度A</p>								<p>配完最好与4号比较接近</p>																								

四、实验数据记录及分析

表 1: 吸收曲线数据

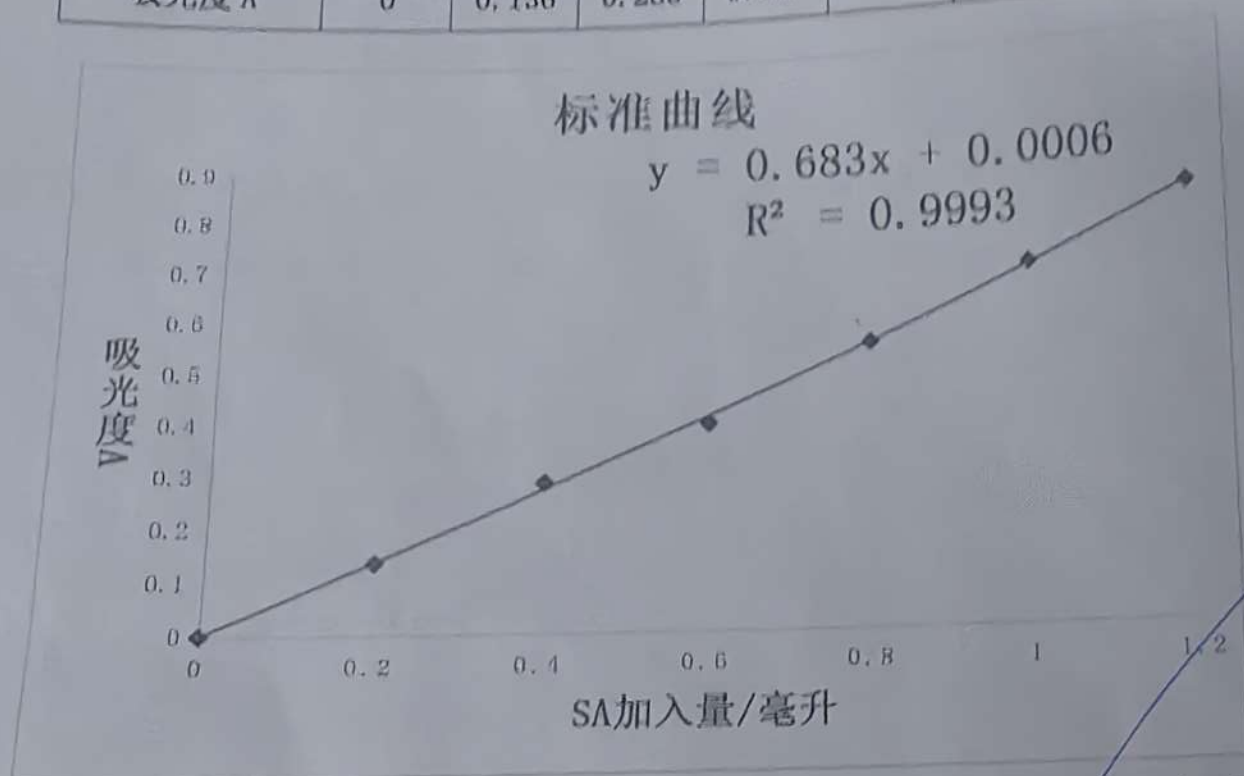
波长 /nm	500	510	520	525	530	540	550
吸光度 A	0.493	0.509	0.519	0.527	0.523	0.522	0.506



从吸收曲线中得出 $\lambda_{\max}=525\text{nm}$

表 2: 溶液的配制及标准曲线测定数据

编号	0	1	2	3	4	5	6
Fe ³⁺ 溶液/mL	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00	5.00
SA 加入量/mL	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00	1.20
吸光度 A	0	0.136	0.286	0.396	0.547	0.688	0.820



在本实验中, 在 SA 浓度为 $0 - 4.8 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$ (加入量为 $0 - 1.20 \text{ mL}$) 时, 符合朗伯-比尔定律, 即吸光度 A 与 SA 加入量呈直线关系

样品质量 $m_s = 0.81229$

加入样品溶液体积数 $V_x = 3.10 \text{ mL}$

吸光度 $A_x = 0.436$

由标准曲线得: $A_x = 0.436$ 对应 0.64 mL SA

$$n(\text{SA}) = 0.64 \text{ mL} \times 10^{-3} \times 0.01 \text{ mol/L} = 6.4 \times 10^{-6} \text{ mol}$$

$$\frac{n_x}{V_x} = \frac{n_{\text{总}}}{V_{\text{总}}}, \quad m_x = \frac{n_x}{V_x} \cdot V_{\text{总}} \cdot M_{\text{SA}} = \frac{6.4 \times 10^{-6} \text{ mol}}{3.10 \text{ mL}} \cdot 50 \text{ mL} \times 138.12$$

$$\text{样品水杨酸质量分数 } w = \frac{m_x}{m_s} \times 100\% = 1.76\%$$

实验名称: _____

姓名: _____

学号: _____

可能存在的误差

- (1) 仪器波长调节准确度, 表盘 2nm 一格, 调节不准
- (2) 参比溶液、SA 溶液配制误差
- (3) 移液管移取不准确
- (4) 样品和标准溶液显色时间不一致, 吸光度测定有误差

五、实验感悟

本次实验学习了仪器分析的基本操作, 现代化的仪器大大便利了一些参数的测量, 使得分析物质更精准快捷

六、思考题

1. 此处为最大吸收波长 λ_{max} , 较平稳, 吸光系数变化不大, 造成的偏离比较少
2. 消除除了待测物质本身以外因素的影响
原则是除了待测物, 其他成分都要和待测溶液相同
3. 测定的吸光度应在 $0.2-0.8$ 之间, 由朗伯-比尔定律推导,
 $A=0.434$ 时, 误差为 0 , 可调节溶液浓度以控制吸光度在该范围
4. ① 光源: 钨灯和氢灯, 提供光源
② 单色器: 包括狭缝、色散元件、准直镜
把光源辐射的复合光分解成按波长排序的单色光
- ③ 吸收池 (比色皿): 用于盛装试液或参比溶液
- ④ 检测器: 把透过吸收池后的光转换成电信号
- ⑤ 显示器: 显示记录结果

装

订

线