# 揭阳职业技术学院

Jieyang Vocational & Technical College

# 教　案

系（部）：化工系

讲授课程：化学分析综合实训（与“人才培养方案”同）

任课教师：刘月颖

专业班级：应用化工技术241、应用化工技术242、应用化工技术（3+）241、应用化工技术（订单班）241

授课学期：2025-2026学年第一学期

揭阳职业技术学院化工系

2025年9月

授课日期　　　　　　　第一周　　　　　　　　教案编号　　1

| 课程名称 | 化学分析综合实训 | 专业班级 | 应用化工技术241、242、（3+）241、（订单班）241 |
| --- | --- | --- | --- |
| 教材名称 | 《化学分析综合实训-讲义》 | | |
| 授课题目 | 项目一 混合碱中氢氧化钠及碳酸钠含量测定 | | |
| 授课学时 | 2节（　）；3节（　）；其他（ ✓） | | |
| 课型 | 理论（ ✓）；实验（ ✓ ）；见习（　）；实训（　）；其它（　） | | |
| 教学目的 | 1. 使学生能理解含量测定原理;<br>2. 能够配制和标定0.1mol/LHCl标准溶液;<br>3. 掌握双指示剂滴定法的原理、操作及计算;<br>4. 熟练掌握分析中各种玻璃仪器的使用及减量法的称量。 | | |
| 教学重点 | 1. 理解混合碱含量测定原理;<br>2. 掌握标准溶液的标定;<br>3. 培养学生实验技能和科学精神。 | | |
| 教学难点 | 1. 使学生理解测定有关步骤;<br>2. 培养学生实验的科学精神。 | | |
| 教学方法 | 讲授（ ✓ ）；讨论（ ✓ ）；指导（　）；示教（　）；其它（任务、引导式教学） | | |
| 电子教案 | 有（ ✓ ） | Microsoft powerpoint( ✓ ); Author ware (　); 其它（　） | |
| | 无（　） | | |
| 教学资源 | 多媒体（ ✓ ）；模型（ ）；标本（ ）；实物（ ）；音像（ ✓）；其它（　） | | |
| 教学过程时间安排 | 1 引入，布置与分析检测任务，讲解原理　　30‘<br>2 解读测定过程　　30‘<br>3 学生讨论提问　　15‘<br>4 复习玻璃仪器的使用　　15‘ | | |
| 思考题 | 请简述实验过程 | | |
| 作业 | 做好方案实施准备工作，做好实验数据记录表格 | | |
| 教学后记 | 在进行教学过程后，学生在实验中还是存在步骤不清晰，实验不合规范的情况。教师在实验前有必要强调实验室安全，过程步骤等。 | | |

# 项目一 混合碱中 $NaOH$、$Na_2CO_3$ 含量的测定

一、检测目标：混合碱中氢氧化钠和碳酸钠含量测定

二、实验目的：

1、学会配制和标定盐酸标准溶液的步骤和方法；

2、掌握用双指示剂法测定混合碱的组成及其含量的原理、方法、操作及计算；

3、熟练掌握用酚酞、甲基红作指示剂判断终点方法。

三、方法提要

2.1 测定原理

采用双指示剂法。用 HCl 标液滴定混合碱时有两个化学计量点：

第一个计量点时，反应为：

$$Na_2CO_3 + HCl = NaHCO_3 + NaCl$$

$$NaOH + HCl = NaCl + H_2O$$

溶液的 pH 值为 8.31，用酚酞为指示剂（变色范围 8.0 ~ 10.0），从红色变为几乎无色时为终点，滴定体积为 $V_1$(ml)。

第二个化学计量点时，滴定反应为：

$$NaHCO_3 + HCl = NaCl + CO_2\uparrow + H_2O$$

溶液 pH 为 3.9，以甲基橙为指示剂，终点由黄色变为橙色，滴定体积为 $V_2$(ml)。

当 $V_2 > V_1$ 时，则混合碱为 $Na_2CO_3 + NaHCO_3$；

当 $V_1 > V_2$ 时，为 $Na_2CO_3 + NaOH$。

2.2 相关知识

由于浓盐酸容易挥发，不能直接配制具有准确浓度的标准溶液，因此，配制 HCl 标准溶液时，只能先配制成近似浓度的溶液，然后用基准物质标定它们的准确浓度，或者用另一已知准确浓度的标准溶液滴定该溶液，再根据它们的体积比计算该溶液的准确浓度。

四、实验步骤

4.1、0.1mol/L HCl 标准溶液的配制与标定

量筒量取浓盐酸 4.5ml，注入 500ml 水中。

减量法准确称取 0.2g 无水 $Na_2CO_3$，置于锥形瓶中，加 50ml 水及 10 滴溴甲酚氯-甲基橙。滴定管中装入配置好的 HCl 溶液滴定至锥形瓶内溶液由绿色变为紫红色。煮沸两分钟，冷却至室温。继续滴定至溶液由绿色变为暗紫色。做四组平行实验和一个空白。由 $Na_2CO_3$

的质量和实际消耗 HCl 溶液体积计算浓度，完成数据。

4.2、待测混合碱样品溶液中 NaOH、$Na_2CO_3$ 含量的测定

4.2.1 混合碱溶液样品的配制

准确称取约 2g 烧碱样品，放入小烧杯中，用少量蒸馏水溶解，必要时可微微加热（如有不溶性残渣可过滤除去）。将溶液移入 250ml 容量瓶中（如用滤纸过滤，应以少量蒸馏水洗涤 2~3 次，洗涤液并入容量瓶中），最后用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。

4.2.1、混合碱样品溶液中 NaOH、 $Na_2CO_3$ 含量的测定

用移液管吸取上诉制备好的样品溶液 25ml 与 250ml 锥形瓶中，加酚酞指示剂 2~3 滴，用 0.1mol/LHCl 标准溶液滴定至粉红色恰好消失为止，记下 HCl 标准溶液的用量 V1。再加入甲基橙指示剂 1~2 滴，继续用 0.1mol/LHCl 标准溶液滴定至溶液由黄色变为橙色，记下 HCl 标准溶液的用量 V2。平行测定三次。

五、实验试剂及仪器

| 需求仪器 | | |
|---|---|---|
| 仪器 | 规格 | 用量 |
| 分析天平 | 精确到小数点后四位 | / |
| 50ml两性滴定管 | 50ml | 12组×2 |
| 锥形瓶 | 250ml | 5×12组+3×12组 |
| 电炉 | / | 12个 |
| 称量纸 | / | / |
| 量筒 | 50ml | 12个 |
| 100ml烧杯 | 100ml | 12个 |
| 玻璃棒 | / | 12只 |
| 容量瓶 | 250ml | 12只 |
| 移液管 | 25ml | 12只 |
| 标签纸 | / | / |
| 洗瓶 | / | 12只 |

| 需求试剂 | |
| --- | --- |
| 试剂 | 用量 |
| 0.1mol/LHCl溶液 | 5L |
| 基准无水碳酸钠 | 10~12g |
| 溴甲酚绿—甲基红混合指示剂 | 一到两个滴定瓶 |
| 蒸馏水 | 5L |
| 混合碱样品（也可以是时间久远的氢氧化钠） | 30g |
| 0.1%甲基橙指示剂 | 一到两个滴定瓶 |
| 0.1%酚酞指示剂 | 一到两个滴定瓶 |

六、计算公式

6.1、0.1molHCl标准溶液物质的量浓度

$$c(HCl)=\frac{2\times m(Na_2CO_3)}{\left[V(HCl)-V_0\right]\times M(Na_2CO_3)\times 10^{-3}}$$

6.2、待测混合碱样品溶液中 NaOH、 $Na_2CO_3$ 含量的测定

$$\omega(NaOH)=\frac{c(HCl)\times(V_1-V_2)\times 10^{-3}\times 40.00}{m(样)\times\frac{25}{250}}\times 100\%$$

$$\omega(Na_2CO_3)=\frac{c(HCl)\times V_2\times 10^{-3}\times 105.99}{m(样)\times\frac{25}{250}}\times 100\%$$

七、实验原始记录表

| HCl标准溶液的标定原始数据记录 | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| m倾样前/g | | | | |
| m倾样后/g | | | | |
| m（Na2CO3）/g | | | | |
| 滴定管初读数/ml | | | | |
| 滴定管终读数/ml | | | | |
| 滴定消耗HCl体积V(HCl)/ml | | | | |
| 空白实验$V_0$/ml | | | | |
| c(HCl)/mol·L$^{-1}$ | | | | |
| c平均(HCl)/mol·L-1 | | | | |

| **测定待测混合碱样品溶液的原始数据记录** | | | |
| --- | --- | --- | --- |
| | 1 | 2 | 3 |
| HCl标准溶液的浓度/（mol/L-1) | | | |
| 混合碱倾样前m/g | | | |
| 混合碱倾样后m/g | | | |
| m(样）/g | | | |
| 滴定管初读数/ml | | | |
| 第一次滴定读数/ml | | | |
| 第二次滴定读数/ml | | | |
| 消耗HCl标准溶液体积V1/ml | | | |
| 消耗HCl标准溶液体积V2/ml | | | |
| ω（NaOH）/% | | | |
| ω平均（NaOH）/% | | | |
| ω（Na2CO3）/% | | | |
| ω平均（Na2CO3）/% | | | |

八、实验注意问题

1、在测定混合碱中氢氧化钠和碳酸钠含量时，注意 V1 与 V2 的数值读取；
2、在标定 HCl 时一定要煮沸冷却至室温后才可继续滴定，此时已非常接近滴定终点，再次滴定时以半滴量滴加，注意控制滴定管旋钮。
3、此实验为整组实验，在计算混合碱含量时，需要使用的是准确标定盐酸的浓度进行计算，不得使用其大概浓度值，否则视作操作失误。

授课日期　第二周　　　　　　　　　　　　　　　教案编号　　2

| | | | |
|---|---|---|---|
| 课程名称 | 化学分析综合实训 | 专业班级 | 应用化工技术241、242、（3+）241、（订单班）241 |
| 教材名称 | 《化学分析综合实训-讲义》、相关国家/行业标准 | | |
| 授课题目 | 项目二 胃舒平有效成分测定 | | |
| 授课学时 | 2节（　）；3节（　）；其他（ ✓） | | |
| 课型 | 理论（✓）；实验（✓）；见习（　）；实训（　）；其它（　） | | |
| 教学目的 | 1. 使学生理解含量测定原理<br>2. 使学生理解间接滴定方法<br>3.培养学生能根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力<br>4.使学生逐步认识化工产品品质检验企业工作要求；工业产品品质检验工作过程和工作任务。 | | |
| 教学重点 | 1. 理解含量测定原理<br>2. 理解标准测定的有关步骤<br>3.培养学生根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力 | | |
| 教学难点 | 1.使学生理解标准测定的有关步骤<br>2.培养学生能根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力 | | |
| 教学方法 | 讲授（ ✓ ）；讨论（ ✓ ）；指导（ ✓ ）；示教（　）；其它（任务、引导式教学） | | |
| 电子教案 | 有（ ✓ ） | Microsoft powerpoint( ✓ ); Author ware (　); 其它（　） | |
| | 无（　） | | |
| 教学资源 | 多媒体（ ✓ ）；模型（ ）；标本（ ）；实物（ ）；音像（ ✓）；其它（　） | | |
| 教学过程时间安排 | 1.引入，布置与分析检测任务，讲解检测原理　15min<br>2.解读使用 EDTA 检测药品中有效成分 Al 和 Mg 含量的测定步骤　25min<br>3. 实验注意事项　5min<br>4、学生按参考模板进行测定方案设计　30min<br>5、评价方案并确定方案　15min | | |
| 思考题 | 请简述实验有关原理 | | |
| 作业 | 做好方案实施准备工作，做好实验数据记录表格 | | |
| 教学后记 | 在授课的过程中及时解决学生的问题，提醒学生注意玻璃仪器的清洗润洗和滴定时速度的掌握；充分引导学生对标准的理解，以便更好实施方案。 | | |

# 项目二 胃舒平有效成分测定

一、检测目标：测定胃舒平中氢氧化铝和氧化镁的含量

二、方法提要：

胃舒平又名复方氢氧化铝，是由能中和胃酸的氢氧化铝、三硅酸镁（$2MgO \cdot 3SiO_2 \cdot 5H_2O$）和少量止痛药颠茄流浸膏及大量糊精等赋形剂制成。

药片中 Al(III)和 Mg(II)的含量可用络合滴定法测定。先将药片用酸溶解，分离除去不溶于水的物质。由于 Al(III)和 EDTA 的络合速度甚慢，不能直接滴定，需加入过量的 EDTA，调节 PH=3~4(在该条件下不会受 $Mg^{2+}$的干扰，EDTA 只与 $Al^{3+}$络合)，煮沸数分钟，使 Al(III)与 EDTA 充分络合，冷却后在调节 PH=5~6，以二甲酚橙为指示剂，用 Zn（II）标准溶液返滴定过量的 EDTA，溶液由黄变为紫红色为滴定终点，即可测出 Al(III)的含量。另取试液，调节 PH=8~9，将 Al(III)沉淀分离，在 PH=10（可加入 PH=10 的缓冲溶液控制酸度），以铬黑 T 为指示剂，用 EDTA 滴定滤液中的 Mg(II) 含量，溶液由暗红色变为蓝绿色为滴定终点。

三、实验步骤

（一）0.05mol/L Zn2+标准溶液的配制（需 200mL)

称量范围 0.774-0.854g，加入盐酸溶液（20%）3.6 mL，容量瓶需做绝对校正。

（二）0.05mol/L EDTA 标准溶液的配制（需 200mL)

称量范围 3.622-3.822g，容量瓶需做绝对校正。

（三）药片检测

（1）样品处理：

准确称取 10 片药片，破碎（研细、混匀）后再从中准确称取粉末 2-3g，置于 400mL 烧杯中，加 20mL1:1HCl 溶液，加 100mL 水，煮沸，溶解。冷却过滤，定量收集滤液及洗涤液于 250mL 容量瓶中，定容摇匀。

（2）药片中氢氧化铝含量（质量分数）的测定

分取 5.0mL 上述试液置于锥形瓶中，加水至 25mL。滴加 1：1 氨水溶液至刚出现浑浊，再滴加 1：1HCl 溶液至沉淀恰好溶解。

准确加入 25.0mLEDTA 标准溶液，加入 10mL20%六亚甲基四胺溶液，煮沸 10min。冷却，加入 2 滴二甲酚橙指示液，用 $Zn^{2+}$标准溶液返滴定至试液由黄色变红色为终点。平行测定 2 次。

（3）药片中氧化镁含量（质量分数）的测定

1)沉淀 Al：分取 25.0mL 上述试液置于 250mL 烧杯中，滴加 1：1 氨水溶液至刚出现沉淀，再滴加 1：1HCl 溶液至沉淀恰好溶解。加入 2g 固体 $NH_4Cl$，滴加 20%六亚甲基四胺溶液至沉淀出现并过量 15mL。加热至 80，维持 10-15min。

2)测定：上述沉淀冷却过滤，以少量水洗涤沉淀数次，收集滤液与洗涤液于 250mL 锥形瓶中，加入 10mL1：2 三乙醇胺溶液、10mL 缓冲溶液及 1 滴 0.2%甲基红指示液和少许铬黑 T，用 EDTA 标准溶 液滴定至试液由暗红色转为蓝绿色为终点。平行测定 2 次。

四、仪器与试剂

1、试剂

| 名称 | 规格 | 数量 | 单位 |
| --- | --- | --- | --- |
| 胃舒平（样品） | 样品 | 100 | 片 |
| 盐酸 | 1：1 | 0.5 | L |
| 盐酸 | 20% | 0.1 | L |
| 氨水 | 1：1 | 0.2 | L |
| 三乙醇胺 | 1：2 | 0.2 | L |
| 缓冲溶液 | pH＝10 | 0.2 | L |
| 甲基红指示液 | 0.2% | 0.05 | L |
| 铬黑 T | 1：100 氯化铵（质量比）混合均匀研细 | 装于棕色瓶中 | |
| 二甲酚橙指示液 | 0.2% | 0.05 | L |
| EDTA 二钠 | 基准试剂 | 1.5 | L |
| 氧化锌 | 基准试剂 | 1 | 瓶 |
| 六亚甲基四胺溶液 | 20% | 1 | L |
| 氯化铵 | AR | 1 | 瓶 |

2、仪器

| 名称 | 规格 | 名称 | 规格 | 名称 | 规格 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 研钵 | | 移液管或吸量管 | 5、25mL | 酸碱两用滴定管 | 50mL |
| 容量瓶（8 个） | 250mL | 容量瓶（16 个） | 200mL | 电子天平 | 0.1mg |
| 加热电炉（石棉网） | | 恒温水浴锅 | | 称量纸、药勺 | |
| 抽滤装置（布氏漏斗） | | 锥形瓶 | 250mL 以上 | 吸耳球 | |

五、计算公式

1、锌标准溶液的配制

4.16.2 方法二

按表18的规定量，称取于800 ℃±50 ℃的高温炉中灼烧至恒量的工作基准试剂氧化锌，用少量水湿润，加表18的规定量的盐酸溶液(20%)溶解，移入1 000 mL容量瓶中，稀释至刻度。

表18

| 氯化锌标准滴定溶液的浓度 $c(ZnCl_2)$/(mol/L) | 工作基准试剂氧化锌的质量 $m$/g | 盐酸溶液(20%)体积 $V$/mL |
|---|---|---|
| 0.1 | 8.14±0.40 | 36.0 |
| 0.05 | 4.07±0.20 | 18.0 |
| 0.02 | 1.63±0.08 | 7.2 |

氯化锌标准滴定溶液的浓度[$c(ZnCl_2)$]，按式(25)计算：

$$c(ZnCl_2)=\frac{m\times 1000}{V\times M} \quad \cdots\cdots(25)$$

式中：

$m$ ——氧化锌质量，单位为克(g)；

$V$ ——氧化锌溶液体积，单位为毫升(mL)；

$M$ ——氧化锌的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol) [$M(ZnO)=81.408$]。

2、氢氧化铝质量分数

氢氧化铝物质的量

$$n\left(Al(OH)_3\right)=c(EDTA)\left[V_0(EDTA)-\frac{c(Zn)V(Zn)}{c(EDTA)}\right]$$

氢氧化铝质量分数

$$\omega\left(Al(OH)_3\right)=\frac{n\left(Al(OH)_3\right)\times M\left(Al(OH)_3\right)\times 50}{m(样品)}$$

3、氧化镁质量分数

$$\omega(MgO)=\frac{c(EDTA)V(EDTA)M(MgO)\times 10}{m(样品)}$$

$V_0(EDTA)$ ——为移取的25.00mlEDTA

$V(EDTA)$ ——为滴定镁所用EDTA的体积

七、原始数据记录及处理

表一 200mL 容量瓶的绝对校正

水温______℃　　该温度下 r 值_____________g/mL

| | 装 $Zn^{2+}$标准溶液的容量瓶 | 装 EDTA 标准溶液的容量瓶 |
|---|---|---|
| 容量瓶空瓶质量（g） | | |
| 水+容量瓶质量（g） | | |
| 水的质量 m（g） | | |
| 容量瓶的实际体积（mL） | | |

**容量瓶的实际体积=m/r**

表二 标准溶液的浓度

| 项目 | m(g) | 容量瓶实际体积 V(mL) | 标准溶液浓度（mol/L） |
|---|---|---|---|
| $Zn^{2+}$标准溶液 | | | |
| EDTA 标准溶液 | | | |

表三 25mL 移液管绝对校正

| | 25mL 移液管 |
|---|---|
| 空瓶质量（g） | |
| 水+容量瓶质量（g） | |
| 水的质量 m（g） | |
| 移液管的实际体积（mL） | |

**容量瓶的实际体积=m/r**

| **0.01mol·L$^{-1}$EDTA标准滴定溶液的标定** | | | | |
|---|---|---|---|---|
| **溶液温度：________℃** | 温度补正值：________mL·L$^{-1}$ | | | |
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| m倾样前/g | | | | |
| m倾样后/g | | | | |
| m(氧化锌)/g | | | | |
| 滴定管初读数/mL | | | | |
| 滴定管终读数/mL | | | | |
| 滴定消耗EDTA体积/mL | | | | |
| 体积校正值/mL | | | | |
| 溶液温度校正值/mL | | | | |
| 实际消耗EDTA体积/mL | | | | |
| 空白/mL | | | | |
| c/mol/L | | | | |
| $\bar{c}$/mol/L | | | | |
| 相对极差/% | | | | |

**表四 样品测定**

| 项目 ＼ 次数 | 测铝（Zn2+标准溶液） | | 测镁（EDTA 标准溶液） | |
|---|---|---|---|---|
| | I | II | I | II |
| 样品质量(g) | | | | |
| 滴定管初读数（mL） | | | | |
| 滴定管终读数（mL） | | | | |
| 滴定消耗标准溶液体积（mL） | | | | |
| 体积校正值（mL） | | | | |
| 溶液温度（℃） | | | | |
| 温度补正值（mL/L） | | | | |
| 溶液温度校正值（mL） | | | | |
| 校正后的标准溶液体积（mL） | | | | |
| 药品中氢氧化铝（氧化镁）质量分数% | | | | |
| 药品中氢氧化铝(氧化镁)平均质量分数% | | | | |
| 相对极差（%） | | | | |

授课日期　第五周　　　　　　　　　　　　　　　　教案编号　　3

| | | | |
|---|---|---|---|
| 课程名称 | 化学分析综合实训 | 专业班级 | 应用化工技术241、242、（3+）241、（订单班）241 |
| 教材名称 | 《化学分析综合实训-讲义》、相关国家/行业标准 | | |
| 授课题目 | 项目三 水总硬度的测定 | | |
| 授课学时 | 2节（　）；3节（　）；其他（ ✓） | | |
| 课型 | 理论（✓）；实验（✓）；见习（　）；实训（　）；其它（　） | | |
| 教学目的 | 1、了解水硬度的表示方法。<br>2、掌握配位滴定法测定水硬度的原理和方法。<br>3、掌握铬黑T指示剂的使用条件 | | |
| 教学重点 | 培养学生根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力。 | | |
| 教学难点 | 1.标准测定的有关步骤<br>2.培养学生能根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力 | | |
| 教学方法 | 讲授（✓）；讨论（✓）；指导（✓）；示教（　）；其它（任务、引导式教学） | | |
| 电子教案 | 有（✓） | Microsoft powerpoint(✓); Author ware (　); 其它（　） | |
| | 无（　） | | |
| 教学资源 | 多媒体（✓）；模型（）；标本（）；实物（）；音像（✓）；其它（　） | | |
| 教学过程时间安排 | 1.引入，布置与分析检测任务，讲解检测原理　　15min<br>2.解读《GB 7477-1987》中测定步骤　　25min<br>3. 实验注意事项　　5min<br>4、学生按参考模板进行测定方案设计　　30min<br>5、评价方案并确定方案　　15min | | |
| 思考题 | 问题一：若水硬度较低，移取水量体积如何增加？<br>问题二：水硬度如何计算表示？<br>问题三：除了可以测生活用水的水硬度还可以测哪些水硬度？<br>问题四：空白试验应如何做？ | | |
| 作业 | 做好方案实施准备工作，做好实验数据记录表格 | | |
| 教学后记 | 在授课的过程中及时解决学生的问题，提醒学生注意玻璃仪器的清洗润洗和滴定时速度的掌握；充分引导学生对标准的理解，以便更好实施方案。 | | |

# 项目三 水总硬度的测定

一、实验目的

1、了解水硬度的表示方法。

2、掌握配位滴定法测定水硬度的原理和方法。

3、掌握铬黑 T 指示剂的使用条件。

二、相关知识

水硬度：主要是指水中含有可溶性钙盐和镁盐的多少。

一般地下水硬度较高。在天然水中，钙盐和镁盐以碳酸盐、重碳酸盐、硫酸盐、氯化物和硝酸盐的形式存在。

**水硬度分类：**

$$\text{水硬度}\begin{cases}\text{暂时硬度(碳酸盐硬度)}\begin{cases}Ca(HCO_3)_2\\ Mg(HCO_3)_2\end{cases}\\ \text{永久硬度(非碳酸盐硬度)}\begin{cases}CaSO_4,CaCl_2,Ca(NO_3)_2\\ MgSO_4,MgCl_2,Mg(NO_3)_2\end{cases}\end{cases}$$

碳酸盐硬度在煮沸时分解：

$$Ca(HCO_3)_2 \longrightarrow CaCO_3\downarrow + CO_2\uparrow + H_2O$$

$$Mg(HCO_3)_2 \longrightarrow MgCO_3\downarrow + CO_2\uparrow + H_2O$$

在工业上，会使锅炉及换热器生结垢，影响热效率。

在生活中，引用过高硬度的水会影响肠胃消化功能，使用硬度大的水洗衣服等，会浪费大量的肥皂。

【课程思政】现如今淡水资源短缺，而适合人们生活饮用的淡水资源更加珍贵，通过对水硬度的测定，让学生们意识到身边水资源的情况，更加懂得保护珍贵的水资源的重要性。增强学生对我国资源的重视，和拥有淡水资源的幸福感。

三、实验原理

用 EDTA 标准溶液测定 $Ca^{2+}$、$Mg^{2+}$总量时，以铬黑 T（EBT）指示剂，在 pH=10 的氨性缓冲溶液中， $Ca^{2+}$、$Mg^{2+}$与 EBT 生成紫红色的配合物，当滴定至计量点时，EDTA 从 $Ca^{2+}$、$Mg^{2+}$与 EBT 生成的配合物中将 EBT 置换出来，游离出来的 EBT 显示出本身的纯蓝色。

滴定反应如下：

滴定前：$Ca^{2+} + EBT \longrightarrow Ca-EBT$（紫红色）

滴定中：$Ca^{2+} + EDTA \longrightarrow Ca-EDTA$（无色）

滴定计量点时：$EDTA + Ca-EBT \longrightarrow Ca-EDTA + EBT$（纯蓝色）

滴定时用**三乙醇胺**掩蔽 $Fe^{3+}$、$Al^{3+}$、$Ti^{4+}$；以 **$Na_2S$** 掩蔽 $Cu^{2+}$、$Pb^{2+}$、$Zn^{2+}$、$Cd^{2+}$、$Mn^{2+}$等干扰离子，消除对铬黑 T 指示剂的封闭作用。

## 四、操作内容

### 4.1、0.01mol·$L^{-1}$EDTA 标准滴定液的配制与标定

乙二胺四乙酸难溶于水，实际工作中常用它的二钠盐（简称 EDTA）配制标准溶液。EDTA 的溶解度为 120g·$L^{-1}$。EDTA 标准溶液一般不用直接法配制，而是采用间接法配制成大致浓度的溶液，然后再标定，原因是提纯方法较复杂。

**0.01mol·L-1EDTA 标准溶液的配制：**称取 4g 乙二胺四乙酸二钠，加 1000ml 水，加热溶解，冷却，摇匀。至于聚乙烯塑料瓶或硬质玻璃瓶中，贴标签。壁面与橡皮塞、橡皮管接触。

**0.01mol·$L^{-1}$EDTA 标准溶液的标定：**准确称取约 0.2g 于 800℃灼烧至恒重的基准氧化锌，至于小烧杯中，用少量水润湿，加 2ml 盐酸溶液（1:1）溶解，移入 250ml 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。取 25ml，加水 70ml，用 10%氨水溶液调节溶液 pH 至 7~8，再加 10ml 氨-氯化铵缓冲溶液（pH=10），及 5 滴铬黑 T 指示剂（5g/L），用配置好的 EDTA 标液滴定溶液由紫红色变为纯蓝色。

### 4.2 水总硬度的测定

吸取 50.00ml 水样（若硬度过大，可少取水样稀释至 50ml。若硬度过小，该取 100ml），加 1~2 滴 1:1 盐酸酸化，煮沸数分钟以除去 $CO_2$，冷却后，加 3ml200g·$L^{-1}$三乙醇胺溶液，5ml 氨-氯化铵缓冲溶液，1ml20g·$L^{-1}$$Na_2S$ 溶液，再加入 3 滴铬黑 T 指示剂（或一小勺固体指示剂），立即用 0.01mol/L EDTA 标准溶液滴定至溶液由红色变为纯蓝色，15s 不褪色即表示到达终点。做三个平行样。

## 五、水硬度的表示方法

水硬度的表示方法很多，世界各国表示水硬度的方法不尽相同，主要表示方法如下：

(1) 德国硬度：1 德国硬度相当于 1 L 水中含有 10 mg CaO。

(2) 英国硬度：1 英国硬度相当于 1 L 水中含有 14.3 mg $CaCO_3$。

(3) 法国硬度：1 法国硬度相当于 1 L 水中含有 10 mg $CaCO_3$。

(4) 美国硬度：1 美国硬度相当于 1 L 水中含有 1 mg $CaCO_3$；日本硬度与美国硬度相同。

我国通常以 10 mg·$L^{-1}$ CaO 或 1 mg·$L^{-1}$ $CaCO_3$ 表示水的硬度。例如，我国生活饮用水卫生标准中规定总硬度（以 $CaCO_3$ 计）不得超过 450 mg·$L^{-1}$。

## 六、数据记录

6.1、EDTA 数据记录表

| 0.01mol·L$^{-1}$EDTA标准滴定溶液的标定 | | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 溶液温度：________℃ | 温度补正值：________mL·L$^{-1}$ | | | |
| | 1 | 2 | 3 | 4 |
| m倾样前/g | | | | |
| m倾样后/g | | | | |
| m(氧化锌)/g | | | | |
| 滴定管初读数/mL | | | | |
| 滴定管终读数/mL | | | | |
| 滴定消耗EDTA体积/mL | | | | |
| 体积校正值/mL | | | | |
| 溶液温度校正值/mL | | | | |
| 实际消耗EDTA体积/mL | | | | |
| 空白/mL | | | | |
| c/mol/L | | | | |
| $\bar{c}$/mol/L | | | | |
| 相对极差/% | | | | |

6..2、水硬度测定记录表

| 水总硬度的测定原始数据记录表 | | | |
| --- | --- | --- | --- |
| 溶液温度：_______ ℃ | 温度补正值：_______ mL·L$^{-1}$ | | |
| | 1 | 2 | 3 |
| 吸取水样体积V(水）/ml | | | |
| 滴定管初读数/ml | | | |
| 滴定管终读数/ml | | | |
| 滴定消耗0.01mol·L$^{-1}$EDTA体积V/ml | | | |
| 体积校正值/mL | | | |
| 溶液温度校正值/mL | | | |
| 实际消耗EDTA体积/mL | | | |
| 水中钙镁离子浓度c/mol·L$^{-1}$ | | | |
| 水中钙镁离子平均浓度 $\bar{c}$ /mol·L$^{-1}$ | | | |
| 水总硬度/°d | | | |

七、数据计算

EDTA 浓度:

$$c(EDTA)=\frac{m(ZnO)}{M(ZnO)(V-V_0)}$$

水中钙镁浓度:

$$c(Ca^{2+},Mg^{2+})=\frac{c(EDTA)V(EDTA)}{V(水样)}$$

水硬度（德国标准）$=\frac{c(EDTA)V(EDTA)\times 5608}{V(水样)}$ （°d）

授课日期　第七周　　　　　　　　　　　　　　教案编号　　4

<table>
<tr><td>课程名称</td><td>化学分析综合实训</td><td>专业班级</td><td>应用化工技术241、242、（3+）241、（订单班）241</td></tr>
<tr><td>教材名称</td><td colspan="3">《化学分析综合实训-讲义》、相关国家/行业标准</td></tr>
<tr><td>授课题目</td><td colspan="3">项目四 冷烫液定型剂中双氧水含量的测定</td></tr>
<tr><td>授课学时</td><td colspan="3">2节（　）；3节（　　）；其他（　✓）</td></tr>
<tr><td>课型</td><td colspan="3">理论（✓）；实验（✓）；见习（　）；实训（　）；其它（　）</td></tr>
<tr><td>教学目的</td><td colspan="3">1. 使学生逐步认识化工产品品质检验企业工作要求；<br>2. 工业产品品质检验工作过程和工作任务。</td></tr>
<tr><td>教学重点</td><td colspan="3">培养学生根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力。</td></tr>
<tr><td>教学难点</td><td colspan="3">1.标准测定的有关步骤<br>2.培养学生能根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力</td></tr>
<tr><td>教学方法</td><td colspan="3">讲授（ ✓ ）；讨论（ ✓ ）；指导（ ✓ ）；示教（　）；其它（任务、引导式教学）</td></tr>
<tr><td rowspan="2">电子教案</td><td>有（ ✓ ）</td><td colspan="2">Microsoft powerpoint( ✓ ); Author ware (　); 其它（　）</td></tr>
<tr><td colspan="3">无（　）</td></tr>
<tr><td>教学资源</td><td colspan="3">多媒体（ ✓ ）；模型（ ）；标本（ ）；实物（ ）；音像（ ✓）；其它（　）</td></tr>
<tr><td>教学过程时间安排</td><td colspan="3">1.引入，布置与分析检测任务，讲解检测原理　　15min<br>2.解读《QBT2285-1997 头发用冷烫液》中测定步骤　　25min<br>3. 实验注意事项　　5min<br>4、学生按参考模板进行测定方案设计　　30min<br>5、评价方案并确定方案　　15min</td></tr>
<tr><td>思考题</td><td colspan="3">问题一：10.00mL 的移液管（或吸量管）与 100.0mL 容量瓶是否需要先做相对校正？ 为什么？如何做？<br>问题二：此滴定为什么要在碘量瓶中进行？<br>问题三：加入定型剂，加 KI 与稀 H2SO4 后，为何要盖好瓶盖，暗处放置 5min？ 加稀 $H_2SO_4$ 时应如何操作？<br>问题四：淀粉指示剂应在何时加入？为什么？如何判断临近终点？<br>问题五：空白试验应如何做？</td></tr>
<tr><td>作业</td><td colspan="3">做好方案实施准备工作，做好实验数据记录表格</td></tr>
<tr><td>教学后记</td><td colspan="3">在授课的过程中及时解决学生的问题，提醒学生注意玻璃仪器的清洗润洗和滴定时速度的掌握；充分引导学生对标准的理解，以便更好实施方案。</td></tr>
</table>

## 项目四 冷烫液定型剂中双氧水含量的测定

一、检测目的：检测市售冷烫液定型剂中双氧水含量。

二、方法提要：

$$K_2Cr_2O_7+6KI+7H_2SO_4=4K_2SO_4+3I_2+Cr_2(SO_4)_3+7H_2O$$

$$I_2+2Na_2S_2O_3=2NaI+Na_2S_4O_6$$

关系：$K_2Cr_2O_7 \sim 6Na_2S_2O_3$

$$H_2O_2+2I^-+2H^+=I_2+2H_2O$$

根据《头发用冷烫液 QBT2285-1997》双氧水含量需要在 0.0150g/ml~0.0400g/ml 之间为合格。

三、实验步骤

3.1、0.1mol/L$Na_2S_2O_3$标准滴定溶液的配制与标定

1.配制：称取 26g 硫代硫酸钠（$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$，M=248g/mol）（或 16g 无水硫代硫酸钠，M=158g/mol），加 0.2g 无水碳酸钠,溶于 1L 水中,缓缓煮沸 10min,冷却,放置两周后用 4 号玻璃滤锅过滤。

2.标定：称取 0.18g 于 120℃±2℃干燥至恒量的工作基准试剂重铬酸钾，置于碘量瓶中，溶于 25mL 水，加 2g 碘化钾及 20mL20%硫酸溶液，摇匀，于暗处放置 10min。加 150mL 水，用配制好的硫代硫酸钠溶液滴定，近终点时加 2mL10g/L 淀粉指示液，继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验。

3.2、双氧水含量的测定

5.7.2 测定

用移液管吸取定型剂 10mL，于容量瓶中稀释至 100mL，取上述溶液 10mL 放入锥型瓶中，加去离子水 80mL，2mol/L 硫酸 20mL 酸化，再加入 5%碘化钾溶液 20mL，加钼酸铵溶液 3 滴，用 0.1mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定，近终点时加入 1%淀粉指示剂 2mL，滴至无色为终点。

四、仪器与试剂

| 需求试剂 | |
| --- | --- |
| 试剂 | 用量 |
| 0.1mol/LNa2S2O3标准溶液 | 6L(两个组) |
| 基准重铬酸钾（放入减量瓶中） | 15g（两个组） |
| KI | 160g（两个组） |
| 20%H2SO4 | 2L（两个组） |
| 蒸馏水 | 5L |
| 1%淀粉指示液 | 200ml |
| 淀粉指示剂（10g/L) | 200ml |
| 2mol/硫酸溶液 | 1.5L |
| 5%KI溶液 | 1.5L |
| 3%钼酸铵溶液 | 1瓶（滴瓶） |
| 市售冷烫剂中的定型剂 | 200ml |

10g/L 淀粉指示液：称取 1g 可溶性淀粉，加入约 5ml 水，搅拌后缓缓倾入 100ml 沸水中，随加随搅拌，煮沸 2min，冷却后转移至试剂瓶中，备用。如用量加大，随比例放大即可。

| 需求仪器 | | |
| --- | --- | --- |
| 仪器 | 规格 | 用量 |
| 分析天平 | 精确到小数点后四位 | / |
| 50ml两性滴定管 | 50ml | 8只 |
| 50ml棕色滴定管 | 50ml | 8只 |
| 锥形瓶 | 250ml | 40只 |
| 碘量瓶 | 500ml | 40只 |
| | | |
| 称量纸 | / | / |
| 量筒 | 5ml、25ml、100ml | 各8个 |
| 100ml烧杯 | 100ml | 12个 |
| 玻璃棒 | / | 12只 |
| 容量瓶 | 100ml | 8只 |
| 移液管 | 10ml | 8只 |
| 标签纸 | / | / |
| 洗瓶 | / | 8只 |

五、计算公式

5.1、0.1mol/L $Na_2S_2O_3$ 标准溶液的标定

$$c\left(Na_2S_2O_3\right)=\frac{6m\left(K_2Cr_2O_7\right)}{M\left(K_2Cr_2O_7\right)\times\left(V-V_0\right)}$$

5.2、双氧水含量的测定

双氧水的含量 $X_3$(g/mL)按式(4)计算。

$$X_3 = V \times c \times 0.01710 \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：$V$——硫代硫酸钠标准溶液的用量，mL；

$c$——硫代硫酸钠标准溶液的实际浓度，mol/L；$c(Na_2S_2O_3)=0.1$mol/L，即每升含有硫代硫酸钠 0.1×158.1g，基本单元是硫代硫酸钠分子；

0.01710——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准溶液〔$c(Na_2S_2O_3)=1.000$mol/L〕相当的双氧水的质量，g。

所得结果应表示至四位小数。

六、数据记录及处理

| 硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3$)溶液的标定 | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 项目 \ 测定次数 | 1 | 2 | 3 | 4 |
| m倾样前/g | | | | |
| m倾样后/g | | | | |
| m(重铬酸钾)/g | | | | |
| 滴定管初读数/mL | | | | |
| 滴定管终读数/mL | | | | |
| 滴定消耗$Na_2S_2O_3$溶液体积/mL | | | | |
| 体积校正值/mL | | | | |
| 溶液温度/°C | | | | |
| 温度补正值 | | | | |
| 溶液温度校正值/mL | | | | |
| 实际消耗$Na_2S_2O_3$溶液体积/mL | | | | |
| 空白/mL | | | | |
| c/mol/L | | | | |
| $\bar{c}$mol/L | | | | |
| 相对极差/% | | | | |

| 双氧水含量的测定 | | | |
|---|---|---|---|
| 项目<br>测定次数 | 1 | 2 | 3 |
| 移取样液/ml | | | |
| 定容体积/ml | | | |
| 移取溶液/ml | | | |
| 滴定管初读数/mL | | | |
| 滴定管终读数/mL | | | |
| 滴定消耗 $Na_2S_2O_3$ 溶液体积/mL | | | |
| 体积校正值/mL | | | |
| 溶液温度/℃ | | | |
| 温度补正值 | | | |
| 溶液温度校正值/mL | | | |
| 实际消耗 $Na_2S_2O_3$ 溶液体积/mL | | | |
| 双氧水含量 $X_3$/g/ml | | | |
| 双氧水平均含量 $X_3$/g/ml | | | |
| 相对极差/% | | | |

七、思考

问题 1 ： 标定时为什么是酸性条件下？

碱性条件下，$I_2$ 会发生**歧化反应**。$3I_2 + 6OH^- == 5I^- + IO_3^- + 3H_2O$

同时会生成 $\mathbf{SO_4^{2-}}$。

问题 2：为什么标定时需要用到碘量瓶？

碘量瓶有瓶盖，可防止碘**挥发**。

问题 3：为什么滴定近终点时加入淀粉指示剂？

淀粉指示剂若加入的太早，则大量的 $I_2$ 与淀粉结合生成蓝色物质，这一部分 $I_2$ 不容易与 $Na_2S_2O_3$ 反应，因而使滴定发生误差。而直接碘量法中是加 $I_2$，加进去就会和待测物质反应掉，不会受到指示剂的影响。

授课日期　第九周　　　　　　　　　　　　　　教案编号　　5

| | | | |
|---|---|---|---|
| 课程名称 | 化学分析综合实训 | 专业班级 | 应用化工技术241、242、（3+）241、（订单班）241 |
| 教材名称 | 《化学分析综合实训-讲义》、相关国家/行业标准 | | |
| 授课题目 | 项目五、市售维生素C药片含量的测定 | | |
| 授课学时 | 2节（　）；3节（　）；其他（　✓） | | |
| 课型 | 理论（✓）；实验（✓）；见习（　）；实训（　）；其它（　） | | |
| 教学目的 | 1. 使学生理解含量测定原理<br>2. 使学生理解标准测定的有关步骤<br>3.培养学生能根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力<br>4.使学生逐步认识化工产品品质检验企业工作要求；工业产品品质检验工作过程和工作任务。 | | |
| 教学重点 | 1. 理解含量测定原理<br>2. 理解标准测定的有关步骤<br>3.培养学生根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力 | | |
| 教学难点 | 1.使学生理解标准测定的有关步骤<br>2.培养学生能根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力 | | |
| 教学方法 | 讲授（✓）；讨论（✓）；指导（✓）；示教（　）；其它（任务、引导式教学） | | |
| 电子教案 | 有（✓） | Microsoft powerpoint(✓); Author ware (　); 其它（　） | |
| | 无（　） | | |
| 教学资源 | 多媒体（✓）；模型（）；标本（）；实物（）；音像（✓）；其它（　） | | |
| 教学过程时间安排 | 1.引入，布置与分析检测任务，讲解检测原理　　15min<br>2.解读《GB 14754-2010 食品安全国家标准 食品添加剂 维生素C（抗坏血酸）》中测定步骤　　25min<br>3. 实验注意事项　　5min<br>4、学生按参考模板进行测定方案设计　　30min<br>5、评价方案并确定方案　　15min | | |
| 思考题 | 请简述实验有关原理 | | |
| 作业 | 做好方案实施准备工作，做好实验数据记录表格 | | |
| 教学后记 | 在授课的过程中及时解决学生的问题，提醒学生注意玻璃仪器的清洗润洗和滴定时速度的掌握；充分引导学生对标准的理解，以便更好实施方案。 | | |

# 项目五 维生素 C 含量的测定（直接碘量法）

一、检测目的：市售维生素 C 药片中维生素 C 含量的测定

二、方法提要：

硫代硫酸钠标准液标定原理：

$$K_2Cr_2O_7 + 6KI + 7H_2SO_4 = 4K_2SO_4 + Cr_2(SO_4)_3 + 3I_2 + 7H_2O$$

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 === 2NaI + Na_2S_4O_6$$

碘标准液标定原理：

$$I_2 + 2Na_2S_2O_3 === 2NaI + Na_2S_4O_6$$

维生素 C 检测原理

$$C_6H_8O_6 + I_2 \rightarrow C_6H_6O_6 + 2HI$$

化学计量关系：$C_6H_6O_6 \sim I_2 \sim 2Na_2S_2O_3$

三、实验步骤

3.1、0.1mol/L　0.1mol/L Na2S2O3 标准溶液的配制与标定

(1)配置：称取 26g 硫代硫酸钠（Na2S2O3·5H2O，　M=248g/mol ）（或 16g 无水硫代硫酸钠，M=158g/mol），加 0.2g 无水碳酸钠,溶于 1L 水中,缓缓煮沸 10min,冷却,放置两周后用 4 号玻璃滤锅过滤。（提前备好）

（2）标定：称取 0.18g 于 120℃±2℃干燥至恒量的工作基准试剂重铬酸钾，置于碘量瓶中，溶于 25mL 水，加 2g 碘化钾及 20mL20%硫酸溶液，摇匀，于暗处放置 10min。加 150mL 水，用配制好的硫代硫酸钠溶液滴定，近终点时加 2mL10g/L 淀粉指示液，继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。同时做空白试验。

3.2、0.05mol/L　$I_2$ 标准溶液的配制与标定

配制：称取 13.5g$I_2$ 及 35gKI 溶于 100mL 水中，稀释至 1000mL，摇匀，贮存于棕色瓶中。

标定：量取 25mL 上述碘标准溶液，置于碘量瓶中，加 150mL 水，加 5mL 盐酸溶液 [c(HCl)= 0.1mol/L]，用已制备好的 0.1mol/L $Na_2S_2O_3$ 标准溶液滴定，近终点时加 2mL10g/L 淀粉指示液，继续滴定至试液蓝色消失，即为终点。同时做空白试验。

空白实验：取 250mL 水(15℃~20℃),加 5mL 盐酸溶液[c(HCl)= 0.1mol/L]，加 0.05mL~0.20mL 配制的碘溶液及 2mL 淀粉指示液(10g/L)，用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [c(Na2S2O3)=0.1mol/L]滴定至溶液蓝色消失。

3.3、维生素 C 药片检测

（1）样品处理:

准确称取 20 片维生素 C 药片，破碎（研细、混匀）后再从中准确称取粉未 0.2g，置于 250mL 碘量瓶中，加 45mL 新煮沸冷却后的水及 10mL2mol·L$^{-1}$HAc 溶液，轻摇使之溶解，混匀。

（2）测定:

用碘标准溶液立即滴定上述溶液，近终点时，加 5mL0.2%淀粉指示液，继续滴定至试液显蓝色，并在 30S 内不褪色，即为终点。结果以 mg/g 表示。平行测定 3 次，同时做空白实验，除不加试样外，其他步骤与样品测定相同。

四、仪器与试剂

| 需求试剂 | |
|---|---|
| 试剂 | 用量 |
| 0.1mol/LNa2S2O3标准溶液 | 3L+2L |
| 基准重铬酸钾（放入减量瓶中） | 15g |
| KI | 160g |
| 20%H2SO4 | 2L |
| 蒸馏水 | 5L |
| 0.2%淀粉指示液 | 300ml |
| 淀粉指示剂（10g/L） | 400ml |
| 0.05mol/L$I_2$标准溶液 | 2L |
| 2mol/L醋酸溶液 | 600ml |
| 市售维生素C药片 | 1瓶 |

| 需求仪器 | | |
|---|---|---|
| 仪器 | 规格 | 用量 |
| 分析天平 | 精确到小数点后四位 | / |
| 50ml两性滴定管 | 50ml | 8只 |
| 50ml棕色滴定管 | 50ml | 8只 |
| 锥形瓶 | 250ml | 40只 |
| 碘量瓶 | 250ml | 40只 |
| 电炉 | / | 8个 |
| 称量纸 | / | / |
| 量筒 | 5ml、25ml、250ml | 各8个 |
| 100ml烧杯 | 100ml | 12个 |
| 玻璃棒 | / | 12只 |
| 容量瓶 | 250ml | 12只 |
| 移液管 | 25ml | 8只 |
| 标签纸 | / | / |
| 洗瓶 | / | 12只 |

五、计算公式

5.1、0.1mol/L 硫代硫酸钠标准溶液标定

$$c\left(Na_2S_2O_3\right)=\frac{6m\left(K_2Cr_2O_7\right)}{M\left(K_2Cr_2O_7\right)\times\left(V-V_0\right)}$$

5.1、0.05mol/L $I_2$ 标准溶液标定

$$c(1/2\ I_2)=\frac{(V_1-V_2)\times c_1}{V_3-V_4}$$

式中：

$V_1$——硫代硫酸钠标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；

$V_2$——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积，单位为毫升(mL)；

$c_1$——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

$V_3$——碘溶液体积，单位为毫升(mL)；

$V_4$——空白试验中加入碘溶液体积，单位为毫升(mL)。

5.2、维生素 C 含量的测定

$$w_1=\frac{(V-V_0)\times c\times M}{m\times 1000}\times 100\% \quad \text{……………………………(A.1)}$$

式中：

$V$——实验室样品消耗碘标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

$V_0$——空白试验消耗碘标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$——碘标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M$——维生素C摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（M=176.12）；

$m$——实验室样品质量的数值，单位为克（g）；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.3%。

## 六、数据记录及处理

6.1 0.1mol/L 硫代硫酸钠标准溶液标定数据记录表

| 硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3$)溶液的标定 | | | | |
|---|---|---|---|---|
| 项目 \ 测定次数 | 1 | 2 | 3 | 4 |
| m倾样前/g | | | | |
| m倾样后/g | | | | |
| m(重铬酸钾)/g | | | | |
| 滴定管初读数/mL | | | | |
| 滴定管终读数/mL | | | | |
| 滴定消耗$Na_2S_2O_3$溶液体积/mL | | | | |
| 体积校正值/mL | | | | |
| 溶液温度/℃ | | | | |
| 温度补正值 | | | | |
| 溶液温度校正值/mL | | | | |
| 实际消耗$Na_2S_2O_3$溶液体积/mL | | | | |
| 空白/mL | | | | |
| c/mol/L | | | | |
| $\bar{c}$mol/L | | | | |
| 相对极差/% | | | | |

6.2、0.05mol/L $I_2$ 标准溶液标定数据记录表

| 项目＼次数 | 1 | 2 | 3 | 4 |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 滴定管初读数/mL | | | | |
| 滴定管终读数/mL | | | | |
| 滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液体积/mL | | | | |
| 体积校正值/mL | | | | |
| 溶液温度/℃ | | | | |
| 温度补正值/mL/L | | | | |
| 溶液温度校正值/mL | | | | |
| 实际消耗硫代硫酸钠标准溶液体积/mL | | | | |
| 空白消耗硫代硫酸钠标准溶液体积/mL | | | | |
| 硫代硫酸钠标准溶液浓度 /mol/L | | | | |
| 碘标准溶液浓度 /mol/L | | | | |
| 碘标准溶液平均浓度 /mol/L | | | | |
| 精密度：相对极差/% | | | | |

6.3、药品维生素 C 含量测定数据记录表

| 项目＼次数 | I | II |
| --- | --- | --- |
| 样品质量 m（g） | | |
| 滴定管初读数（mL） | | |
| 滴定管终读数（mL） | | |
| 滴定消耗碘标准溶液体积（mL） | | |
| 体积校正值（mL） | | |
| 溶液温度（℃） | | |
| 温度补正值（mL/L） | | |
| 溶液温度校正值（mL） | | |
| 实际消耗的碘标准溶液体积（mL） | | |
| 碘标准溶液平均浓度 （mo1/L） | | |
| 维 C 含量（mg/g） | | |
| 维 C 平均含量（mg/g） | | |
| 相对极差（%） | | |

## 七、实验注意事项

1、维生素 C 会缓慢的氧化成脱氢抗坏血酸，所以制备液必须在每次实验时新鲜配置。

2、实验中所用指示剂为淀粉溶液。$I_2$ 与淀粉形成蓝色的物质，灵敏度很高。温度升高，灵敏度反而下降。淀粉指示剂要在接近终点时加入。

3、维生素 C 在稀酸（pH=4.5~6）溶液中较稳定，但样品溶于稀 HAc 后仍需立即滴定。

4、维生素 C 在有水和潮湿的情况下易分解成糖醛。

5、蒸馏水中溶有氧气，能将维生素 C 氧化，使结果偏低，故溶解样品时用新煮沸且放冷的蒸馏水。

6、$10g\cdot L^{-1}$ 淀粉指示液的配制方法：称取 1g 可溶性淀粉，加入约 5ml 水，搅拌后缓缓倾入 100ml 沸水中，随加随搅拌，煮沸 2min，冷却后转移至试剂瓶中，备用。此指示液应临用时配制。

授课日期　第十一周　　　　　　　　　　　　教案编号　　6

<table>
<tr><td>课程名称</td><td>化学分析综合实训</td><td>专业班级</td><td colspan="2">应用化工技术241、242、（3+）241、（订单班）241</td></tr>
<tr><td>教材名称</td><td colspan="4">《化学分析综合实训-讲义》、相关国家/行业标准</td></tr>
<tr><td>授课题目</td><td colspan="4">项目六　磺基水盐酸法测定样品中铁的含量</td></tr>
<tr><td>授课学时</td><td colspan="4">2节（　）；3节（　）；其他（　✓）</td></tr>
<tr><td>课型</td><td colspan="4">理论（✓）；实验（✓）；见习（　）；实训（　）；其它（　）</td></tr>
<tr><td>教学目的</td><td colspan="4">1、掌握锌试剂分光光度计测水样中铁含量的操作步骤。<br>2、了解国标《GB/T 6150—2009 钨精矿化学分析方法 铁量的测定 磺基水盐酸分光光度法》。</td></tr>
<tr><td>教学重点</td><td colspan="4">培养学生根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力。</td></tr>
<tr><td>教学难点</td><td colspan="4">1.标准测定的有关步骤<br>2.培养学生能根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力</td></tr>
<tr><td>教学方法</td><td colspan="4">讲授（✓）；讨论（✓）；指导（✓）；示教（　）；其它（任务、引导式教学）</td></tr>
<tr><td rowspan="2">电子教案</td><td>有（✓）</td><td colspan="3">Microsoft powerpoint(✓); Author ware (　); 其它（　）</td></tr>
<tr><td colspan="4">无（　）</td></tr>
<tr><td>教学资源</td><td colspan="4">多媒体（✓）；模型（）；标本（）；实物（）；音像（✓）；其它（　）</td></tr>
<tr><td>教学过程时间安排</td><td colspan="4">1.引入，布置与分析检测任务，讲解检测原理　15min<br>2.解读《GB/T 6150—2009》中测定步骤　25min<br>3.　实验注意事项　5min<br>4、学生按参考模板进行测定方案设计　30min<br>5、评价方案并确定方案　15min</td></tr>
<tr><td>思考题</td><td colspan="4">问题一：该方法测的是样品中的几价铁离子的含量？<br>问题二：如何提高标准曲线的线性回归值？<br>问题三：实验当中你觉得存在哪些可以改进的地方？<br>问题四：本实验所用的参比液属于什么参比，可以使用试剂参比么？</td></tr>
<tr><td>作业</td><td colspan="4">做好方案实施准备工作，做好实验数据记录表格</td></tr>
<tr><td>教学后记</td><td colspan="4">分光光度法中工作曲线的线性回归性决定了实验的成败，从以往学生实验来看，在操作移液管的过程中存在操作不规范的情况，严重影响了线性回归值，因此课堂上强调移液管和容量瓶的使用很有必要，工作曲线线性回归更优。学生在使用移液管的时候存在问题：1、直接从容量瓶中移取；2、润洗不规范，或者不润洗；3、放液的时候移液管不垂直，管尖没有紧贴内壁，没有停留 30s。</td></tr>
</table>

## 项目六 磺基水盐酸法测定样品中铁的含量

### 一、实验目的

1、掌握磺基水盐酸法测定样品中铁的含量的操作步骤。

2、了解国标《GB/T 6150—2009 钨精矿化学分析方法 铁量的测定 磺基水盐酸分光光度法》。

3、掌握分光光度计的使用方法。

### 二、相关知识

磺基水杨酸：磺基水杨酸是分光光度法测定铁的有机显色剂之一。磺基水杨酸（简式为 $H_3R$）。

测试原理：磺基水杨酸可以与 Fe3+形成稳定的配合物，因溶液 pH 的不同形成配合物的组成也不同。在 pH=9~11.5 的氨-氯化铵缓冲溶液中，$Fe^{3+}$与磺基水杨酸反应生成三磺基水盐酸配合物。$Cu^{2+}$、$Co^{2+}$、$Ni^{2+}$、$Cr^{3+}$等离子大量存在是干扰测定。由于 $Fe^{2+}$在碱性溶液中容易被氧化，所以本法测定的铁实际上是溶液中铁的总含量。

采用标准：《GB/T 6150—2009 钨精矿化学分析方法 铁量的测定 磺基水盐酸分光光度法》

### 三、仪器与试剂

仪器：

分光光度计，10mm 比色皿、100ml 容量瓶、10ml 吸量管、5ml 移液管

试剂：1、盐酸 37%；

2、三氧化二铁（ω>99.98%）；

3、磺基水杨酸（100g/L）

4、1:1 氨水

5、盐酸羟胺溶液（50g/L）

### 四、标准曲线的绘制

4.1 配制铁标准贮备液

称取 0.3574g 三氧化二铁，至于 250ml 烧杯中，加入 20ml 盐酸，盖上表面皿，低温溶解完全，冷却，将溶液转移入 250ml 容量瓶中，以水定容，混匀。此溶液 1ml 含 1mg 铁。

4.2 铁标准溶液的配制

移取 5.00ml 铁标准贮备液，置于 100ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1ml 含 50ug 铁。

4.3 工作曲线的绘制

移取 0.00ml、0.50ml、1.00ml、1.50ml、2.00ml、3.00ml、4.00ml、5.00ml、6.00ml 铁

标准溶液，置于一组 50ml 具塞比色管中，用水补至约 20ml。加 5ml 100g/L 磺基水杨酸，2ml 盐酸羟胺，滴加 1:1 氨水至溶液由紫色变为黄色，再过量 2ml，用水稀释至刻度。

将部分溶液移入与测定试料相同的比色皿中，以试剂空白为参比，于分光光度计波长 420nm 处测量其吸光度。以铁量为横坐标，习惯固定为纵坐标绘制工作曲线。

**五、未知样的测定**

移取 5ml 待测溶液至 50ml 具塞比色管中，按照工 作曲线绘制时的相同溶液显色和测定方法，在最大吸收波长处进行吸光度测定。平行测定 3 次。

**六、数据记录**

| 样品编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 移取体积/ml | 0.00 | 0.50 | 1.00 | 1.50 | 2.00 | 3.00 | 4.00 | 5.00 | 6.00 |
| 浓度 mg/L | | | | | | | | | |
| 吸光度 A | | | | | | | | | |
| 待测样吸光度 A | | | | | | | | | |
| 线性回归值 r | | | | | | | | | |
| 线性方程 | | | | | | | | | |

**七、结果计算**

在 excel 中将上述结果输入到电脑中，利用 x-y 散点图做出标准曲线，然后得出线性回归值和线性回归方程。利用线性回归方程计算出测量的铁样浓度。

按下式计算出试样中铁含量，以质量浓度ρ(Fe)计，数值以 mg/L 表示。取 3 次测定结果的算术平均值作为最终结果，结果保留 4 位有效数字。

$$\rho\left(Fe\right)=\rho_x\times n$$

式中：

$\rho(Fe)$—— 试样中铁的浓度，mg/L；

$\rho_x$—— 从工作曲线查得的待测溶液中铁浓度，mg/L；

$n$—— 试样溶液的稀释倍数

**八、撰写报告**

请完成一份报告，应包括：实验过程中必须做好的健康、安全、环保措施；实验中的物料计算和过程记录、数据处理、结果评价。报告必须附标准曲线图及相关系数。

**九、思考题**

问题一：该方法测的是样品中的几价铁离子的含量？

问题二：如何提高标准曲线的线性回归值？

问题三：实验当中你觉得存在哪些可以改进的地方？

问题四：本实验所用的参比液属于什么参比，可以使用试剂参比么？

授课日期　第13周　　　　　　　　　　　　　　　　教案编号　7

| | | | |
|---|---|---|---|
| 课程名称 | 化学分析综合实训 | 专业班级 | 应用化工技术241、242、（3+）241、（订单班）241 |
| 教材名称 | 分析化学 | | |
| 授课题目 | 数据处理中的体积校正与温度校正 | | |
| 授课学时 | 2节（ ✓ ）；3节（ 　）；其他（ 　） | | |
| 课型 | 理论（✓）；实验（✓）；见习（ ）；实训（ ）；其它（ ） | | |
| 教学目的 | 1.巩固有效数字及其运算法则。<br>2.掌握滴定管、移液管、吸量管、容量瓶的数据记录。<br>3.能过运用数字的修约规则。<br>4.掌握数据处理过程。 | | |
| 教学重点 | 1. 有效数字及其运算<br>2. 数据处理过程 | | |
| 教学难点 | 1.有效数字的运算、数据记录<br>2.处理实验数据 | | |
| 教学方法 | 讲授（ ✓ ）；讨论（ ✓ ）；指导（ ✓ ）；示教（ ）；其它（任务、引导式教学） | | |
| 电子教案 | 有（ ✓ ） | Microsoft powerpoint( ✓ ); Author ware ( ); 其它（ ） | |
| | 无（ ） | | |
| 教学资源 | 多媒体（ ✓ ）；模型（ ）；标本（ ）；实物（ ）；音像（ ✓）；其它（ ） | | |
| 教学过程时间安排 | 1.复习有效数字及其运算法则　10min<br>2.讲解滴定管、移液管、吸量管、容量瓶的数据记录　25min<br>3.数字修约规则　10min<br>4..练习实验数据的处理　30min<br>5、讲解实验数据处理　15min | | |
| 思考题 | 在数据处理中有哪些要注意的事项 | | |
| 作业 | 练习数据处理 | | |
| 教学后记 | 在授课的过程中及时解决学生的问题，提醒学生做好数据处理。 | | |

# 分析实验中数据处理

## 一、教学目的

1.巩固有效数字及其运算法则。
2.掌握滴定管、移液管、吸量管、容量瓶的数据记录。
3.能过运用数字的修约规则。

4.掌握数据处理过程。

## 二、教学内容

### 2.1 有效数字及其运算法则

1、有效数字

2、数字的修约规则

3、有效数字的运算规则

有效数字定义：是指在分析工作中实际上能测量到的数字。

原则：在记录测量数据时，只允许保留一位可疑数。有效数字的位数反映了测量的相对误差，不能随意舍去或保留最后一位数字。

有效数字的位数判断：

1.在数据中，1至9均为有效数字

2.首位数字8或9时，可看成两位有效数字

3.算式中的倍数、分数及某些常数(如：　，e等)，可看成无限位有效数字

4.变换单位时，有效数字的位数必须保持不变

5.pH及pKa等对数值，其有效数字仅取决于小数部分数字的位数

0的位置与有效数字

小数：数字前面的0只起定位作用，数字后面或数字之间的0是有效数字。

如：0.03080共四位有效数字

整数：数字后面的0不一定是有效数字。

如：36000有效数字的位数不确定

例题：

| | |
|---|---|
| 1.0008 | 五位有效数字 |
| 0.1000 | 四位有效数字 |
| pH=3.32 | 二位有效数字 |
| 0.09 | 一位有效数字 |

3600　　　　　　　不确定

总结：数字之间的“0”和末尾的“0”都是有效数字，而数字前面所有的“0”只起定位作用。以“0”结尾的正整数，有效数字的位数不确定。3600 的有效位数可能是 2 位，3 位，也可能是 4 位。遇到这种情况，应根据实际有效数字位数书写成：

3.6×103　　　　　2 位有效数字

3.60×103　　　　3 位有效数字

3.600×103　　　4 位有效数字

因此，很大或很小的数，常用 10 的乘方表示。当有效数字确定后，在书写时，一般只保留 1 位可疑数字，多余数字按数字修约规则处理。

2.2 滴定管、移液管、吸量管、容量瓶

当用 50ml 滴定管测量溶液体积时，如测量体积大于 10ml 小于 50ml，应记录为 4 位有效数字，例如写成 24.22ml；如测量体积小于 10ml，记录 3 位有效数字，例如写成 8.31ml。

当用 25ml 移液管移取时，记 25.00ml；用 5ml 吸量管移取时记 5.00ml。

当用 250ml 容量瓶配制溶液时，配制溶液体积记录为 250.0ml。用 50ml 容量瓶配制溶液时，记录为 50.00ml。

数字的修约规则：

1.四舍六入，五后有数进一，没数成双

2.禁止分次修约

3.修约标准偏差

4.可多保留一位有效数字进行运算

5.与标准限度值比较时

6.具体运用如下：

具体运用如下：

（1）被舍弃第一位数字大于 5。

如，28.2645 只取 3 位有效数字时，被舍弃的第一位数字为 6，大于 5，则有效数字为 28.3。

（2）被舍弃的第一位数字等于 5，而其后数字全部为零。

视被保留的末尾数字为奇数或偶数（0 视为偶数），而定进或舍，末尾是奇数时进 1，末尾为偶数不加 1。

如 28.350,28.250,28.050 只取 3 位有效数字时，分别应为 28.4,28.2,28.0。

（3）被舍弃的第一位数字等于 5，而其后数字并非全部为零，则进 1。

如 28.2501 只取 3 位有效数字时，应为 28.3。

（4）被舍弃的数字包括几位数字时，不得对该数字进行连续修约，而应根据以上各条作一次处理。

如 2.154546，只取 3 位有效数字时，应为 2.15，而不得按一下顺序连续修约为 2.16：

2.154546→2.15455→2.1546→2.155→2.16

2.3 有效数字运算规则

加减法：以小数点后位数最少的为准。

乘除法：以有效数字位数最少的为准。

对数运算时，对数尾数的位数应与真数有效数字位数相同。

1）、加减法

列如：

0.0121+25.64+1.05782=?

正确：0.01+25.64+1.06=26.71

不正确：0.0121+25.64+1.05782=27.70992

2）、乘除法

例如：

0.0121×25.64×1.05782=?

过程应为：

0.0121×25.6×1.06=0.328

在乘除法运算中，个数值计算有效数字位数时，当第一位有效数字≥8 时，有效数字位数可以多计 1 位。如 8.34 是 3 位有效数字，在运损中可以作 4 位有效数字看待。

3）.自然数

在分析化学运算中，有时会遇到一些倍数或分数的关系，如：

$$\frac{H_3PO_4\text{的相对分子质量}}{3}=\frac{98.00}{3}=32.76$$

$$水的相对分子质量(M_r)=2\times 1.008+16.00=18.02$$

在这里分母“3”和“2×1.008”中的“2”，都不能看做是1位有效数字。因为它们是非测量所得到的数，是自然数，其有效数字位数，可视为无限的。

三、数据处理

EDTA 标准滴定溶液的标定

| | 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|---|
| m 倾样前/g | 15.6025 | 14.1011 | 12.6001 | 11.1001 |
| m 倾样后/g | 14.1011 | 12.6001 | 11.1001 | 9.5992 |
| m(氧化锌）/g | | | | |
| 移取试液的体积/ml | | | | |
| 滴定管初读数/ml | 0.00 | 0.00 | 0.00 | 0.00 |
| 滴定管终读数/ml | 36.25 | 36.20 | 36.16 | 36.18 |
| 滴定消耗 EDTA 的体积/ml | | | | |
| 体积矫正值/ml | 0.09 | 0.09 | 0.09 | 0.09 |
| 溶液温度/℃ | 25 | 25 | 25 | 25 |
| 温度补正值 | | | | |
| 溶液温度矫正值/ml | | | | |
| 实际消耗 EDTA 的体积/ml | | | | |
| 空白/ml | | | | |
| c/mol/L | | | | |
| c 平均/mol/L | | | | |
| 相对极差/% | | | | |

四、数据处理过程

校正计算

$$V_{实际消耗}=V_{滴定消耗}+体积校正值+溶液温度校正值$$

$$\text{溶液温度校正值} = \frac{\text{温度补正值}}{1000} \times \left(V_{\text{滴定消耗}} + \text{体积校正值}\right)$$

$$n_{EDTA} = n_{ZnO}$$

$$\text{所以} c_{EDTA} = \frac{m_{ZnO}}{10 M_{ZnO} \left(V - V_0\right)}$$

EDTA标准滴定溶液的标定：

氧化锌的质量：

$m_1$=15.6025−14.1011=1.5014$(g)$

$m_2$=14.1011−12.6001=1.5010$(g)$

$m_3=12.6001-11.1001=1.5000(g)$

$m_4=11.1001-9.5992=1.5009(g)$

滴定消耗EDTA体积：

$V_1$=36.25−0.00=36.25$(ml)$

$V_2=36.20-0.00=36.20(ml)$

$V_3$=36.16−0.00=36.16$(ml)$

$V_4=36.18-0.00=36.18(ml)$

体积校正值：0.09ml

校正后体积：

$V_1$=36.25+0.090=36.34$(ml)$

$V_2=36.20+0.090=36.29(ml)$

$V_3=36.16+0.090=36.25(ml)$

$V_4=36.18+0.090=36.27(ml)$

温度补正值:-1.03

溶液温度校正值：

$V_1=\frac{-1.03}{1000}\times36.34$= -0.0374$(ml)$

$V_2=\frac{-1.03}{1000}\times36.29=-0.0374(ml)$

$V_3=\frac{-1.03}{1000}\times36.25=-0.0373(ml)$

$V_4=\frac{-1.03}{1000}\times36.27=-0.0374(ml)$

实际消耗EDTA体积：

$V_1=36.34+(-0.0374)=36.30(ml)$

$V_2=36.29+(-0.0374)=36.25(ml)$

$V_3=36.25+(-0.0373)=36.21(ml)$

$V_4 = 36.27 + (-0.0374)$=$36.23(ml)$

$c / mol / L:$

$\because$ c=$\dfrac{n}{V}, n = \dfrac{m}{M}$， $M_{(ZnO)}$=$81g / mol$

$\therefore c_1 = \dfrac{\dfrac{1.5014g}{81g / mol}}{36.30ml} = 0.5106mol / L$

$c_2 = \dfrac{\dfrac{1.5010g}{81g / mol}}{36.25ml} = 0.5112mol / L$

$c_3 = \dfrac{\dfrac{1.5000g}{81g / mol}}{36.21ml} = 0.5114mol / L$

$c_4 = \dfrac{\dfrac{1.5009g}{81g / mol}}{36.23ml} = 0.5114mol / L$

$c$平$/ mol / L$:$\dfrac{0.5106 + 0.5112 + 0.5114 + 0.5114}{4}$=$0.5112mol / L$

相对极差:$\dfrac{0.5114mol / L - 0.5106mol / L}{0.5112mol / L} \times 100\% = 0.1565\%$

授课日期 第15周 教案编号 8

| | | | |
|---|---|---|---|
| 课程名称 | 化学分析综合实训 | 专业班级 | 应用化工技术241、242、（3+）241、（订单班）241 |
| 教材名称 | 《化学分子综合实训-讲义》 | | |
| 授课题目 | 国标中混合碱的测定方法与之前的实验作对比 | | |
| 授课学时 | 2节（ ✓ ）；3节（ ）；其他（ ） | | |
| 课型 | 理论（✓）；实验（✓）；见习（ ）；实训（ ）；其它（ ） | | |
| 教学目的 | 1.使学生在理解教材上的原理和国家标准中的测定原理<br>2.使学生理解标准测定的有关步骤<br>3.培养学生能根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力<br>4.使学生逐步认识化工产品品质检验企业工作要求；工业产品品质检验工作过程和工作任务。 | | |
| 教学重点 | 1. 理解教材和国家标准中的测点原理<br>2. 理解标准测定的有关步骤<br>3. 培养学生在书本知识运用熟练的情况下根据相关标准进行方案设计的能力。 | | |
| 教学难点 | 1.使学生理解标准测定的有关步骤。<br>2.对比教材与标准中步骤的不同，培养学生能根据相关标准进行方案设计的能力。 | | |
| 教学方法 | 讲授（ ✓ ）；讨论（ ✓ ）；指导（ ✓ ）；示教（ ）；其它（任务、引导式教学） | | |
| 电子教案 | 有（ ✓ ） | Microsoft powerpoint( ✓ ); Author ware ( ); 其它（ ） | |
| | 无（ ） | | |
| 教学资源 | 多媒体（ ✓ ）；模型（ ）；标本（ ）；实物（ ）；音像（ ✓）；其它（ ） | | |
| 教学过程时间安排 | 1.引入，讲解检测原理 10min<br>2.解读标准中的测定步骤和教材中的测定步骤 25min<br>3.学生按参考模板进行测定方案设计 40min<br>4.评价方案并确定方案 15min | | |
| 思考题 | 请简述实验有关原理 | | |
| 作业 | 修改完善善任务测定的方案设计，做好方案实施准备工作 | | |
| 教学后记 | 在学生进行方案设计过程中特别注意个别指导与集中指导，及时解决学生的一些困惑和问题，充分引导学生对标准的理解，以便更好实施方案 | | |

一、目标：依据国家标准设计工业用氢氧化钠中氢氧化钠和碳酸钠含量检测的实验

二、方法提要：

3.1 氢氧化钠含量的测定原理

试样溶液中先加入氯化钡，将碳酸钠转化为碳酸钡沉淀，然后以酚酞为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定至终点。反应如下：

$$Na_2CO_3+BaCl_2 \longrightarrow BaCO_3\downarrow+2NaCl$$

$$NaOH+HCl \longrightarrow NaCl+H_2O$$

3.2 碳酸钠含量的测定原理

试样溶液以溴甲酚绿-甲基红混合指示剂为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定至终点，测得氢氧化钠和碳酸钠总和，再减去氢氧化钠含量，则可测得碳酸钠含量。

三、实验步骤

1.试样溶液的制备

用已知质量干燥、洁净的称量瓶，迅速从样品瓶中移取固体氢氧化钠 36g±1g（35 g -37 g）或液体氢氧化钠 50g±1g(精确至 0.01g)（用直接称量法）。将已称取 的样品置于已盛有约于 300mL 水的 1000mL 容量瓶中，冲洗称量瓶，将洗液加入 容量瓶中，冷却至室温后稀释到刻度，摇匀。

2.氢氧化钠含量的测定

量取 50.00mL 试样溶液，注入 250mL 具塞三角瓶中，加入 10mL 氯化钡溶液(100g/L)，加入 2-3 滴酚酞指示剂（10g/L），在磁力搅拌器搅拌下，用盛装有 盐酸标准滴定溶液 1.000mol/L 密闭滴定至微红色为终点。记下滴定所消耗标准 滴定溶液的体积 V1.。

4、氢氧化钠和碳酸钠含量的测定

量取 50.00mL 试样溶液，注入 250mL 具塞三角瓶中，加入 10 滴溴甲酚绿－甲基 红混合指示剂，在磁力搅拌器搅拌下，用盛装有盐酸标准滴定溶液的密闭滴定绿 色至酒红色为终点。记下滴定所消耗标准滴定溶液的体积 V2.。

四、实验试剂及仪器

药品及试剂

| 名称 | 规格 | 配制方法 |
|---|---|---|
| 氢氧化钠 | 工业品 | |
| 氯化钡 | 100g/L | 称 100g 氯化钡二水，溶于 1L 水中 |

| | | |
|---|---|---|
| 酚酞 | 10g/L | 4.1.4.22 酚酞指示液(10 g/L)<br>称取 1 g 酚酞，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。 |
| 盐酸标准滴定溶液 | 1.000mol /L | 参照盐酸标准溶液标定方法标定，需标好 |
| 无水碳酸钠 | 基准试剂 | |
| 溴甲酚绿甲基红 | | 4.4 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂：将三份 0.1 g/L 溴甲酚绿的乙醇溶液和一份 0.2 g/L 甲基红的乙醇溶液混合。<br>4.1.4.29 溴甲酚绿-甲基红指示液<br>溶液Ⅰ：称取 0.1 g 溴甲酚绿，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。<br>溶液Ⅱ：称取 0.2 g 甲基红，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。<br>取 30 mL 溶液Ⅰ、10 mL 溶液Ⅱ，混匀。 |
| 乙醇 | 95% | |
| 氢氧化钠标准滴定溶液 氢氧化钠 | AR | |

2.仪器：

| 名称 | 规格 | 名称 | 规格 | 名称 | 规格 |
|---|---|---|---|---|---|
| 烘箱 | | 称量瓶 （称量 手套或纸条） | 高形 | 容量瓶 | 1L |
| 移液管 | 50mL | 吸耳球 | 中号 | 具塞锥形瓶 | 250 mL |
| 量筒 | 10mL | 滴瓶 | 100 mL （2个） | | |
| 电子天平 | 万分之一 | | 酸碱两用滴定管 | 50mL | |
| 胶塞 | 塞锥形瓶用 | | | | |

五、计算公式

（1） 以质量百分数表示的氢氧化钠(NaOH)含量 $X_1$

$$X_1(\%)=\frac{c\cdot V_1\times 0.040\,00}{m\times 50/1\,000}\times 100=80.00\times\frac{c\cdot V_1}{m}$$

式中：$c$——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

$V_1$——测定氢氧化钠所消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

$m$——试样的质量，g；

0.040 00——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液〔$c(HCl)=1.000$ mol/L〕相当的以克表示的氢氧化钠(NaOH)的质量。

（2） 以质量百分数表示的碳酸钠($Na_2CO_3$)含量 $X_2$

$$X_2(\%)=\frac{c(V_2-V_1)\times 0.052\,99}{m\times 50/1\,000}\times 100=105.98\times\frac{c(V_2-V_1)}{m}$$

式中：$c$——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

$V_1$——测定氢氧化钠所消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

$V_2$——测定氢氧化钠和碳酸钠所消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

$m$——试样的质量，g；

0.052 99——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液〔$c(HCl)=1.000$ mol/L〕相当的以 g 表示的碳酸钠($Na_2CO_3$)的质量。

六、实验原始记录表

表一 氢氧化钠含量测定原始数据记录和处理表

| 项目 \ 次数 | 1 | 2 |
| --- | --- | --- |
| 称量瓶样品质量 m（g） | | |
| 滴定管初读数（mL） | | |
| 滴定管终读数（mL） | | |
| 消耗盐酸溶液体积（mL） | | |
| 体积校正值（mL） | | |
| 溶液温度（℃） | | |
| 温度补正值（mL/L） | | |
| 温度校正值（mL） | | |
| 实际消耗盐酸溶液体积 V1（mL） | | |
| 盐酸标准溶液的实际浓度 c（mol/L） | | |
| 氢氧化钠含量（%） | | |

| | |
|---|---|
| 氢氧化钠溶液平均含量 X1（%） | |
| 平行测定结果的绝对值之差（%） | |

表二 测定氢氧化钠和碳酸钠总量原始数据记录和处理表

| 项目　　次数 | 1 | 2 |
|---|---|---|
| 滴定管初读数（mL） | | |
| 滴定管终读数（mL） | | |
| 消耗盐酸溶液体积（mL） | | |
| 体积校正值（mL） | | |
| 溶液温度（℃） | | |
| 温度补正值（mL/L） | | |
| 温度校正值（mL） | | |
| 实际消耗盐酸溶液体积 V2（mL） | | |
| 盐酸标准溶液的实际浓度 c（mol/L） | | |
| 碳酸钠含量（%） | | |
| 碳酸钠平均含量 X2（%） | | |
| 平行测定结果的绝对值之差（%） | | |

六、实验注意问题

4.1.4.22 酚酞指示液(10 g/L)

称取 1 g 酚酞，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

4.1.4.29 溴甲酚绿-甲基红指示液

溶液Ⅰ：称取 0.1 g 溴甲酚绿，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

溶液Ⅱ：称取 0.2 g 甲基红，溶于乙醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

取 30 mL 溶液Ⅰ、10 mL 溶液Ⅱ，混匀。

授课日期　第17周　　　　　　　　　　　　　教案编号　　9

| | | | |
|---|---|---|---|
| 课程名称 | 化学分析综合实训 | 专业班级 | 应用化工技术241、242、（3+）241、（订单班）241 |
| 教材名称 | 分析化学 | | |
| 授课题目 | 考 查 | | |
| 授课学时 | 2节（ ✓ ）；3节（ 　 ）；其他（ 　） | | |
| 课型 | 理论（✓）；实验（✓）；见习（ 　）；实训（ 　）；其它（ 　） | | |
| 教学目的 | 1.使学生能够依据任务，选用和解读相关标准；<br>2.学生能够理解标准并依据任务制定关步骤；<br>3.检验学生根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力<br>4.检验学生认识化工产品品质检验企业工作要求的程度。 | | |
| 教学重点 | 1.考查学生理解教材和国家标准中的测点原理。；<br>2.考查学生理解标准测定的有关步骤；<br>3.考查学生在书本知识运用熟练的情况下根据相关标准进行方案设计的能力。 | | |
| 教学难点 | 1.学生理解标准测定的有关步骤。<br>2.对比教材与标准中步骤的不同，学生能根据相关标准进行方案设计的能力。 | | |
| 教学方法 | 讲授（ 　）；讨论（ 　）；指导（ 　）；示教（ 　）；其它（任务✓、引导式教学） | | |
| 电子教案 | 有（ ✓ ） | Microsoft powerpoint( ✓ ); Author ware ( 　); 其它（ 　） | |
| | 无（ 　） | | |
| 教学资源 | 多媒体（ ✓ ）；模型（ ）；标本（ ）；实物（ ）；音像（ ）；其它（ 　） | | |
| 教学过程时间安排 | 1.布置任务　　　　　　　　10min<br>2.学生按参考模板，依据标准进行测定方案设计　　　　80min | | |
| 思考题 | / | | |
| 作业 | 课堂完成方案制定 | | |
| 教学后记 | 考查课作为教学的最后一个环节，在平时的课程中就要对学生的方案多指导，尤其是原理的理解，步骤的制定，数据记录表格的绘制和计算公式的推导。 | | |