

揭阳职业技术学院

Jieyang Vocational & Technical College

教 案

课程所属系（部）：化学工程系

讲授课程：分析化学实验

教材名称：分析化学

任课教师：赵 云

专业班级：分析检验技术（订单班）251

授课学期：2025-2026 学年第二学期

2026 年 3 月

“分析化学”课程综述

一、本课程的思政元素

本课程思政教育的重点是求真务实、严谨治学、创新意识、责任意识等主题，每个主题穿插在相应章节课程教学中，在教学引起学生的思考，渗透思政教育元素。并结合分析化学的学科特点，不断挖掘教材中的思政元素，将思政目标与教学内容进行有机结合。

二、本课程的主要内容

分析化学是关于研究物质的组成、含量、结构和形态等化学信息的分析方法及理论的一门科学，是化学的一个重要分支。分析化学的主要任务是鉴定物质的化学组成（元素、离子、官能团、或化合物）、测定物质的有关组分的含量、确定物质的结构（化学结构、晶体结构、空间分布）和存在形态（价态、配位态、结晶态）及其与物质性质之间的关系。

通过本门课程的实训操作，掌握定量分析中的误差与分析数据处理；滴定分析法概述；滴定分析中常用仪器及操作；酸碱滴定法；配位滴定法；氧化还原滴定法；沉淀滴定法等。

三、本课程的现状

分析化学这门课具有很强的实用性，同时又有严密、系统的理论，是理论与实际密切结合的课程。学习分析化学有利于培养学生严谨的科学态度和实事求是的作风，使学生初步掌握科学研究的技能并初步具备科学研究的综合素质。我们在讲授基本理论的同时，尽量穿插一些运用基础理论解决实际问题的例子，包括药物、环境、生物等各个领域分析化学的新进展、新成果。在教学方式与方法上，尽量注意采用启发式、研究式教学，特别是重视实验教学，培养学生的动手动脑能力。

四、本课程的发展

分析化学课程的发展变革主要集中在教学内容的发展变革。目前，分析化学的教学内容主要集中在定量化学分析方法的介绍，同时强调自学与实验。仪器分析随着分析化学的发展，也将作为一门学科单独开设。

实验一、分析天平称量练习（3 学时）

一、实验目的

- 1、掌握直接称量法、固定质量称量法和递减称量法。
- 2、练习并熟练掌握分析天平的基本操作和常用称量方法。
- 3、培养准确，整齐，简明记录实验原始数据的习惯。

二、实验原理

（一）分析天平的称量方法

分析天平的称量方法一般有直接称量法，固定质量称量法和递减称量法三种。

1、直接称量法（又称直接法）

该法一般用于称量某一不吸水、在空气中性质稳定的固体（如坩锅、金属、矿石等）准确质量。称量时，将被称量物直接放入分析天平中，称出其准确质量。

2、固定质量称量法

该法一般用于称取某一固定质量的试样（一般为液体或固体的极细粉末，且不吸水，在空气中性质稳定）。称量时先在分析天平上称出干净且干燥的器皿（一般为烧杯、坩锅、表面皿等）的准确质量，再将分析天平增加固定质量的砝码后，往天平的器皿中加入略少于固定质量的试样，再轻轻震动药匙使试样慢慢撒入器皿中，直至其达应称质量的平衡点为止。

3、递减称量法（又称差减法）

该法多用于称取易吸水、易氧化或易与 CO_2 反应的物质。要求称取物的质量不是一个固定质量，而只要符合一定的质量范围既可。称量时首先在托盘天平上称出称量瓶的质量，在将适量的试样装入称量瓶中在托盘天平上称出其质量，然后放入分析天平中称出其准确质量 m_1 。取出称量瓶，移至小烧杯或锥形瓶上方，将称量瓶倾斜，用称量瓶盖轻敲瓶口上部，使试样慢慢落入容器中。当倾出的试样已接近所需要的质量中，慢慢地将瓶竖起，再用称量瓶盖轻敲瓶口上部，使黏在瓶口的试样落在称量瓶中，然后盖好瓶盖将称量瓶放回天平盘上，称出其质量。如果这时倾出的试样质量不足，则继续按上法倾出，直至合适为止，称得其质量 m_2 ，如此继续进行，可称取多份试样。两次质量之差即为倾出的试样质量。

注意：

①不管是用哪一种称量方法，都不许用手直接拿称量瓶或试样，可用一干净纸条或塑料薄膜等套住拿取，取放称量瓶瓶盖也要用小纸片垫着拿取。

②每次称量时，一般将被称量物先在托盘天平上称出其约略质量再移到分析天平上精确称量。这样既可节省称量时间，又不易损坏天平。

三、实验用品

托盘天平；万分之一分析天平；重铬酸钾粉末试样；氯化钠溶液；小烧杯；称量瓶；纸条；锥形瓶等。。

四、称量练习

1、不去皮直接称量法

将一干燥洁净的小烧杯放置于天平盘中央，关闭天平门，记下空烧杯的质量 m_1 。用钥匙从天平边门将试样加入小烧杯中，关闭天平门，称出小烧杯和试样的总质量为 m_2 。两次称量之差 ($m_2 - m_1$) 即为试样的质量。

2、去皮直接称量法

将一干燥洁净的小烧杯放置于天平盘中央，关闭天平门，按清零键，待仪器显示“0.0000”后，用钥匙从天平边门将试样加入小烧杯中，关闭天平门，显示值即为试样的质量 m 。

3、递减称量法（减量法）称取 0.5g 基准物质 $K_2Cr_2O_7$ （去皮法）

用纸条将装有约 1.5g（托盘天平上粗称）基准物质 $K_2Cr_2O_7$ 的称量瓶放在秤盘中央，关闭天平门，按清零键，待仪器显示“0.0000”。用纸条取出称量瓶，瓶盖轻敲称量瓶上口，将 $K_2Cr_2O_7$ 倾入洁净的锥形瓶中，倾出一定量后，放回天平盘上，关闭天平门后读数，显示值为“-”值，其数值为所倾出 $K_2Cr_2O_7$ 的质量，要求倾出的量控制在 $\pm 10\%$ 以内（即 0.45~0.55），记下第一份样品质量。如倾出的量不够，可继续倾出，如过量了，则弃去重称，继续称取第二份样品于第二只锥形瓶中。

4、递减称量法（减量法）称取 0.8g 氯化钠溶液（去皮法）

用纸条将装有氯化钠溶液的称量瓶放在秤盘中央，关闭天平门，按清零键，待仪器显示“0.0000”。用纸条取出滴管，将氯化钠溶液滴入洁净的锥形瓶中，倾出一定量后，放回天平盘上，关闭天平门后读数，显示值为“-”值，其数值为所倾出氯化钠溶液的质量，要求倾出的量控制在 $\pm 10\%$ 以内（即 0.72~0.88），记录数据。如滴出的量不够，可继续，如过量了，则弃去重称，继续称取第二份样品于第二只锥形瓶中。

5、固定质量称量法称取 0.6129g $K_2Cr_2O_7$ （去皮法）

将一干燥洁净的小烧杯放置于天平盘中央，关闭天平门，按清零键，待仪器显示“0.0000”后，用钥匙从天平边门将基准物质 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 慢慢加入小烧杯中，直至恰好达到 0.6129g，关闭天平门，再次核实显示屏上的数值，并做记录。

五、数据记录与分析结果

1、不去皮直接称量法

空烧杯的质量 (g) m_1 = _____；小烧杯和试样的总质量 (g) m_2 = _____。

试样的质量 (g) $m_2 - m_1$ = _____。

2、去皮直接称量法

试样的质量 (g) m = _____。

3、减量法称取 0.5g 基准物质 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

第一份试样的质量 (g) m_1 = _____；第二份试样的质量 (g) m_2 = _____。

4、减量法称取 0.8g 氯化钠溶液

第一份试样的质量 (g) m_1 = _____；第二份试样的质量 (g) m_2 = _____。

5、固定质量称量法称取 0.6129g 基准物质 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$

固定样品的质量 (g) m = _____。

六、几点具体要求

- 1、称量瓶，小烧杯的准备，需洁净，最好在前一次实验后先洗净，晾干。
- 2、强调使用前先看水平。
- 3、分析天平称量记录需用有效数字，位数一般为 xx.xxxxg。
- 4、建议学生多练习几次称量操作，并在本次实验报告中顺便注上自己的称量速度(min)。
- 5、练习称量时，可用烧杯分装一定量 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 供练习用，练习后 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 回收入公用烧杯中。
- 6、分析天平称量一般采用直接称量法或递减称量法。前者用于称取不吸水、在空气中性质稳定的试样。称量时将试样放在已知质量的干净且干燥的容器中，一次称取一定量的试样。后者多用于称取易吸水，易氧化或易与 CO_2 反应的物质。称量前先将较多的试样装入称量瓶中，准确称量，然后倒出一部分试样后再称量，两次称量的质量之差即为倾出的试样质量。此外，递减法也适用于连续称取几份试样。

七、思考与讨论

实验记录数据应准确到几位？原因？

实验二 容量器皿的洗涤、干燥与使用（3 学时）

一、实训目的

- 1、熟练掌握滴定分析的常用仪器基本操作。
- 2、重点掌握滴定管正确读数、滴定分析的 3 种控制速度等。

二、实训试剂与仪器



- 1、试剂：0.1mol/LNaOH 溶液、0.1mol/LHCl 溶液、0.1%甲基橙指示剂、0.1%酚酞指示剂。
- 2、仪器：酸碱两用滴定管、铁架台、移液管、吸量管、洗耳球、容量瓶、若干锥形瓶和烧杯、若干滤纸等。

三、实训步骤

练习以下仪器使用，直至熟练且能正确使用。

1、吸管

- (1) 用于准确量取一定体积的量器（Ex）。
- (2) 类型

类型	实图	移液管描述
1) 单标线吸管 (移液管)		两端细长 中间膨大 环形标线 膨大部分标有容积和温度
2) 分度吸管 (吸量管)		两头细长 中间直径相同 分为：完全流出式、吹出式、不完全流出式

(3) 操作步骤：

- 洗涤：（铬酸、自来水、纯水）1/3，横持、下管口放出
- 润洗：用待吸溶液装小烧杯润洗几次，将待吸溶液倒入烧杯中，吸润洗液约为管的 1/3 体积处、横持转动、下管口放出，3 次，
- 吸取：先将溶液倒入小烧杯、吸取至零刻度以上
- 调节液面：调刻线前擦干外壁，烧杯或锥形瓶倾斜 45°

- 放液：靠壁、垂直、停留 15s、（没写吹不能吹）
- 区别：吸量管两次读数,尽可能使用上部分

2、容量瓶

(1) 是一种准确量取容纳液体体积的一种量器。

细颈梨形平底玻璃瓶，玻璃磨口塞或塑料塞

(2) 瓶上标有“In(量入式)”，瓶颈上标有环形标线。瓶身有体积和检定时温度。

(3) 规格：10、25、50、100、200、250、500、1000、2000mL

(4) 颜色：无色、棕色

(5) 使用步骤

检漏、洗涤(铬酸,自来水,纯水 10-20mL 3 次)

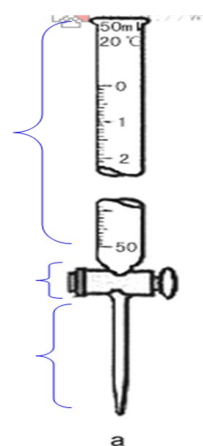
称量、溶解、冷却、移液、洗涤烧杯(少量多次)、3/4 平摇、(1-2cm) 定容、摇匀(10+5 次)

3、酸碱两用滴定管

(1) 主要构件

(2) 盛放溶液要求：酸、碱、中性溶液

(3) 使用步骤(使用两支滴定管，一支装 0.1mol/LNaOH 溶液，另一支装 0.1mol/LHCl 溶液，并做好标记)



四、容量器皿综合运用

1、酸滴定碱操作练习

用 20 mL 移液管移取 20.00mL 0.1mol/LNaOH 溶液于 250mL 锥形瓶中，加入 1 滴

甲基橙指示剂，将酸式滴定管中的 HCl 滴定液滴加到锥形瓶中，至溶液由黄色变成橙色，

记录消耗的 HCl 滴定液的体积。读数准确至 0.01mL。平行试验 2 次，计算平均值和相对平均偏差。

2、碱滴定酸操作练习

用 20 mL 移液管移取 20.00mL 0.1mol/L HCl 溶液于 250mL 锥形瓶中，加入 1 滴酚酞指示剂，将碱式滴定管中的 NaOH 滴定液滴加到锥形瓶中，至溶液由无色变成浅粉色，且 30s 内不褪色，记录消耗的 NaOH 滴定液的体积。读数准确至 0.01mL。平行试验 2 次，计算平均值和相对平均偏差。

3、酸滴定碱数据记录与处理

测定次数	I	II
移取 NaOH 的体积/mL	20.00	20.00
滴定管中 HCl 初读数/mL		
滴定管中 HCl 终读数/mL		
消耗 HCl 滴定液体积/mL		
消耗 HCl 滴定液体积平均值/mL		

4、碱滴定酸数据记录与处理

测定次数	I	II
移取 HCl 的体积/mL	20.00	20.00
滴定管中 NaOH 初读数/mL		
滴定管中 NaOH 终读数/mL		
消耗 NaOH 滴定液体积/mL		
消耗 NaOH 滴定液体积平均值/mL		

五、实训总结

请谈谈在本实训中，哪些操作存在困难，你将如何解决。

实验三、容量分析仪器的校准（3 学时）

一、实验目的

- 1、了解容量仪器校准的意义，学习容量仪器校准的方法；
- 2、初步掌握滴定管的校准、容量瓶的校准及移液管和容量瓶的相对校准。

二、实验原理

滴定管、移液管和容量瓶是分析实验中常用的玻璃量器，都具有刻度和标称容量。量器产品都允许有一定的容量误差。在准确度要求较高的分析测试中，对自己使用的一套量器进行校准是完全必要的。

校准的方法有称量法（绝对校准法）和相对校准法。称量法的原理是，用分析天平称量被校量器中量入或量出的纯水的质量 m ，再根据纯水的密度 d_t （或校准值 d_t' ）计算出被校量器的实际容量。

有时，只要求两种容器之间有一定的比例关系，而无需知道它们各自的准确体积，这时可用容量相对校准法。经常配套使用的移液管和容量瓶，采用相对校准法更为重要。例如，用 25mL 移液管移取蒸馏水于干净且倒立晾干的 100mL 容量瓶中，到第 4 次重复操作后，观察瓶颈处水的弯月面下缘是否刚好与刻线上缘相切。若不相切，应重新做一记号为标线，以后此移液管和容量瓶配套使用时就用校准的标线。

三、主要试剂和仪器

分析天平、滴定管、容量瓶、移液管、锥形瓶、带磨口玻璃塞。

四、实验步骤

1、滴定管的校准（称量法）（绝对校准法）

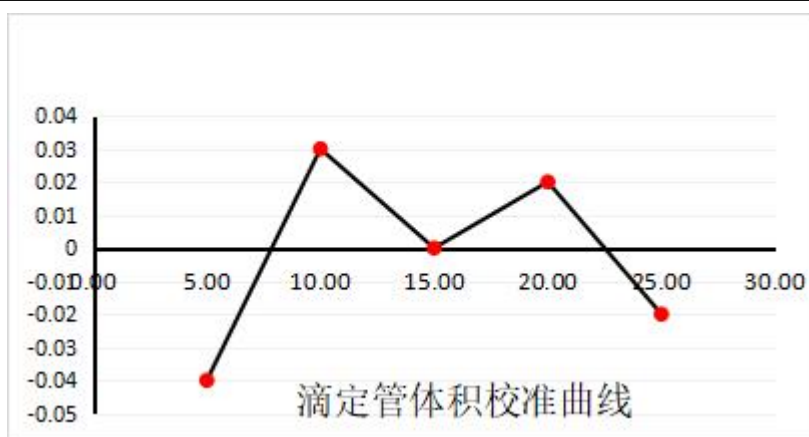
将已洗净且外表干燥的 50mL 锥形瓶放在分析天平上称量，得空瓶质量 $m_{\text{瓶}}$ ，记录至 0.001g 位。再将已洗净的滴定管盛满纯水，调至 0.00mL 刻度处，从滴定管中放出一定体积（记为 V_0 ），如放出 5mL 的纯水于已称量的锥形瓶中，盖紧塞子，称出“瓶+水”的质量 $m_{\text{瓶+水}}$ ，两次质量之差即为放出之水的质量 $m_{\text{水}}$ 。用同法称量滴定管从 0 到 10mL，0 到 15mL，0 到 20mL，0 到 25mL，0 到 30mL，0 到 35mL，0 到 40mL，0 到 45mL，0 到 50mL 等刻度间的 $m_{\text{水}}$ ，用实验水温时水的密度来除每次 $m_{\text{水}}$ ，即可得到滴定管各部分的实际容量 $V_{\text{实}}$ 。计算校准值 ΔV ($V_{\text{实}} - V_0$)。以 V_0 为横坐标， ΔV 为纵坐标，绘制滴定管校准曲线。

$$m = \rho V \quad \text{水的密度} = 1.0\text{g/cm}^3 \quad 1\text{cm}^3 = 1\text{ml}$$

现将一支 50mL 滴定管在水温 21°C 校准的部分实验数据列于表 1。

表 1 50mL 滴定管校正表 (水温 21°C, $d_t'=0.99695\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)

V_0/mL	$m_{\text{瓶+水}}/\text{g}$	$m_{\text{瓶}}/\text{g}$	$m_{\text{水}}/\text{g}$	$V_{\text{实}}/\text{mL}$	$\Delta V_{\text{校正值}}/\text{mL}$
0.00~ 5.00	34.148	29.207	4.941	4.96	-0.04
0.00~ 10.00	39.317	29.315	10.002	10.03	+0.03
0.00~ 15.00	44.304	29.350	14.954	15.00	0.00
0.00~ 20.00	49.395	29.434	19.961	20.02	+0.02
0.00~ 25.00	54.286	29.383	24.903	24.98	-0.02
.....					



请根据校准 50mL 滴定管的实际数据完成下列表格:

表 2 50mL 滴定管校正表 (水温 _____ °C, $d_t'=\text{_____}\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)

V_0/mL	$m_{\text{瓶+水}}/\text{g}$	$m_{\text{瓶}}/\text{g}$	$m_{\text{水}}/\text{g}$	$V_{\text{实}}/\text{mL}$	$\Delta V_{\text{校正值}}/\text{mL}$
0.00~ 5.00					
0.00~ 10.00					
0.00~ 15.00					
0.00~ 20.00					
0.00~ 25.00					
0.00~ 30.00					
0.00~ 35.00					
0.00~ 40.00					
0.00~ 45.00					
0.00~ 50.00					

请以 V_0 (红色标记) 为横坐标, ΔV 为纵坐标, 绘制 50mL 滴定管校准曲线, 贴于此处。
(可以 Excel 作图, 也可以直接画图)

2、移液管和容量瓶的相对校准

用洁净的 25mL 移液管移取纯水于干净且晾干的 100mL 容量瓶中, 重复操作 4 次后, 观察液面的弯月面下缘是否恰好与标线上缘相切, 若不相切, 则用胶布在瓶颈上另作标记, 以后实验中, 此移液管和容量瓶配套使用时, 应以新标记为准。(请将校准结果给老师查看, 为相应的容量瓶做标记并给出结论。)

3、滴定液的温度补准

对于要求比较高的滴定分析, 对消耗的滴定液还须进行温度补准。根据滴定液的温度, 查找不同标准溶液浓度的温度补准值表 (教材 40-41 页), 可以对温度为 5~36°C 的滴定液进行计算, 得到温度校准值。

如在 28°C 时滴定用去 0.05mol/L 的 EDTA 溶液 35.40mL, 请计算滴定液的温度补准值, 并计算换算为 20°C 时的体积。

五、思考的问题: 分段校准滴定管时, 为何每次都要从 0.00mL 开始?

附表 1 不同温度下水的密度的校准值 (d_t')

表 4.9 不同温度下水的 d_t 和 d'_t 值

温度/°C	$d_t/(g \cdot cm^{-1})$	$d'_t/(g \cdot cm^{-3})$	温度/°C	$d_t/(g \cdot cm^{-1})$	$d'_t/(g \cdot cm^{-3})$
5	0.999 96	0.998 53	18	0.998 60	0.997 49
6	0.999 94	0.998 53	19	0.998 41	0.997 33
7	0.999 90	0.998 52	20	0.998 21	0.997 15
8	0.999 85	0.998 49	21	0.997 99	0.996 95
9	0.999 78	0.998 45	22	0.997 77	0.996 76
10	0.999 70	0.998 37	23	0.997 54	0.996 55
11	0.999 61	0.998 33	24	0.997 36	0.996 34
12	0.999 50	0.998 24	25	0.997 05	0.996 12
13	0.999 38	0.998 15	26	0.996 79	0.995 88
14	0.999 25	0.998 04	27	0.996 52	0.995 66
15	0.999 10	0.997 92	28	0.996 24	0.995 39
16	0.998 94	0.997 78	29	0.995 95	0.995 12
17	0.998 78	0.997 64	30	0.995 65	0.994 85

附表 2 常用容量仪器的允许误差

表 4.8(a) 常用滴定管的允许误差

标称总容量/mL		2	5	10	25	50	100
项目							
分度值/mL		0.02	0.02	0.05	0.1	0.1	0.2
容量允差(±)/mL	A	0.010	0.010	0.025	0.05	0.05	0.10
	B	0.020	0.020	0.050	0.10	0.10	0.20

表 4.8(b) 常用容量瓶的允许误差

标称容量/mL		5	10	25	50	100	200	250	500	1 000	2 000
容量允差(±)/mL	A	0.02	0.02	0.03	0.05	0.10	0.15	0.15	0.25	0.40	0.60
	B	0.04	0.04	0.06	0.10	0.20	0.30	0.30	0.50	0.80	1.20

表 4.8(c) 常用移液管的允许误差

标称容量/mL		2	5	10	20	25	50	100
容量允差(±)/mL	A	0.010	0.015	0.020	0.030	0.030	0.050	0.080
	B	0.020	0.030	0.040	0.060	0.060	0.100	0.160

实验四、NaOH 标准溶液的配制和标定 (3 学时)

一、实验目的

1. 练习滴定操作，掌握碱式滴定管的使用。
2. 掌握 NaOH 标准溶液的配制、标定及保存。
3. 掌握滴定过程中的突跃范围及指示剂的选择原理。
4. 掌握滴定结果的数据记录和数据处理方法。

二、实验原理

碱标准溶液一般都用 NaOH 配制。KOH 较贵，应用不普遍。Ba(OH)₂ 可以用来配制不含碳酸盐的碱标准溶液。

NaOH 有很强的吸水性和吸收空气中的 CO₂，因而，市售 NaOH 中常含有 Na₂CO₃。

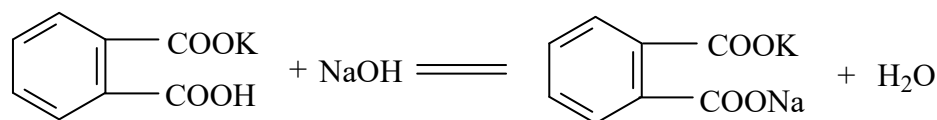


由于碳酸钠的存在，对指示剂的使用影响较大，应设法除去。

除去 Na₂CO₃ 最通常的方法是将 NaOH 先配成饱和溶液（约 52%，W/W）（质量分数），由于 Na₂CO₃ 在饱和 NaOH 溶液中几乎不溶解，会慢慢沉淀出来，因此，可用饱和氢氧化钠溶液，配制不含 Na₂CO₃ 的 NaOH 溶液。待 Na₂CO₃ 沉淀后，可吸取一定量的上清液，稀释至所需浓度即可。此外，用来配制 NaOH 溶液的蒸馏水，也应加热煮沸放冷，除去其中的 CO₂。

因此不能直接配制准确浓度的溶液，通常是先将它们配成近似浓度，然后通过比较滴定和标定来确定它们的准确浓度，其浓度一般是在 0.01~1 mol·L⁻¹ 之间，具体浓度可以根据需要选择。

本实验选用邻苯二甲酸氢钾（KHC₈H₄O₄）作为标定氢氧化钠溶液的基准物质。它易于提纯，在空气中稳定、不吸潮，容易保存，摩尔质量大，标定反应为：



反应产物为二元弱碱，在水溶液中显微碱性，可选用酚酞作指示剂。

根据称取的邻苯二甲酸氢钾的质量和消耗的氢氧化钠体积，可计算出 NaOH 的浓度。

三、实验仪器及试剂

1. 仪器

电子天平、称量瓶、试剂瓶、烧杯、锥形瓶、量筒、聚四氟乙烯滴定管等

2. 试剂

邻苯二甲酸氢钾、氢氧化钠

3. 试液

0.1% 酚酞指示剂，饱和氢氧化钠溶液

四、实验内容与步骤

1. 0.1mol/L NaOH 溶液的配制

用量筒量取 3mL (或 2.8mL) 饱和 NaOH 溶液于烧杯中，用蒸馏水稀释至 500mL 中，贮存于试剂瓶中，搅拌均匀，备用。

(小烧杯 + 2.0 g 固体 NaOH (在台秤上迅速称取) + 50 mL 蒸馏水 → 转入 500 mL 试剂瓶中 → 用蒸馏水洗烧杯 + 蒸馏水稀至刻度 → 盖好瓶塞 (橡皮塞)，充分摇匀 → 贴标签，注明试剂及浓度 → 即配成近似于 0.10 mol/L 的 NaOH 溶液。) **备选**

2. 0.1mol/L NaOH 溶液的标定

用减量法称取一份已在 105~110℃ 烘干至恒重的基准邻苯二甲酸氢钾约 0.5g，**精密称量**，置于 250mL 锥形瓶中，用 25mL 煮沸后刚冷却的蒸馏水溶解完全，加入 0.1% 酚酞指示剂 2~3 滴，用刚配制好的 NaOH 溶液滴定至微红色半分钟内不褪色为终点。记录实验结果，**同时做空白实验**。**平行测定三次**，每次滴定前，都要把滴定管装到“0.00”刻度或“0.00”刻度稍下的位置。要求三次测定结果的相对均差小于 0.2%。

250 mL 锥形瓶 + ~0.5 g 邻苯二甲酸氢钾 + 20~30 mL 水，——→ 使之溶解，冷却后 + 2~3 滴酚酞，——→ 用 0.10 mol/L NaOH 溶液滴定 至溶液呈微红色，半分钟不褪，即为终点。平行标定 3 份。同时做空白试验。计算 NaOH 标准溶液的浓度，其相对平均偏差应不大于 0.2%。

五、数据记录及处理

1. 数据记录

测定次数		1	2	3
称取基准物质邻苯二甲酸氢钾的质量/g	m_1			
	m_2			
	$m(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = m_1 - m_2$			
滴定消耗 NaOH 滴定液的体积/mL	V (始)			
	V (末)			

	$V(\text{NaOH})=V(\text{末})-V(\text{始})$			
V_0 (空白) /mL				
$c(\text{NaOH})/(\text{mol/L})$				
$\bar{c}(\text{NaOH})/(\text{mol/L})$				
绝对偏差 $d/(\text{mol/L})$	$d_1=$	$d_2=$	$d_3=$	
平均偏差 $\bar{d}/(\text{mol/L})$				
相对平均偏差 $R\bar{d} = \frac{\bar{d}}{\bar{c}} \times 100\%$				

2、数据处理及结果计算

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) \times 10^3}{[V(\text{NaOH}) - V_0] M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)}$$

$$(M_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4} = 204.2 \text{ g/mol})$$

$m_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4}$: $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 的质量 (g)。

六、实验注意事项及讨论

1. 加 25mL 蒸馏水, 若太少, 邻苯二甲酸氢钾不能溶解完全; 若太多, 溶液太稀, 其突跃范围太窄, 突跃不明显, 找不到合适的指示剂, 误差大。
2. 用邻苯二甲酸氢钾标定 NaOH 溶液时, 要用酚酞作指示剂, 不能用甲基橙。选择指示剂的原则是: 指示剂的变色终端应落在计量点附近的 pH 突跃范围内。

七、思考题

1. 为什么 NaOH 标准溶液都不能用直接法配制?
2. 能否用称量纸称取固体 NaOH?

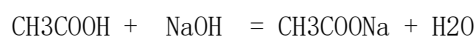
实验五、白醋的浓度测定 (3 学时)

(一) 实训目的:

1. 掌握食醋卫生标准的分析方法 GB/T 5009.41—2003 标准的测定方法。
2. 了解测定酸醋酸值的意义

(二) 实训原理:

采用酸碱滴定法。



化学计量点时 pH 为 8.2

(三) 实训步骤:

1. 0.05mol/L 氢氧化钠标准溶液：称取约 0.5g 氢氧化钠，稀释至 250mL，浓度约为 0.05mol/L。

2. 样品测定：吸取 10.0mL 试样置于 100mL 容量瓶，加水至刻度，混匀，吸取 20.0mL，置于锥形瓶中，加 60 mL 水，加 2-3 滴酚酞指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定至淡红色，并在 30S 内不褪色，即为终点。同时做空白试验。

(四) 试剂及仪器：

1. 试剂

名称	规格
醋酸	样品
酚酞指示液	0.2%
氢氧化钠标准滴定溶液	0.05mol/L

注：未标明要求时，所用试剂均为分析纯，水为国家规定的实验室用水三级规格。

2. 仪器

名称	规格	名称	规格	名称	规格
电子天平	0.1mg	锥形瓶		量筒	100mL
水浴锅		酸碱两用滴定管	50mL		

(五) 计算公式

试样中总酸的含量(以乙酸计)按式(1)进行计算。

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.060}{V \times 10/100} \times 100 \quad \dots$$

式中：

X——试样中总酸的含量(以乙酸计)，单位为克每百毫升(g/100 mL)；

V_1 ——测定用试样稀释液消耗氢氧化钠标准滴定液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——试剂空白消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

0.060——与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液 $C_c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$ 相当的乙酸的质量，单位为克(g)；

V——试样体积，单位为毫升(mL)。

计算结果保留三位有效数字。

原始记录及数据处理

测定次数	1	2	3
项目			
滴定管初读数/mL			

滴定管终读数/mL			
滴定消耗氢氧化钠溶液体积/mL			
空白消耗氢氧化钠溶液体积/mL			
NaOH 标准滴定溶液的浓度 c (mol/L)	0.05000		
试样的酸值/ g/100mL			
试样的平均酸值/ g/100mL			
相对极差/%			

实验六、HCl 溶液的配制和标定 (3 学时)

一、实验目的

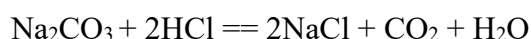
- 1、熟练减量法称取固体物质的操作，训练滴定操作并学会正确判断滴定终点。
- 2、掌握酸碱标准溶液的配制和标定方法。
- 3、通过实验进一步了解酸碱滴定的基本原理。

二、实验原理

浓 HCl 易挥发，HCl 标准溶液无法直接配制，只能将其配成近似浓度的溶液，然后用基准物质标定其浓度。

标定 HCl 的基准物质：无水 Na_2CO_3 或硼砂 ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)

有关反应式如下：



滴定至反应完全时，溶液 pH 为 3.89，通常选用溴甲酚绿-甲基红混合溶液作指示剂，也可选用甲基橙作指示剂。

三、实验仪器及试剂

1. 仪器

分析天平、称量瓶、试剂瓶、烧杯、锥形瓶、量筒、酸式滴定管

2. 试剂

浓盐酸、无水碳酸钠、甲基橙指示剂、溴甲酚绿-甲基红指示剂

四、操作内容

(一) 0.1mol/L HCl 溶液的配制

量取浓 HCl (密度 1.19, 约 12 mol/L) 的体积：

$$V_{HCl} = \frac{0.10 \times 500}{12} \approx 4.2(mL)$$

500 mL 试剂瓶 + 约 4.5 mL 浓 HCl (用量筒量取) + 蒸馏水稀至 500 mL
 盖 上 玻 璃 塞 ， 摇 匀

 在瓶上贴上标签，注明试剂名称、浓度 → 即配成近似于 0.10 mol/L 的 HCl 溶液。

用小量筒量取浓盐酸约 4.5mL，倒入预先盛有适量水的试剂瓶中（于通风柜中进行），加水稀释至 500mL，摇匀，贴上标签。

(二) 0.1 mol/L HCl 标准溶液浓度的标定

1、0.1 mol/L HCl 标准溶液浓度的标定 (用甲基橙作指示剂)

(1) 实验步骤:

用差减法准确称取 0.12 ~ 0.16g 无水 Na₂CO₃ 三份，分别置于三个 250mL 锥形瓶中，加 20~30 mL 蒸馏水使之溶解，再加入 1~2 滴甲基橙指示剂，用待标定的 HCl 溶液滴定至溶液由黄色恰变为橙色即为终点。同时做空白试验。平行标定三份，计算 HCl 标准溶液的浓度。

(2) HCl 标准溶液浓度计算公式:

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

$$(M_{Na_2CO_3} = 105.99 g/mol)$$

(3) 数据记录及结果计算:

测定次数		1	2	3
称取基准物质无水 Na ₂ CO ₃ 的质量/g	<i>m</i> ₁			
	<i>m</i> ₂			
	<i>m</i> (Na ₂ CO ₃) = <i>m</i> ₁ - <i>m</i> ₂			
滴定消耗 HCl 滴定液的体积/mL	<i>V</i> (始)			
	<i>V</i> (末)			
	<i>V</i> (HCl) = <i>V</i> (末) - <i>V</i> (始)			
<i>V</i> ₀ (空白) /mL				
<i>c</i> (HCl)/(mol/L)		<i>c</i> ₁ =	<i>c</i> ₂ =	<i>c</i> ₃ =
\bar{c} (HCl)/(mol/L)				
绝对偏差 <i>d</i> /(mol/L)		<i>d</i> ₁ =	<i>d</i> ₂ =	<i>d</i> ₃ =

平均偏差 \bar{d} /(mol/L)	
相对平均偏差 $R\bar{d} = \frac{\bar{d}}{\bar{c}} \times 100\%$	

2、0.1 mol/L HCl 标准溶液浓度的标定 (用溴甲酚绿-甲基红混合溶液作指示剂)

(1) 实验步骤:

用差减法准确称取 0.12 ~ 0.16g 无水 Na_2CO_3 三份, 分别置于三个 250mL 锥形瓶中, 加 50 mL 蒸馏水使之溶解, 再加入 10 滴溴甲酚绿-甲基红指示剂, 用待标定的 HCl 溶液滴定至溶液由绿色变为紫红色, 煮沸 2min, 冷却至室温, 继续滴定至溶液由绿色变为暗紫色即为终点。同时做空白试验。平行标定三份, 计算 HCl 标准溶液的浓度。

(2) HCl 标准溶液浓度计算公式:

$$c(\text{HCl}) = \frac{2 \times m(\text{Na}_2\text{CO}_3) \times 10^3}{[V(\text{HCl}) - V_0] M(\text{Na}_2\text{CO}_3)}$$

$$(M_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = 105.99 \text{ g/mol})$$

(3) 数据记录及结果计算:

测定次数		1	2	3
称取基准物质无水 Na_2CO_3 的质量/g	m_1			
	m_2			
	$m(\text{Na}_2\text{CO}_3) = m_1 - m_2$			
滴定消耗 HCl 滴定液的体积/mL	V (始)			
	V (末)			
	$V(\text{HCl}) = V(\text{末}) - V(\text{始})$			
V_0 (空白) /mL				
$c(\text{HCl})/(\text{mol/L})$		$c_1 =$	$c_2 =$	$c_3 =$
$\bar{c}(\text{HCl})/(\text{mol/L})$				
绝对偏差 $d/(\text{mol/L})$		$d_1 =$	$d_2 =$	$d_3 =$
平均偏差 $\bar{d}/(\text{mol/L})$				
相对平均偏差 $R\bar{d} = \frac{\bar{d}}{\bar{c}} \times 100\%$				

五、注意事项

1、干燥至恒重的无水碳酸钠有吸湿性, 因此在标定中精密称取基准无水碳酸钠时, 宜

采用“减量法”称取，并应迅速将称量瓶加盖密闭。

2、在 2 的滴定过程中产生的二氧化碳，使终点变色不够敏锐。因此，在溶液滴定进行至临近终点时，应将溶液加热煮沸，以除去二氧化碳，待冷至室温后，再继续滴定。

七、思考题

1、滴定管、移液管至使用前为什么要用待装液润洗 2~3 次？用于滴定的锥形瓶是否需要干燥？是否要用待装液荡洗？为什么？

答：避免滴定液被管内壁的蒸馏水稀释待装溶液，多次润洗实验数据更精确。不需要干燥，不用待装液荡洗，加入物品后还需用蒸馏水溶解，荡洗对待装液的物质的量并无影响。

2、溶解基准物质 Na_2CO_3 使用蒸馏水的体积是否需要准确？为什么？

答：不需要，需要溶解蒸馏水的体积在 20~30ml，在这之间均可，且计算时采用 $n=m/M$ ，与 C 无关。

3、标定 HCl 的两种基准物质 Na_2CO_3 和 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 各有什么优、缺点？

答：基准物质 Na_2CO_3 的缺点是易吸潮，使用前应干燥，保存于干燥容器中。

基准物质 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 的优点是容易制的纯品，摩尔质量大，称量时相对误差小，不易吸水。缺点是空气中的相对湿度小于 39% 时，易失去结晶水。

实验七、EDTA 标准溶液的配制和标定（3 学时）

一、实验目的

- 1、了解 EDTA 标准溶液标定的原理。
- 2、掌握配制和标定 EDTAB 标准溶液的方法。

二、实验原理

乙二胺四乙酸二钠盐（习惯上称 EDTA）是一种有机络合剂，能与大多数金属离子形成稳定的 1：1 螯合物，常用作配位滴定的标准溶液。

EDTA 在水中的溶解度为 120g/L，可以配成浓度为 0.3mol/L 以下的溶液。EDTA 标准溶液一般不用直接法配制，而是先配制成大致浓度的溶液，然后标定。用于标定 EDTA 标准溶液的基准试剂较多，例如 Zn、ZnO、 CaCO_3 、Bi、Cu、 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 、Ni、Pb 等。

用氧化锌作基准物质标定 EDTA 溶液浓度时，以铬黑 T 作指示剂，用 pH=10 的氨缓冲溶液控制滴定时的酸度，滴定到溶液由紫色转变为纯蓝色，即为终点。三、仪器与

试剂

（一）仪器

酸式滴定管，锥形瓶（250 mL），容量瓶（250 mL），移液管（25 mL），电子天平，称量瓶等。

（二）试剂

- 1、乙二胺四乙酸二钠盐（EDTA）。
- 2、氨水-氯化铵缓冲液（pH=10）：称取 16.9g 氯化铵，溶于 143mL 浓氨水中，用水稀释至 250mL，摇匀，密封保存。
- 3、0.5%铬黑 T 指示剂：称取 0.5g 铬黑 T，溶于含有 25mL 三乙醇胺 75mL 无水乙醇溶液中，置于冰箱中保存，可稳定约 100 天。
- 4、10%氨水溶液：量取 40mL 氨水，加水稀释至 100mL。
- 5、氧化锌（基准试剂）。
- 6、（1+1）稀盐酸：1 份浓盐酸与 1 份蒸馏水等体积混合。
- 7、10%氨水：量取 40mL 浓氨水，加水稀释至 100mL。

四、实验步骤

1、0.01mol·L⁻¹EDTA 溶液的配制

称取乙二胺四乙酸二钠盐（Na₂H₂Y·2H₂O）4g，溶于 300~400 mL 温水中，加热使之溶解，后稀释至 1L，冷却后摇匀，如混浊应过滤后使用。置于玻璃瓶中，避免与橡皮塞、橡皮管接触。贴上标签。（每个小组用量可以减半，或两组共用 1 瓶）

2、锌标准溶液的配制

准确称取约 0.2g 于 800°C 灼烧至恒量的基准 ZnO，置于小烧杯中，用少量的水润湿，加入 2mL 盐酸（1+1）溶解，溶解后移入 250mL 容量瓶，加水稀释至刻度，混匀。

3、EDTA 溶液浓度的标定

准确吸取 30.00~35.00mL 锌标准溶液于 250mL 锥形瓶中，加入 70mL 水，用 10% 氨水中和至 pH 为 7~8，再加 10mL 氨水-氯化铵缓冲液（pH=10）及 5 滴铬黑 T 指示剂，用配好的 EDTA 溶液滴定至溶液自紫色转变为纯蓝色。记下所消耗的 EDTA 溶液的体积，根据消耗的 EDTA 溶液的体积，计算其浓度。平行测定四次，同时做空白试验。

五、数据记录和处理

1、0.01 mol·L⁻¹ EDTA 标准溶液浓度的标定数据记录及结果计算

测定次数		1	2	3	4
称取基准物质氧化锌的质量/g	m_1				
	m_2				
	$m(\text{ZnO}) = m_1 - m_2$				
滴定消耗 EDTA 滴定液的体积 /mL	$V(\text{始})$				
	$V(\text{末})$				
	$V(\text{EDTA}) = V(\text{末}) - V(\text{始})$				
V_0 (空白) /mL					
$c(\text{EDTA})/(\text{mol/L})$		$c_1 =$	$c_2 =$	$c_3 =$	$c_4 =$
$\bar{c}(\text{EDTA})/(\text{mol/L})$					
绝对偏差 $d/(\text{mol/L})$		$d_1 =$	$d_2 =$	$d_3 =$	$d_4 =$
平均偏差 $\bar{d}/(\text{mol/L})$					
相对平均偏差 $R\bar{d} = \frac{\bar{d}}{\bar{c}} \times 100\%$					

2、0.01 mol·L⁻¹ EDTA 标准溶液浓度的标定计算公式

$$c(\text{EDTA}) = \frac{m(\text{ZnO}) \times V(\text{Zn})}{M(\text{ZnO}) \times [V(\text{EDTA}) - V_0] \times 10^{-3} \times 250.0}$$

$$(M_{\text{ZnO}} = 81.38 \text{ g/mol})$$

六、注意事项

- 1、移液管、滴定管、容量瓶、锥形瓶的洗涤方法
- 2、移液管、滴定管的操作手法
- 3、容量瓶的查漏及规范使用
- 4、电子天平的规范使用
- 5、读数、记数、计算结果的有效数字
- 6、配位滴定与酸碱滴定的区别，滴定操作注意滴定速度。
- 7、配位反应的速度较慢(不像酸碱反应能在瞬间完成)，故滴定时加入 EDTA 的速度不能太快。特别是临近终点时，应逐滴加入，并充分振摇。

七、思考题

- 1、用 HCl 溶液溶解 CaCO₃ 基准物质时，操作中应注意什么？

2、配位滴定法与酸碱滴定法相比，有哪些不同？操作中应注意哪些问题？

附：0.05mol·L⁻¹EDTA 滴定液的配制与标定（药典方法）

一、试剂

- a) 稀盐酸：取盐酸 234mL，加水稀释至 1000mL。
- b) 0.025%甲基红的乙醇液：取甲基红 0.025g，加无水乙醇 100mL，即得。
- c) 氨试液：取浓氨水 400mL，加水使成 1000mL。
- d) 氨-氯化铵缓冲液（pH=10.0）：取氯化铵 5.4g，加水 20mL 溶液后，加浓氨水溶液 35mL，再加水稀释至 100mL，即得。
- e) 铬黑 T 指示剂：取 0.1g 铬黑 T，加氯化钠 10g，研磨均匀，即得。

二、步骤

1.配制：称取乙二胺四醋酸二钠盐（Na₂H₂Y·2H₂O）19g，加适量的水使溶解成 1000mL，摇匀。

2.标定：取于 800℃灼烧至恒重的基准氧化锌约 0.12g，精密称定，加稀盐酸 3mL 使溶解，加水 25mL，加 0.025%甲基红的乙醇溶液 1 滴，滴加氨试液至溶液显微黄色，加水 25mL 与氨-氯化氨缓冲液（Ph=10.0）10ml，再加铬黑 T 指示剂少量，用本液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色，并将滴定的结果用空白试验校正。每 1ml 乙二胺四醋酸二钠滴定液（0.05mol/L）相当于 4.069mg 的氧化锌。根据本液的消耗量与氧化锌的取用量，算出本液的浓度，即得。

3.贮藏：置玻璃塞瓶中，避免与橡皮塞、橡皮管等接触。

实验八、柠檬酸钠的测定（3 学时）

一水合柠檬酸钠分子式：C₆H₈O₇ · H₂O

分子量：210.14

5.3 含量

称取 2.5 g 样品,精确至 0.000 1 g。溶于 100 mL 水中,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液呈粉红色,保持 3 min。

一水合柠檬酸的质量分数 w ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{V \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——一水合柠檬酸摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) $[M(\frac{1}{3}\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O})=70.05]$;

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

实验九、硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定 (3 学时)

一、实验目的

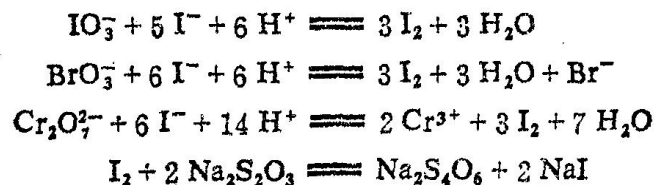
- 1、掌握硫代硫酸钠标准滴定溶液的配制、标定和保存方法。
- 2、掌握以碘酸钾(KIO_3)为基准物间接碘量法标定硫代硫酸钠的基本原理、反应条件、操作方法和计算。
- 3、学会用淀粉指示剂指示滴定终点,会正确使用碘量瓶。

二、实验原理

固体试剂 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 常含有一些杂质,且易风化和潮解,且易受空气和微生物的作用而分解,不能用直接法配制,只能采用间接法配制。

配制 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液时最好采用新煮沸并冷却的蒸馏水(以除去水中的 CO_2 和 O_2 并杀死细菌),加入少量 Na_2CO_3 (使溶液呈碱性以抑制 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的分解和细菌的生长),贮于棕色瓶中,放置几天后再进行标定。当标准溶液配制后亦要妥善保存。

标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液通常是选用 KIO_3 、 KBrO_3 或 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 等氧化剂作为基准物,定量地将 I^- 氧化为 I_2 ,以淀粉作指示剂,再用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定,其反应如下:



根据 KIO_3 、 KBrO_3 或 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液的物质的量浓度和滴定消耗的体积,就可计算出溶液中 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 的浓度。

上述几种基准物中一般使用 KIO_3 和 KBrO_3 较多,因为不会污染环境。本实验采用基准物质 KIO_3 标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定液的浓度。

三、仪器与试剂

(一) 仪器

棕色聚四氟乙烯滴定管或棕色碱式滴定管（50mL）、碘量瓶（250mL 或 500mL）、烧杯（1000mL）、试剂瓶（1000mL）、移液管（25mL）、分析天平。

(二) 试剂

基准试剂碘酸钾（ KIO_3 ）；硫代硫酸钠晶体（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）；碳酸钠固体（ Na_2CO_3 ）。

20%KI 溶液：称取 20gKI，加水溶解后，稀释至 100mL，混匀。

0.5mol·L⁻¹H₂SO₄ 溶液：量取 30mL 浓硫酸，缓缓注入适量水中，冷却至室温后用水稀释至 100mL，混匀。

10g·L⁻¹ 淀粉溶液：1g 可溶性淀粉放入小烧杯中，加纯化水 5mL，使成糊状，在搅拌下倒入 100mL 沸水中，继续微沸 2min，冷却后转移至试剂瓶中，取上层清液使用。

四、实训步骤

方法一：

1、0.1 mol/L Na₂S₂O₃ 标准溶液的配制

在托盘天平上称取 13 克 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 置于 500 mL 烧杯中，加入 200 mL 新煮沸的冷却的蒸馏水，待完全溶解后，加入 0.1g Na_2CO_3 ，然后用新煮沸经冷却的蒸馏水稀释至 500 mL，保存于棕色瓶中，在暗处放置 7-14 天后标定。

500mL烧杯+ 13g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ + 500 mLH₂O $\xrightarrow{\text{摇匀}}$ + 0.1g Na_2CO_3 $\xrightarrow{\text{摇匀}}$ 保存于棕色瓶中，放置一周后进行标定。

2、0.1 mol/L Na₂S₂O₃ 标准溶液的标定

准确称取在 120°C~140°C 干燥至恒重的基准试剂 KIO_3 约 0.9g（准确至±0.0001g），置于 250mL 烧杯中，加入少量蒸馏水溶解后，移入 250mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。

用 25mL 移液管吸取上述 KIO_3 标准溶液 25mL 置于 250mL 碘量瓶或锥形瓶中，加入 20%KI 溶液 5mL 和 0.5 mol·L⁻¹H₂SO₄ 溶液 5mL，用水稀释至 100mL，立即用待标定的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定至淡黄色，再加入 2mL 淀粉指示液，继续用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液滴定至蓝色恰好消失，即为终点。记录实验结果，同时做空白试验。要求做四个平行样品。

五、数据记录与结果计算

1、0.1 mol·L⁻¹ Na₂S₂O₃ 标准溶液浓度的标定数据记录及结果计算

测定次数		1	2	3	4
称取基准物质碘酸钾的质量/g					
吸取 KIO ₃ 溶液的体积/mL		25.00	25.00	25.00	25.00
滴定消耗 Na ₂ S ₂ O ₃ 滴定液的体积/mL	V(始)				
	V(末)				
	V(Na ₂ S ₂ O ₃)=V(末)-V(始)				
V ₀ (空白)/mL					
c(Na ₂ S ₂ O ₃)/(mol/L)		c ₁ =	c ₂ =	c ₃ =	c ₄ =
\bar{c} (Na ₂ S ₂ O ₃)/(mol/L)					
绝对偏差 d/(mol/L)		d ₁ =	d ₂ =	d ₃ =	d ₄ =
平均偏差 \bar{d} /(mol/L)					
相对平均偏差 $R\bar{d} = \frac{\bar{d}}{\bar{c}} \times 100\%$					

2、0.1 mol·L⁻¹ Na₂S₂O₃ 标准溶液浓度的标定计算公式

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{6 \times m(\text{KIO}_3) \times 25.00}{M(\text{KIO}_3) \times 250.0 \times [V(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) - V_0] \times 10^{-3}}$$

(M_{KIO₃} = 214.00 g·mol⁻¹)

六、注意事项

- 1、配制 Na₂S₂O₃ 溶液时，需要用新煮沸（除去 CO₂ 和杀死细菌）并冷却了的蒸馏水，或将 Na₂S₂O₃ 试剂溶于蒸馏水中，煮沸 10min 后冷却，加入少量 Na₂CO₃ 使溶液呈碱性，以抑制细菌生长。
- 2、配好的 Na₂S₂O₃ 溶液贮存于棕色试剂瓶中，放置一至两周后进行标定。硫代硫酸钠标准溶液不宜长期贮存，使用一段时间后要重新标定，如果发现溶液变浑浊或析出硫，应过滤后重新标定，或弃去再重新配制溶液。
- 3、用 Na₂S₂O₃ 滴定生成 I₂ 时应保持溶液呈中性或弱酸性。所以常在滴定前用蒸馏水稀释，降低酸度。用基准物 K₂Cr₂O₇ 标定时，通过稀释，还可以减少 Cr³⁺ 绿色对终点的影响。
- 4、滴定至终点后，经过 5~10min，溶液又会出现蓝色，这是由于空气氧化 I⁻ 所引起的，属正常现象。若滴定到终点后，很快又转变为 I₂—淀粉的蓝色，则可能是由于酸度不足

或放置时间不够使 KBrO_3 或 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 与 KI 的反应未完全，此时应弃去重做。

七、思考题

- 1、在配制 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液时，所用的蒸馏水为何要先煮沸并冷却后才能使用？为什么将溶液煮沸 10min？为什么常加入少量 Na_2CO_3 ？为什么放置两周后标定？
- 2、为什么可以用 KIO_3 作基准物来标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液？为提高准确度，滴定中应注意哪些问题？
- 3、溶液被滴定至淡黄色，说明了什么？为什么在这时才可以加入淀粉指示剂？如果用 I_2 溶液滴定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液时应何时加入淀粉指示剂？

方法二：（备选）

1、0.1 mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制

在托盘天平上称取 13 克 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 置于 500 mL 烧杯中，加入 200 mL 新煮沸的冷却的蒸馏水，待完全溶解后，加入 0.1g Na_2CO_3 ，然后用新煮沸经冷却的蒸馏水稀释至 500 mL，保存于棕色瓶中，在暗处放置 7-14 天后标定。

2、0.1 mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的标定

准确称取在 120°C 干燥至恒重的基准试剂 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 约 0.15g（准确至 $\pm 0.0001\text{g}$ ），置碘量瓶中，加纯化水 50mL，2.0gKI，轻轻振摇使其溶解，再加 3 mol/L H_2SO_4 溶液 10mL，摇匀，密塞，放暗处 5~10min 后，加纯化水 100mL 稀释（并冲洗碘量瓶内壁和瓶塞）。然后用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定至近终点（浅黄绿色）时，加淀粉指示剂 3mL，继续滴至溶液蓝色消失而显示亮绿色。平行测定四份，同时做空白试验。

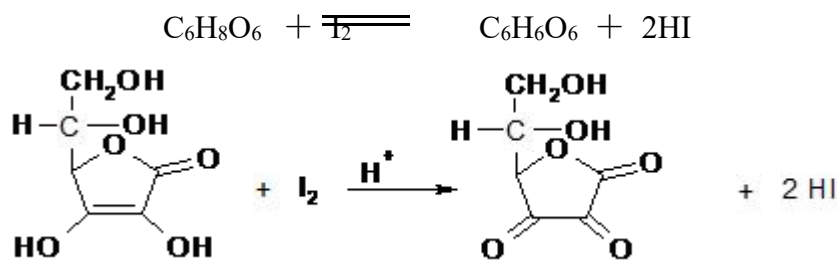
实验十、 维生素 C 含量的测定（3 学时）

一、实验目的

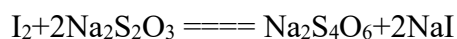
- 1、掌握碘标准溶液的配制和标定方法。
- 2、掌握直接碘量法测定维生素 C 的原理和方法。

二、实验原理

抗坏血酸又称维生素 C（Vc），分子式为 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ ，Vc 具有还原性，可被 I_2 定量氧化，因此可用 I_2 标准溶液直接滴定。其滴定反应式为：



过量的碘用硫代硫酸钠标准液滴定。



用直接碘量法可测定药片、注射液、饮料、蔬菜、水果等中的 Vc 含量。

由于 Vc 的还原性很强，在空气中极易被氧化，尤其是在碱性介质中，这种氧化作用更强，因此滴定易在酸性介质中进行，以减少副反应的发生。考虑到 I⁻ 在强酸性溶液中也易被氧化，故一般选在 pH=3~4 的弱酸性溶液中进行。

三、仪器与试剂

(一) 仪器：

电子天平：（感量：0.0001g）、棕色酸式滴定管、碘量瓶、称量瓶等。

(二) 试剂：

1、0.05mol·L⁻¹I₂ 溶液：称取 13.5gI₂，加 36gKI、50mL 水，溶解后加入 3 滴盐酸及适量稀释至 1000mL，用垂融漏斗过滤，置于阴凉处密封、避光保存。

2、0.1mol·L⁻¹Na₂S₂O₃ 标准溶液：配制与标定见**实验九**。

3、0.2%淀粉溶液：称取 0.5g 可溶性淀粉，用少量水搅匀，加入 100mL 沸水，搅匀。若需放置，可加少量 HgI₂ 或 H₃BO₃ 作防腐剂。

4、2mol·L⁻¹ 醋酸溶液。

5、维生素 C 药片。

四、实验步骤

1、0.05mol/L I₂ 溶液浓度的标定

准确量取 35~40mL(V₃)I₂ 溶液，置于碘量瓶中，加水 150mL 水，用 0.1 mol/L Na₂S₂O₃ 标准溶液滴定，临近终点时加 2mL0.2%淀粉指示剂，继续滴加至蓝色溶液消失，30s 内不退色即为终点，消耗 Na₂S₂O₃ 标准溶液的体积记为 V₁。平行测定三份，记录实验数据，并计算 I₂ 溶液的浓度。

同时做水消耗碘的空白实验：取 20mL 水，加 0.2mL (V₄) 配制好的碘溶液及 2mL

淀粉指示剂，用 $0.1 \text{ mol/L Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液滴定至蓝色消失，消耗 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的体积记为 V_2 。

2、维生素 C 含量的测定

准确称取约 0.2g 研磨碎的维生素 C 药片，置于 250mL 锥形瓶中，加入 100mL 新煮沸过并冷却的蒸馏水， $10\text{mL } 2\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HAc}$ 溶液和 $5\text{mL } 0.2\%$ 淀粉溶液，立即用 I_2 标准溶液滴定至出现稳定的浅蓝色，且在 30s 内不退色即为终点，记下消耗的 I_2 溶液体积。平行滴定三份，计算试样中抗坏血酸的质量分数。

五、数据记录与结果计算

1、数据记录与结果计算

表 1 I_2 溶液浓度的标定

测定次数		I	II	III
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的浓度/ $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$				
量取 I_2 溶液的体积 $V_3(\text{mL})$				
滴定 I_2 溶液消耗的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的体积 $V_1(\text{mL})$	V (始)			
	V (末)			
	$V_1(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=V(\text{末})-V(\text{始})$			
空白试验中加入 I_2 溶液的体积 $V_3(\text{mL})$				
空白试验消耗的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的体积 $V_2(\text{mL})$	V (始)			
	V (末)			
	$V_2(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=V(\text{末})-V(\text{始})$			
$c(\text{I}_2)/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$				
$\bar{c}(\text{I}_2)/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$				
绝对偏差 $d/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$				
平均偏差 $\bar{d}/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$				
相对平均偏差/%				

表 2 维生素 C 含量的测定

测定次数	I	II	III
I_2 溶液的平均浓度/ $\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$			
称取维生素 C 样品粉末的质量 $m(\text{g})$			

滴定消耗 I ₂ 溶液的体积 V(mL)	V (始)			
	V (末)			
	V(I ₂)=V (末) -V (始)			
维生素 C 的质量分数/%				
维生素 C 的平均质量分数/%				

2、结果计算公式

$$(1) C_{(I_2)} = \frac{C_{(Na_2S_2O_3)} \times (V_1 - V_2)}{2 \times (V_3 - V_4)}$$

$$(2) \text{维生素 C 的质量分数 } W = \frac{C(I_2) \times V(I_2) \times M_{\text{维生素}}}{m \times 1000} \times 100\%$$

六、注意事项

- 1、碘在水中几乎不溶，且有挥发性，所以配制时加入 KI，生成 KI₃ 络合物，以助其溶解，并可以降低碘的挥发性。
- 2、由于滴定时反应速度较慢，应徐徐滴加，猛烈振摇直至溶液呈持久的蓝色终点为止。
- 3、碘液具有挥发性和腐蚀性，应贮存于具有玻塞的棕色（或用黑布包裹）玻瓶中，避免与软木塞或橡皮塞等有机物接触；并应配制后放置一周再行标定，使其浓度保持稳定。
- 4、因碘能与橡胶发生反应，因此不能装在碱式滴定管中。
- 5、配制淀粉指示液时的加热时间不宜过长，并应快速冷却，以免降低其灵敏度；所配制的淀粉指示液遇碘应显纯蓝色，如显红色，即不宜使用；此指示液应临时配制。

七、思考题

- 1、溶解 I₂ 时，加入过量 KI 的作用是什么？
- 2、溶解维生素 C 固体试样时，为何要加入新煮沸并冷却的蒸馏水？
- 3、测定维生素 C 时，为何要在 HAc 介质中进行？
- 4、碘量法的误差来源有哪些？应采取哪些措施减小误差？

实验十一、自来水总硬度的测定（3 学时）

一、实验目的

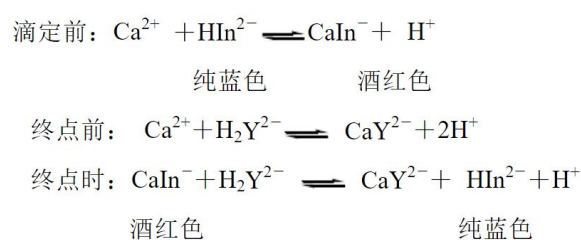
- 1、掌握 EDTA 标准溶液的配制和标定方法。
- 2、熟悉配位滴定的特点，掌握金属指示剂终点判断。

3、掌握钙、镁测定的原理、方法和计算。

二、实验原理

水的总硬度是指水中钙和镁离子的总含量。我国“生活饮用水卫生标准”规定总硬度（以碳酸钙计）不得超过 450mg/L。除了对饮用水的总硬度有一定的要求之外，各种工业用水对水总硬度也有不同的要求。因此，测定水的总硬度有很重要的实际意义。

测定水的总硬度，一般采用配位滴定法即在 pH=10 的氨缓冲溶液中，以铬黑 T 作为指示剂，用 EDTA 标准溶液直接滴定水中的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} ，直至溶液由紫色转变为纯蓝色，即为终点。（滴定时， Fe^{3+} 、 Al^{3+} 等干扰离子用三乙醇胺掩蔽， Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 等重金属离子可用 KCN、 Na_2S 或巯基乙酸掩蔽。）



三、仪器与试剂

（一）仪器

酸式滴定管（50mL）、容量瓶（250mL）、烧杯（1000mL）、试剂瓶（1000mL）、锥形瓶（250mL）、移液管（25mL）、析天平或电子天平。

（二）试剂

- 1、稀盐酸：取盐酸 234mL，加水稀释至 1000mL。
- 2、0.025%甲基红的乙醇液：取甲基红 0.025g，加无水乙醇 100mL，即得。
- 3、氨试液：取浓氨水 400mL，加水使成 1000mL。
- 4、氨-氯化铵缓冲液（pH10.0）：取氯化铵 5.4g，加水 20mL 溶液后，加浓氨溶液 35mL，再加水稀释至 100mL，即得。
- 5、铬黑 T 指示剂：取铬黑 T 0.1g，加氯化钠 10g，研磨均匀，即得。
- 6、氢氧化钠试液：氢氧化钠 4.3g，加水溶解成 100mL。
- 7、钙指示剂：取钙紫红素 0.1g，无水硫酸钠 10g，研磨均匀。

四、操作步骤

（一）EDTA 滴定液的配制和标定

- 1、0.05mol/L EDTA 标准溶液的配制

称取 EDTA 二钠盐 19g, 加水适量使溶解, 加水至 1000mL (浓度约为 0.05 mol/L), 摇匀待标定。

2、0.05mol/L EDTA 标准溶液的标定

取于 800°C 灼烧至恒重的基准氧化锌 0.15g, 精密称定, 置于锥形瓶中, 加稀盐酸 3mL 使溶解, 加水 25mL, 加 0.025% 甲基红的乙醇溶液 1 滴, 滴加氨试液至溶液显微黄色, 加水 25mL、氨-氯化铵缓冲液 (pH=10.0) 10mL, 再加铬黑 T 指示剂少量 (约 0.2g), 用 EDTA 滴定液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色, 并将滴定的结果用空白试验校正, 平行测定 3 次取平均值。

(二) 水样硬度的测定

取 50mL 水样加入 250mL 锥形瓶中, 加 1 滴浓 HCl 酸化水样。煮沸数分钟, 除去 CO₂。冷却后, 加入 5mL NH₃-NH₄Cl 缓冲溶液, 加入少量铬黑 T 指示剂 (约 0.2g), 用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色即为终点。平行操作三次取平均值, 水的硬度以水中 Ca²⁺、Mg²⁺ 总量换算 CaCO₃ 含量的方法表示, 单位为 mg/L。

五、数据记录与结果计算

1、0.05 mol·L⁻¹ EDTA 滴定液浓度的标定数据记录及结果计算

测定次数		1	2	3
称取基准物质氧化锌的质量/g	m_1			
	m_2			
	$m(\text{ZnO}) = m_1 - m_2$			
滴定消耗 EDTA 滴定液的体积 /mL	$V(\text{始})$			
	$V(\text{末})$			
	$V(\text{EDTA}) = V(\text{末}) - V(\text{始})$			
V_0 (空白) /mL				
$c(\text{EDTA}) / (\text{mol/L})$		$c_1 =$	$c_2 =$	$c_3 =$
$\bar{C}(\text{EDTA}) / (\text{mol/L})$				
绝对偏差 $d / (\text{g/mL})$				
平均偏差 $\bar{d} / (\text{g/mL})$				
相对平均偏差 $R\bar{d} = \frac{\bar{d}}{\bar{\rho}} \times 100\%$				

2、0.05 mol·L⁻¹ EDTA 标准溶液浓度的标定计算公式

$$c(EDTA) = \frac{m(ZnO)}{M(ZnO) \times [V(EDTA) - V_0] \times 10^{-3}}$$

$$(M_{ZnO} = 81.38g/mol)$$

3、水样硬度测定的数据记录及结果计算

测定次数		I	II	III
吸取水样的体积 (mL)		50.00	50.00	50.00
测定水样消耗 EDTA 溶液的体积 (mL)	V(始)			
	V(末)			
	V(EDTA)=V(末)-V(始)			
水样硬度 (mg/L)				
水样硬度的平均值 (mg/L)				
极差/ (mg/L)				
相对极差/%				

4、水样硬度计算公式

$$\text{水总硬度} = \frac{(CV)_{EDTA} M_{CaCO_3}}{\text{水样}(ml)} \times 10^3 (\text{单位: } mg/L)$$

$$(M_{CaCO_3} = 1000g/mol)$$

六、注意事项

- 1、铬黑 T 在水或醇溶液中不稳定，因此采用铬黑 T-氯化物固体指示剂。
- 2、标定时加入氨-氯化铵缓冲液后，溶液的 pH 值需在 10 左右，由于络合反应速度不如离子反应快，因此应缓缓滴定并振摇，近终点时更应如此，防止终点滴过。
- 3、贮藏：置玻璃塞瓶中，避免与橡皮塞、橡皮管等接触。

七、思考题

- 1、为什么要做空白实验？
- 2、标定 EDTA 标准溶液时，已用氨试液将溶液调为碱性，为什么还要加 $NH_3 \cdot H_2O - NH_4Cl$ 缓冲液？

实验十二、食盐中氯离子的含量测定 (3 学时)

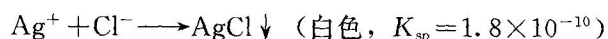
一、实验目的

- 1、学习 $AgNO_3$ 溶液的配制和标定。

- 2、掌握莫尔法测定氯离子含量的基本原理、反应条件、操作方法和计算。
- 3、学会以 K_2CrO_4 为指示剂判断滴定终点的方法。

二、实验原理

在中性或弱碱性溶液中，用 $AgNO_3$ 溶液滴定样品中的氯离子，以 K_2CrO_4 作为指示剂，其反应如下：



达到化学计量点时，微过量的 Ag^+ 与 CrO_4^{2-} 反应析出砖红色 Ag_2CrO_4 沉淀，指示滴定终点。

三、仪器与试剂

(一) 仪器：

分析天平、称量瓶、棕色酸式滴定管、移液管、锥形瓶、量筒等。

(二) 试剂：

1、 $AgNO_3$ 固体 (AR)

2、NaCl 固体

3、 K_2CrO_4 指示液 (50g/L，即 5%)：称取 5g K_2CrO_4 溶于少量水中，滴加 $AgNO_3$ 溶液至红色不褪，混匀。放置过夜后过滤，将滤液稀释至 100mL。

四、实训步骤

1、0.1mol/L $AgNO_3$ 溶液的标定

称取 17.5g $AgNO_3$ 加入适量的蒸馏水溶解，并稀释至 1000mL，贮存于棕色试剂瓶中，摇匀，贴上标签，置于暗处，待标定。

准确称取 0.15-0.2g NaCl 基准物于锥形瓶中，用 50mL 蒸馏水溶解，加入 1mL K_2CrO_4 溶液，不断搅动，用 $AgNO_3$ 溶液滴定至砖红色即为终点。记录消耗 $AgNO_3$ 溶液的体积。平行滴定三次。计算 $AgNO_3$ 溶液浓度。

2、食盐中氯含量的测定

准确称取氯化物试样若干克 1.4-1.5g (控制其量的 1/10，需消耗 0.1mol/L $AgNO_3$ 20—30mL) 置于烧杯中，加水溶解后，定量地转移到 250 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

准确吸取 25 mL 氯化物试液于 250 mL 锥形瓶中，加入 25 mL 蒸馏水，1mL K_2CrO_4 指示液，在不断摇动下，用 $AgNO_3$ 标准溶液滴定至溶液呈砖红色，即为终点。平行滴

定三次。

根据 AgNO_3 标准溶液浓度及耗用体积计算样品中的氯含量。

五、数据记录与结果计算

1、数据记录及结果

表 1 0.1mol/L AgNO_3 溶液的标定

测定次数		I	II	III
减量法称取基准物 质氯化钠的质量/g	m_1			
	m_2			
	$m(\text{NaCl}) = m_1 - m_2$			
滴定消耗 AgNO_3 滴定液的体积/mL	V (始)			
	V (末)			
	$V(\text{AgNO}_3) = V(\text{末}) - V(\text{始})$			
V_0 (空白) /mL				
$c(\text{AgNO}_3)/(\text{mol/L})$				
$\bar{c}(\text{AgNO}_3)/(\text{mol/L})$				
绝对偏差 $d/(\text{mol/L})$				
平均偏差 $\bar{d}/(\text{mol/L})$				
相对平均偏差/%				

表 2 食盐中氯含量的测定

测定次数		I	II	III
称取食盐的质量 m/g				
移取食盐溶液的体积 V/mL				
AgNO_3 滴定液的平均浓度/mol/L				
滴定消耗 AgNO_3 滴定液的体积/mL	V (始)			
	V (末)			
	$V(\text{AgNO}_3) = V(\text{末}) - V(\text{始})$			
食盐中 Cl 的质量分数/%				
食盐中 Cl 的质量分数的平均值/%				

2、结果计算公式

(1) AgNO_3 标准溶液浓度的计算:

$$C(\text{AgNO}_3) = \frac{m_{(\text{NaCl})}}{[V(\text{AgNO}_3) - V_0] \times M_{(\text{NaCl})} \times 10^{-3}}$$

(2) 食盐中 Cl⁻浓度的计算:

$$C(\text{Cl}^-) = \frac{C_{(\text{AgNO}_3)} \times V_{(\text{AgNO}_3)}}{V_{(\text{Cl}^-)}}$$

(3) 食盐中 Cl⁻的质量分数:

$$W(\text{Cl}^-) = \frac{C(\text{Cl}^-) \times 250 \times 10^{-3} \times M(\text{Cl}^-)}{m_{\text{食盐}}} \times 100\%$$

六、注意事项

- 1、AgNO₃ 试剂及其溶液具有腐蚀性，破坏皮肤组织，注意切勿接触皮肤及衣服。
- 2、实验完毕后，盛装 AgNO₃ 溶液的滴定管应先用蒸馏水洗涤 2~3 次后，再用自来水洗净，以免 AgCl 沉淀残留于滴定管内壁。

七、思考题

- 1、AgNO₃ 标准溶液应装在酸式滴定管还是碱式滴定管中，为什么？滴定过程中为什么要充分摇动溶液？
- 2、根据 AgCl 及 Ag₂CrO₄ 的溶度积，试比较两者的溶解度。

