

10

浙江大学 实验报告

专业: 联合班
姓名: 张阳
学号: 3240103480
日期: 25.5.20
地点:

课程名称: 普化实验(乙) 指导老师: 赵玲丽 成绩: _____
实验名称: 分光光度法测定阿司匹林中的水杨酸 实验类型: _____ 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

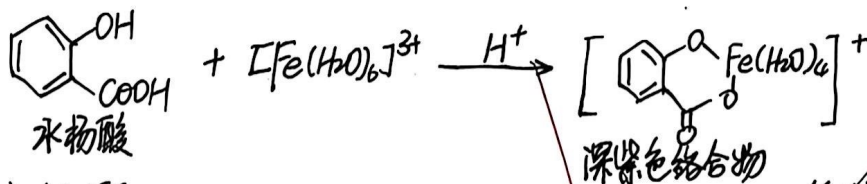
— 分光光度法: 基于物质分子对光的选择性吸收而建立起来的分析方法。

$$I_0 \rightarrow \boxed{b} \rightarrow I_t \quad \begin{array}{l} I_0 - \text{入射光强度} \\ I_t - \text{出射光强度} \end{array} \quad \begin{array}{l} \text{透光度 } T = I_t/I_0 \\ \text{吸光度 } A = -\lg T = \lg(I_0/I_t) \end{array}$$

• 朗伯-比尔定律: 当一束单色光通过一定浓度范围的稀的有色溶液时, 吸光度 A 与溶液的浓度 c 和液层厚度 b 的乘积成正比, 即: $A = \epsilon bc$ (ϵ 为摩尔吸光系数)

一、标准曲线法:

1. 配制一组浓度不同的标准溶液 (C_1, C_2, \dots)
2. 在一定波长下, 分别测定其吸光度 (A_1, A_2, \dots)
3. 以浓度 c 为横坐标, A 为纵坐标, 绘制曲线, 得到一条通过原点的直线 (标准曲线)。
4. 用完全相同的方法和步骤测定待测溶液的吸光度 A_x , 从标准曲线上找到对应的浓度 C_x 值。



三、实验步骤

1. 标液的配制: 比色管 25 mL $\xrightarrow[\text{按表用量}]{\text{Fe}^{3+} \text{溶液}}$ 水杨酸标准液 $\xrightarrow[\text{按表用量}]{\text{HAc-NaAc 缓冲液, pH=2.0}}$ 测定吸光度 A 。

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 加量/mL	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00	1.20

实验名称：_____ 姓名：_____ 学号：_____

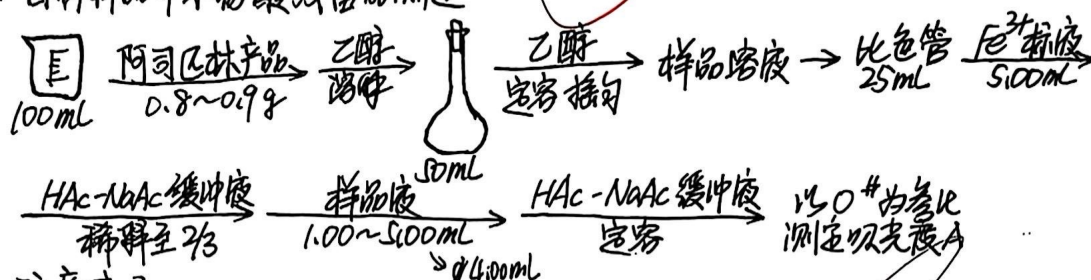
2. 吸收曲线的绘制.

→ 以 0# 为参比. 在波长为 500-550 nm 间, 每隔 10 nm 测定一次测定 4 号试液的吸光度. 其中在 520 nm 附近, 每隔 5 nm (525 nm、530 nm) 测定一次. 然后以波长为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘出吸收曲线, 并确定适宜的测定波长——最大吸收波长 λ_{\max} .

3. 标准曲线的绘制.

在 λ_{\max} 下, 以 0# 为参比. 测定 1~6 号溶液的 A. 以测得的吸光度为纵坐标, 相应的水杨酸浓度为横坐标, 绘制标准曲线 (C-A 曲线).

4. 自制样品中水杨酸残留的测定



四. 注意事项

1. 刻度移液管从零刻度放至所需液体体积.
2. 配标准液时, 移取 Fe^{3+} 应由同一人完成.
3. 同一组溶液在同一台仪器上测定.
4. 比色皿装液时要用被测液润洗三次, 液面控制在 $\frac{2}{3}$, 装液后, 外壁吸干水分, 再用专用擦镜纸擦拭干净. 手拿无玻璃面.
5. 测定吸收曲线时, 每次改变波长, 就要重新对 T 调零和调 100%. 所有样品准备好一起测 A.
6. 仪器不使用时, 使样品池处于半掩位置.
7. 测定 A 值后的溶液暂时保留, 以防测试有误, 可以复测.

五. 实验数据记录与处理

1.

波长 λ/nm	吸光度 A
500	493
510	514
520	526
525	529
530	526
540	520
550	508

故 $\lambda_{\max} = 525 \text{ nm}$

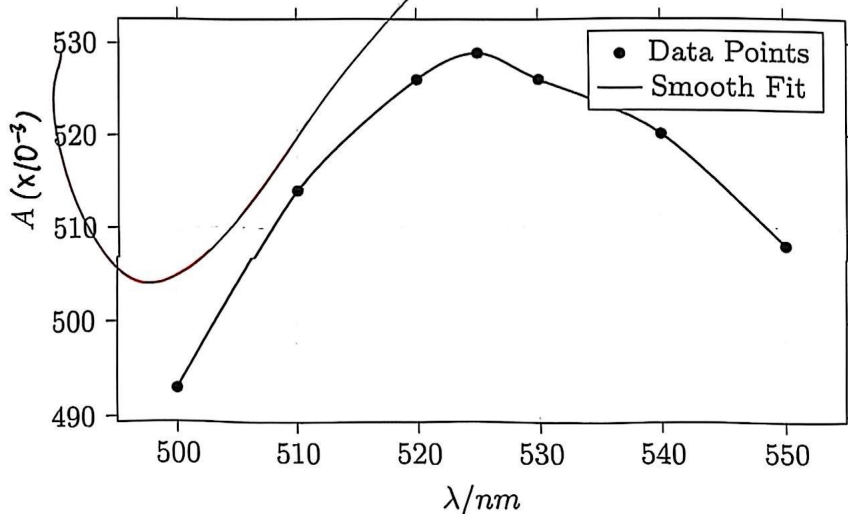


图 1: λ -A 拟合曲线

实验名称: _____

2.

编号	吸光度
0	0
1	90
2	258
3	421
4	529
5	641
6	790

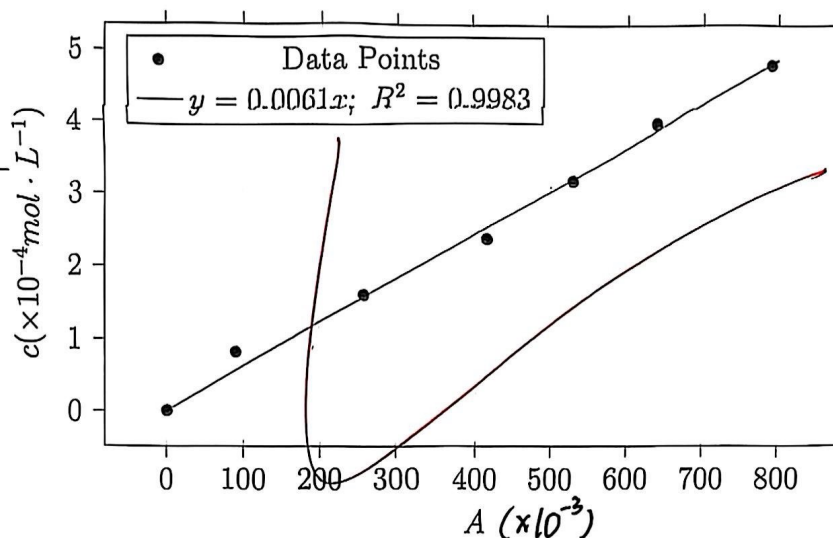


图 2: A-c 拟合直线

3. 自制试样中水杨酸残留量的测定.

试样质量 $m_s = 0.8067 \text{ g}$;加入试样溶液 $V_x = 4.00 \text{ mL}$;吸光度 $A_x = 489$, 从标准曲线可知 $C_x = 2.98 \times 10^{-4} \text{ mol/L}$.故纯度 $w = \frac{C_x V_x \frac{M}{1000}}{m_s} = 0.25\%$.

六. 实验结果与分析.

① 吸收曲线先增后减, 仅存在一个吸收峰. 波长为 525 nm , 吸光度为 0.529 .因此, 后续实验采用波长为 525 nm 的光.② 由结果可知, 阿司匹林样品中含有 0.25% 的水杨酸未完全反应.③ 强制使拟合直线过原点, 导致 $R^2 < 0.999$, 说明利用最小二乘法得到直线并不过原点. 其原因可能是仪器的误差、溶液配制的误差. 但总体而言, 线性拟合性较好. 认为实验成功.

七. 思考题

1. 因为这段波长是溶液的最大吸收波长, 找到并使用最大吸收波长的光可以降低测定结果的误差.
2. 排除 Fe^{3+} 显色的干扰. 原则:
 - ① 若仅待测部分与显色剂产物有吸收, 用溶剂参比.
 - ② 若显色剂 (或其他) 有吸收但测试液本身无吸收, 用试液参比.
 - ③ 若被测液有吸收而其余成分无吸收, 用试样参比.
3. 范围是 $A = 0.2 \sim 0.7$. 根据 $A = 0.434$ 时, 相对误差最小. 可通过改变浓度和比色皿厚度来控制 A 到该范围.