DOI：10.19789/j.1004-9398.2025.05.012
文献引用：方玉，刘畅，杨雨濛，等．传统重量分析法的实验改进研究：以可溶性钡盐中钡含量的测定为例[J]．首都师范大学学报（自然科学版），2025，46（5）：91-96. FANG Y，LIU C，YANG Y M，et al. Experimental improvement of traditional gravimetry：take the determination of barium content in soluble barium salt as an example[J]. Journal of Capital Normal University（Natural Science Edition），2025，46（5）：91-96.

传统重量分析法的实验改进研究：以可溶性钡盐中钡含量的测定为例*

方　玉**，刘　畅，杨雨濛，孙见蕊，李丽萍**
（首都师范大学化学实验教学中心，北京　100048）

摘要：为了提高实验教学的安全系数，缩短实验课时，贯彻绿色化学的教育理念，本文以可溶性钡盐中钡含量测定为例，对传统重量分析法的实验方案进行了一系列改进，包括沉淀的制备、过滤以及灼烧等重要步骤。在沉淀的灼烧中，用微波炉取代马弗炉，并对微波加热恒质量过程中的微波火力、恒质量时间、冷却时间和坩埚个数等因素进行实验探究，表明微波炉中坩埚为4个，微波加热功率为637.5 W（中高火），第1和2次分别加热15和5 min，冷却时间为50 min时，进行恒质量称量的实验效果最佳。改进后的实验方案可用于本科实验教学中，不仅可以提高实验效率，也减少了实验的安全隐患。

关键词：重量分析法；微波加热；可溶性钡盐；实验教学
中图分类号：G642　　**文献标志码**：A

Experimental improvement of traditional gravimetry: take the determination of barium content in soluble barium salt as an example*

FANG Yu**，LIU Chang，YANG Yumeng，SUN Jianrui，LI Liping**
（Chemical Experiment Teaching Center，Capital Normal University，Beijing　100048）

Abstract: To enhance the safety of experimental teaching, shorten the experimental duration, improve the teaching efficiency, and promote the concept of green chemistry, this study takes the determination of barium content in soluble barium salt as an example, a series of improvements have been made to the traditional gravimetric analysis experimental protocol. These improvements encompass precipitate preparation, filtration and precipitate ignition. For precipitate ignition, a microwave oven was employed as a replacement for the traditional muffle furnace. This study provides a detailed investigation of factors such as microwave power, constant-weight time, cooling time and the number of crucibles during the microwave heating process. The results demonstrate that the optimal conditions for constant-weight experiments are as follows: 4 crucibles in the microwave oven, a microwave power of 637.5 W (medium-high), an initial microwave heating time of 15 min, a secondary microwave heating time of 5 min, and a cooling time of 50 min. The improved experimental scheme is suitable for undergraduate

收稿日期：2024-12-12
*北京市教育委员会科学研究计划项目（KM202210028014）
**通信作者：fangyu@cnu.edu.cn；LipingLi@cnu.edu.cn

experimental teaching, offering not only improved experimental efficiency but also reduced experimental hazards.

Keywords: gravimetry; microwave radiation; soluble barium salt; experiment teaching

CLC: G642 **DC**: A

0 引 言

重量分析法是通过称量有关物质的质量来确定被测组分精确含量的分析方法[1],首先经物理或化学反应将待测物与其他物质分离,通过称量待测物或其生成物的质量,进而获得待测物在样品中的含量。重量分析法是经典的化学分析方法,可直接利用分析天平得到实验结果,不需要和标准品、基准物质等比较,所得的实验结果准确度高,目前仍常用于高含量的硅、磷、钨、稀土元素等试样的准确分析[2-3]。重量分析法广泛应用于一些精确的分析工作,如药物、食品和工业分析等[4-7],除了社会应用价值,还具有重要的化学教育价值。在高等化学教育中,重量分析法能够深化学生对四大化学平衡中沉淀-溶解平衡理论的应用[8],众多高等院校的本科分析化学实验教学中,都会设置以重量分析法为核心的经典教学实验[9-12];在基础化学教育中,由于制取沉淀、称量质量的原理容易被理解和实现,也有越来越多中学化学教师尝试将其引入到探究性、主题式和项目式的学习活动中[13-15]。

然而,传统的重量分析法还存在一些不足之处。一方面,沉淀的制备、过滤、灰化和恒质量都是耗时较长、繁琐枯燥的实验操作,在实验教学课时日益紧张的情况下,这一教学内容尤其容易面临效率和效果方面的质疑[16];另一方面,实验过程中涉及较长时间的加热和高温条件,大规模开展学生实验确实存在一定的安全隐患,大功率的马弗炉加热设备也有悖于“降低能耗”绿色化学指导原则。上述问题是重量分析法实验教学面临的主要问题和挑战。从事高等教育的研究者们围绕重量分析法进行了一系列的教学改革:孟哲等[17]依据晶型沉淀生长的热力学理论,将微波技术引入沉淀陈化中,大大缩短了沉淀时长;曾秀等[18]为了缩短重量分析法部分的实验教学时长,建设数字化教学资源,开展了线上线下混合式教学。目前,对沉淀制备部分的改进尚鲜有报道,除此之外,尽管一些实验教材和研究论文将微波技术引入沉淀的恒质量中以缩短时长,但相关的实验研究或直接给出最佳实验方案,或聚焦于单一或少数影响因素,缺乏系统性探讨。此外,将此类研究成果转化应用于本科实验教学的相关实践研究仍较为匮乏[10,19-23]。

针对上述问题,本文以重量分析法中的经典实验,即可溶性钡盐中钡含量测定为例,尝试通过引入半自动化的沉淀制备装置、砂芯坩锅减压过滤、微波恒质量等装置和技术,提出了一套系统地改进重量分析法方案,并对微波炉恒质量中的可能影响因素进行了详细的探究,以期实验方案能够显著缩短实验所需时长,降低实验过程的繁琐枯燥程度,同时具有安全和绿色的突出优点,有望为高等化学教育和基础化学教育的从业者在应用重量分析法组织教学活动时提供一种新选择。

1 问题及改进

采用重量分析法测定可溶性钡盐中钡含量的实验时,传统方案先用H_2SO_4使Ba^{2+}生成$BaSO_4$沉淀,随后使用马弗炉对空瓷坩埚以及装有$BaSO_4$沉淀的瓷坩埚灼烧多次至恒质量,获得$BaSO_4$的精确质量,计算钡的准确含量,实验方案如图1(a)所示。笔者在多年的实验教学中归纳总结了此实验中亟待改进的内容,改进实验示意如图1(b)所示。

1.1 实验安全性

存在问题:原方案在制备沉淀的过程中,学生需要在水浴接近沸腾时,一边用玻璃棒快速搅拌$BaCl_2$溶液,一边用滴管慢慢滴加H_2SO_4溶液,在操作中,手套会被不断产生的高温蒸汽浸湿,不仅让学生体感欠佳而且有被蒸汽烫伤的危险;灼烧空坩埚或沉淀坩埚的过程中,马弗炉的温度高达800 ℃,如此高的温度下,学生有被烫伤的安全隐患。

实验改进:将磁力加热搅拌器联合恒压漏斗,以漏斗滴加溶液代替滴管滴液,实现半自动化制备沉淀。学生只需调节滴加漏液的速度,避免了被高温蒸汽烫伤的隐患;使用微波技术代替马弗炉,升温和降温速度快,规避了学生被烫伤的安全隐患。

1.2　实验耗时

存在问题:原方案在沉淀陈化、过滤后,还需对沉淀灰化后进行马弗炉灼烧,灰化耗时约30 min,马弗炉经2次升温到800 ℃后分别灼烧40和10 min,每次灼烧后都需要将马弗炉降温至安全温度后取出坩埚,冷却40 min后称质量。实验总耗时约10 h,本实验分2次课进行,共12学时:第1次课6学时,包括讲解实验内容、沉淀的制备、空坩埚的恒质量及陈化;第2次课6学时,包括沉淀的过滤、灰化、灼烧、恒质量及数据处理。

实验改进:在沉淀过滤中,使用砂芯坩锅代替瓷坩锅,采用减压方式过滤沉淀。该方法不仅缩短了过滤时间,因不使用滤纸,沉淀陈化后无需灰化即可进入下一步实验。在灼烧沉淀时,使用微波技术代替马弗炉,分2次灼烧,时间分别为15和5 min,冷却50 min后称量即可。实验总耗时约4 h,共6学时,一次课即可完成。除极大地缩减了实验耗时外,同时也做到了节能和安全。

1.3　学生参与度

存在问题:在马弗炉灼烧沉淀时,鉴于实验安全及课程时间的限制,在实际操作中,涉及马弗炉的操作步骤由实验教师完成,导致学生的实验参与感降低,影响了实验教学的完整性。

实验改进:以微波炉代替马弗炉灼烧沉淀,实验全程由学生主导完成,能充分发挥学生的主观能动性,提高学生的参与度,提升学生的自信心和成就感。

2　实验设计

2.1　试　剂

分析纯98%H_2SO_4溶液、37%HCl溶液、$AgNO_3$固体、$BaCl_2\cdot 2H_2O$固体均购于北京市通广精细化工公司。实验用水均为蒸馏水。

2.2　仪　器

使用奥豪斯仪器(上海)有限公司生产的*AR2140型分析天平称量样品;使用艾卡(广州)仪器设备有限公司生产的C-MAG HS 7型磁力加热搅拌器搅拌溶液;使用天津奥特赛恩斯仪器有限公司生产的AP-9950型无油真空泵抽滤溶液;使用天津泰斯特有限公司生产的SYG-A2-4型水浴装置陈化沉淀;使用广东格兰仕集团有限公司生产的WP750型微波炉灼烧沉淀物,内腔容量23 L,高火、中高火和中火的功率分别为750.0、637.5和495.0 W。

2.3　沉淀的制备和陈化

准确称取2份0.4~0.6 g试样(质量尽可能接近),分别置于250 mL烧杯中,加入100 mL水,3 mL 2 mol/L HCl溶液,搅拌溶液,放入磁子(注意烧杯编号,玻璃棒专用);分别取过量50%的1 mol/L H_2SO_4溶液于2个100 mL烧杯中,加水30 mL,搅拌溶液;将试样溶液和沉淀剂放入磁力加热搅拌器,设置温度100 ℃,并打开磁力搅拌开关,将溶液加热至近沸,调好恒压漏斗的活塞位置,趁热用胶头滴管将沉淀剂加入到恒压漏斗中(注意不要一次性全部加入,等沉淀剂流出恒压漏斗后再依次加入剩余沉淀剂),直至沉淀剂全部加完为止。待沉淀沉降完全后,在上清



图1　实验方案对比

(a)原方案;(b)改进后实验方案

液中加入1~2滴100 mmol/L H_2SO_4溶液,观察是否有新沉淀生成。若沉淀完全,则可将沉淀后的溶液放入100 ℃的恒温水浴锅中,盖上表面皿,静置40 min。

2.4　沉淀的过滤

倾泻法抽滤已恒质量的空砂芯坩埚,过滤上清液后,用吸磁棒转移烧杯中的磁子,用水冲洗磁子并收集清洗液,使沉淀完全转移;10 mmol/L稀H_2SO_4溶液洗涤烧杯中的沉淀3次,每次消耗体积约15 mL,将沉淀完全转移到砂芯坩埚中;10 mmol/L稀H_2SO_4冲洗玻璃棒,用沉淀帚擦拭粘附在烧杯内壁上的沉淀,冲洗烧杯和玻璃棒直至沉淀转移完全。收集少量滤液,加入2滴100 mmol/L $AgNO_3$溶液,观察是否有沉淀生成。如果没有沉淀生成,说明Cl^-已完全去除,抽滤至抽滤瓶中白色水雾消失,继续抽滤2 min后结束实验。

2.5　空坩埚的恒质量

取4个空坩埚放入微波炉中,分别用中火、中高火、中高火和高火加热15、10、15和10 min,依次记录冷却10、15、20、25、30、40、50和60 min时的坩埚质量;继续微波加热5 min,依次记录冷却10、15、20、25、30、40、50和60 min时坩埚的质量;计算质量差(Δm),Δm≤0.4 mg时为达到恒质量。实验重复5次。

2.6　沉淀坩埚的恒质量

将4个沉淀坩埚放入微波炉中,分别用中高火、中高火和高火加热10、15和10 min,依次记录冷却10、15、20、25、30、40、50和60 min时的坩埚质量;继续微波加热5 min,依次记录冷却10、15、20、25、30、40、50和60 min时坩埚的质量;计算Δm。实验重复5次。

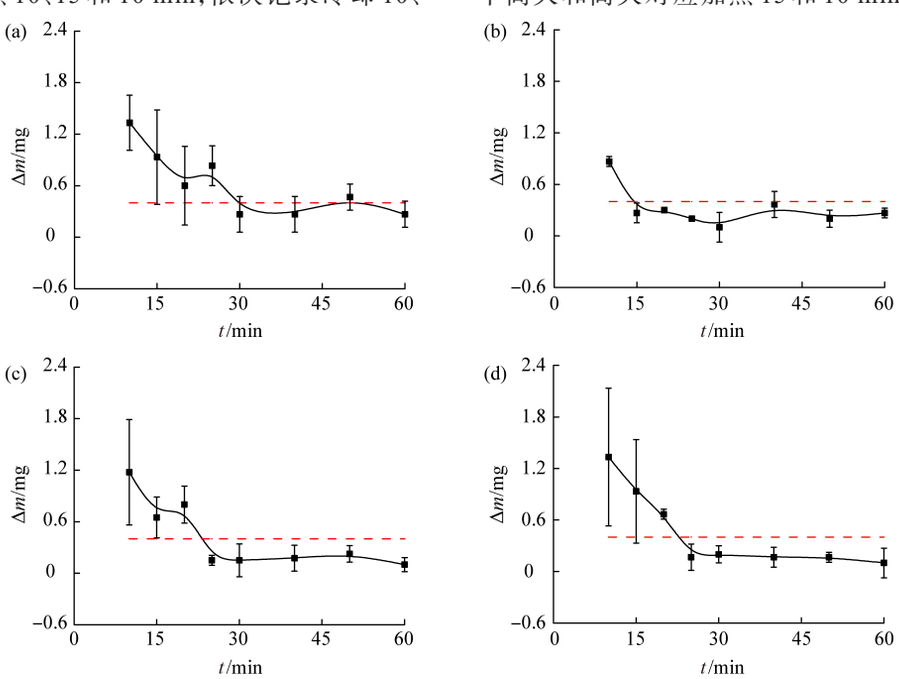
2.7　微波炉内不同坩埚个数的恒质量

因微波炉数量有限,在保证恒质量率(恒质量的坩埚数与总坩埚数的百分比)的基础上,单次灼烧坩埚个数越多实验进度也会越快。因实验中每名学生制备2份沉淀,所以坩埚个数的影响因素只设置偶数情况。在已优化的最佳条件(微波功率和时间)下,分别将2、4、6和8个坩埚均匀分散地放置在微波炉中,对比空坩埚和沉淀坩埚的恒质量率是否有差异。通过空坩埚与沉淀坩埚2次灼烧的质量差计算恒质量率,根据沉淀坩埚和空坩埚的质量差可得到$BaSO_4$沉淀的质量,结合制备沉淀时所消耗的$BaCl_2·2H_2O$质量,即可计算出钡含量。

3　实验结果

3.1　空坩埚恒质量条件优化

对微波炉不同火力、加热时间和冷却时间对空坩埚恒质量的影响如图2所示。微波中火加热15 min时,坩埚在冷却时间60 min时,Δm≤0.4 mg,即达到100%恒质量;中高火加热10 min时,坩埚在15~30 min及50~60 min时,Δm≤0.4 mg,即恒质量率均为100%;中高火和高火对应加热15和10 min时,冷却25 min



注:Δm为质量差;虚线处为Δm=0.4 mg。

图2　不同加热条件下空坩埚的Δm随冷却时间(t)变化趋势

(a)中火加热15 min;(b)中高火加热10 min;(c)中高火加热15 min;(d)高火加热10 min

后,Δm≤0.4 mg,即恒质量率均为100%。综上可见,中高火15 min以及高火10 min的微波加热条件均可使空坩埚在短时间内得到较好的恒质量效果。

3.2　沉淀坩埚恒质量条件优化

在上述结果基础上,沉淀坩埚在中高火10和15 min以及高火10 min条件下的恒质量结果如图3所示。中高火10 min时,冷却25和50 min后,Δm≤0.4 mg,即恒质量率均为100%;中高火15 min时,冷却20、30及50 min后,Δm≤0.4 mg,即恒质量率均可达100%;高火10 min时,冷却时间在30~60 min时,Δm≤0.4 mg,即恒质量率均可达到100%。尽管高火条件下冷却时间最短,效果最好,但考虑到最大功率下易过热且受热不均,加之长时间使用最大功率可能会加速微波炉内部元件(如高压硅变压器、磁控管等)的老化,缩短微波炉的使用寿命,因此使用中高火15 min的加热条件最为合适,即中高火第1次加热15 min、第2次加热5 min、冷却时间50 min时进行恒质量称量。

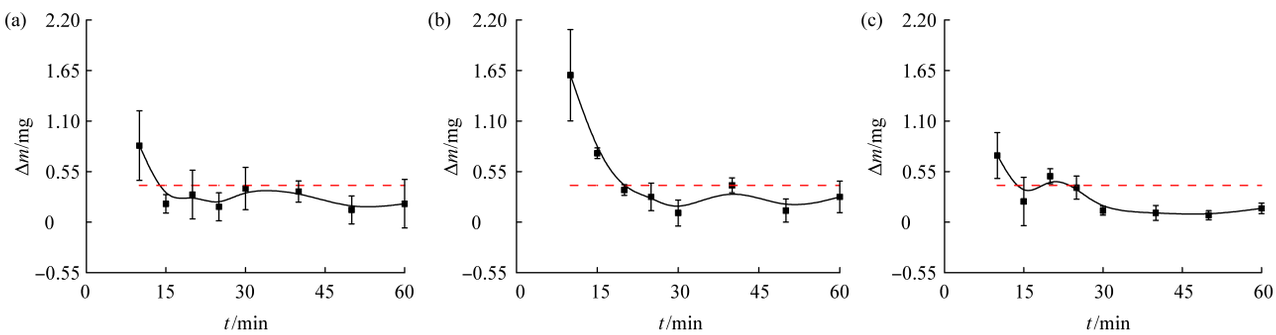


图3　不同加热条件下沉淀坩埚的Δm随冷却t变化趋势

(a)中高火加热10 min;(b)中高火加热15 min;(c)高火加热10 min

3.3　坩埚个数优化

中高火第1次加热15 min、第2次加热5 min、冷却时间50 min时,微波炉内加热不同坩埚个数的恒质量率列于表1。当坩埚数为2和4个时,空坩埚和沉淀坩埚的恒质量率均为100%;当坩埚数为6或8个时,空坩埚和沉淀坩埚的恒质量率为83.33%~95.83%。因此,在实际教学中每个微波炉内的坩埚数量设置为2或4个。

表1　微波炉内加热不同坩埚数的恒质量率　单位:%

坩埚数量/个	空坩埚	沉淀坩埚
2	100	100
4	100	100
6	83.33	83.33
8	91.67	95.83

4　教学效果

与传统的实验方案相比[9-10],本文通过引入半自动化沉淀制备装置和微波技术,提高了实验的安全性和实验效率,提高了学生的参与度和满意度。改进后的方案不仅帮助学生了解恒压滴液漏斗的工作原理和操作方法,还通过引入微波炉这一生活化电器,将理论知识与实际应用有机结合,提高了学生的实验兴趣。

为了更好地对比2种方案的教学效果,采用理论课成绩和实验操作成绩各占50%的加权综合评分,对学生进行排序后,通过分层随机抽样将学生均等分为2组,以尽可能地保证2组学生在理论基础和实验技能方面的均衡性,每组18人。一组使用原实验方案,另一组使用改进后实验方法。具体的实验对比结果列于表2。改进后的实验方案在关键性能指标上取得了一定改善,具体而言,改进后的实验方案在空坩埚和沉淀坩埚的恒质量率上均有约10%的提高;课时由原来的12学时缩短至6学时;在可溶性钡盐中钡含量的测定方面,改进方案所得平均测定值与理论值吻合良好,分别为56.50%和56.22%,相对误差由0.61%降至0.50%。尽管改进后的相对标准偏差略有偏大,但仍在合理的范围(相对标准偏差≤2.00%)内[24]。除此之外,学生的主观能动性得到了充分的发挥,在实验过程中,由教师主导的地位转变为学生主导,学生无需再等待马弗炉的升温和降温阶段,而是可以自主安排实验进度。全程参与实验不仅提升了学生的实验成就感,而且使他们能够更加牢固地掌握重量分析法的理论知识和实验步骤。

表2 原实验和改进实验方案的结果对比

方案	恒质量率/%		实验学时	可溶性钡盐中钡含量/%			
	空坩埚	沉淀坩埚		理论值	平均测定值	相对误差	相对标准偏差
原方案	81.82	81.82	12	56.22	55.88	0.61	0.13
改进后	91.52	90.91	6	56.22	56.50	0.50	0.18

5 结束语

本文以可溶性钡盐中钡含量测定实验为例,通过引入半自动化装置、减压过滤和微波恒质量,全面优化了沉淀的制备、分离和恒质量方法,从而创新性地提出了一套系统性的改进方案。该方案能够大幅缩短实验课时,以应对实验教学课时紧张所带来的挑战;实验过程免灼烧、低排放、低耗能,更加契合当前"双碳"背景下强调的绿色化学理念;整个操作过程学生无需接触任何高温设备,大大降低了安全风险,还可增加学生的参与度,充分发挥学生在实验中的主观能动性。改进后的实验方案不仅可以用于本科实验教学中,还能够为广大中学教师设计基于重量分析法的高阶学习活动提供安全、快速、可操作性强的备选方案。

参 考 文 献

[1] 许晓文,杨万龙,沈含熙.定量分析化学[M].天津:天津大学出版社,1996:388-394.

[2] 张正奇.分析化学[M].北京:科学出版社,2001:110.

[3] 郭秀婷,黎福萍,郭秀丽,等.重量法测定钨铁合金中钨和硅的含量[J].中国钨业,2024,39(2):91-94.

[4] 国家药典委员会.中华人民共和国药典(第二部)[S].北京:化学工业出版社,2005.

[5] 杨裴,王妍,李光明.食品添加剂碳酸盐国家标准介绍[J].无机盐工业,2015,47(2):62.

[6] 国家标准化管理委员会.钢铁及合金硅含量的测定重量法[S].北京:国家市场监督管理总局,2024.

[7] 杨晓丹,李杏茹,唐忠雪,等.应用酶-重量法测定不同蘑菇中的膳食纤维[J].首都师范大学学报(自然科学版),2013,34(6):12-15.

[8] 王园朝.分析化学教学中知识点的树结构设计[J].大学化学,2010,25(3):16-19.

[9] 武汉大学.分析化学实验[M].北京:高等教育出版社,2010:159-162.

[10] 北京大学化学系分析化学教研室.基础分析化学实验[M].3版.北京:北京大学出版社,1998:113-116.

[11] 张慧娟.分析化学实验课中开设重量法实验的必要性[J].湖北第二师范学院学报,2012,29(2):105-106.

[12] 周化岚,王欣.食品分析及检测教学模式改革研究[J].科技展望,2016,15:207.

[13] 苏华虹,潘红,王怀文,等.整合"元素化合物"和"实验方案设计"的主题式复习课:测量葡萄酒中二氧化硫的含量[J].化学教学,2023(1):47-51.

[14] 刘玉荣,刘倩.基于发展学生化学核心素养的教学设计:以"沉淀溶解平衡"为例[J].化学教育(中英文),2019,40(19):41-46.

[15] 李丽萍,卢晓东.实验教育中面向创新的具身认知发展价值:以化学学科为例[J].现代大学教育,2023,39(2):103-110.

[16] 萧钰.出版业信息化迈入快车道[EB/OL].(2001-12-19)[2024-09-09]. https://www. gmw. cn/01ds/2001-12/19/07-1C6612DEBB971BF148256B2700043372.htm.

[17] 孟哲,宋伟明,马晓虎,等.多技术融合-创新设计沉淀重量法测定钡含量的实验[J].大学化学,2022,37(5):2110049.

[18] 曾秀,琼徐孝,菲委秀,等.综合性化学实验的线上线下混合式教学:以水泥分析为例[J].大学化学,2022,37(2):2109067.

[19] 魏士刚,王英华,徐家宁.重量法测定钡盐中钡含量的实验改革[C]//中国化学会.第十二届全国大学化学教学研讨会.重庆:中国化学会,2013:576-578.

[20] 徐文国,邹明珠,赵俊武,等.微波加热技术在重量分析法中的应用[J].分析化学,1992,20(11):1291-1293.

[21] 钱军,郭明,张晓辉.微波炉法灼烧$BaSO_4$沉淀好处多[J].大学化学,1996,11(1):44-45.

[22] 赵桦萍,李莉,赵立杰,等.微波加热干燥法测定二水合氯化钡中钡的含量[J].实验技术与管理,2013,30(11):57-58.

[23] 张春丽.微波炉在重量分析实验中的应用[J].宿州师专学报,1999(4):85-86.

[24] HORWITZ W, ALBERT R. Precision in analytical measurements: expected values and consequences in geochemical analyses [J]. Fresenius Journal of Analytical Chemistry,1995,351:507-513.

(责任编辑:王 媛)