

# 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： 谢晓龙

专业班级： 分析检验技术 241、242、241（三加）

授课学期： 2025-2026 学年第二学期

揭阳职业技术学院化工系

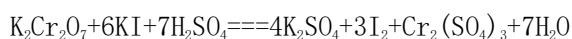
2026 年 3 月

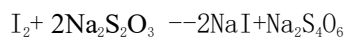
课程名称	化学分析综合实训	
教材名称	标准等资料	
授课题目	项目一标准溶液标定	
授课学时	2节 ( ) ; 3节 ( ) ; 其它 (√ )	
课 型	理论 ( ) ; 实验 ( ) ; 见习 ( ) ; 实训 (√ ) ; 其它 ( )	
教学目的	1. 使学生理解 0.1mol/L 硫代硫酸酸钠标准滴定溶液的测定原理 2. 使学生逐步认识化工产品品质检验企业工作要求; 工业产品品质检验工作过程和工作任务 3. <b>思政育人:</b> 树立干一行、爱一行, 专一行, 技能宝贵、劳动光荣、创造伟大的思想, 崇尚立志走技能成才、技术致富、技能报国之路, 掌握关键技能, 品悟工匠精神。	
教学重点	1. 0.1mol/L 硫代硫酸酸钠标准滴定溶液的测定原理 2. 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. GB/T601-2002 标准测定的有关步骤解读 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 15' 2. 解读《GB/T601-2002》中测定步骤 25' 3. 实验注意事项 5' 4. 评价方案并确定方案 30'	
思 考 题	问题一: 为什么要加无水碳酸钠?	
作 业	修改完善任务一测定的方案设计, 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。	

项目一  
任务 1

一、方法提要:

氧化还原滴定法。





关系： $K_2Cr_2O_7 \sim Na_2S_2O_3$

### 三、实验步骤

#### 1. 配制

(1) 称取五水硫代硫酸钠 ( $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ) (或 16g 无水硫代硫酸钠), 加无水碳酸钠, 溶于 1000mL 水中, 缓缓煮沸 10min, 冷却, 放置两周后过滤。(配制时用量减半)

#### 2. 标定

(1) 称取于  $120^\circ C \pm 2^\circ C$  干燥至恒重的工作基准试剂重铬酸钾, 置于碘量瓶中, 溶于 25mL 水,

(2) 加碘化钾及硫酸溶液 (20%), 摇匀, 于暗处放置 10min。

(3) 加 150mL 水 ( $15^\circ C - 20^\circ C$ ), 用配制好的硫代硫酸钠溶液滴定, 近终点时加淀粉指示液 (10g/L), 继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色。

(4) 同时做空白试验 (不加重铬酸钾其他步骤一样)。

### 四、试剂及仪器

#### 1. 试剂

名称	规格	配制方法
$Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$	分析纯	
无水碳酸钠	分析纯	
重铬酸钾	基准试剂	于 $120^\circ C \pm 2^\circ C$ 干燥至恒重
碘化钾	分析纯	
硫酸溶液	20%	按 GB/T603 配制 (按需配制)
淀粉指示液	10g/L	按 GB/T603 配制 (按需配制)

#### 2. 仪器

名称	规格	名称	规格	名称	规格
电子天平 (公用)	0.1mg	称量纸、药勺 (公用)		称量瓶 (配称量手套或纸条)	高型
干燥器 (公用)					
碘量瓶 (带塞子)	300 mL (4个/组)	酸碱两用滴定管	50mL	电炉 (石棉网)	
真空抽滤机、布氏漏斗、滤纸、滤瓶		量筒	50mL	烧杯	500mL

### 五、计算公式:

$$c(Na_2S_2O_3) = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2)M}$$

式中：

$m$ ——重铬酸钾的质量的准确数值，单位为克(g)；

$V_1$ ——硫代硫酸钠溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

$V_2$ ——空白试验硫代硫酸钠溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

$M$ ——重铬酸钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) [ $M(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7) = 49.031$ ]。

七、实训思考题：(任选其中 2 个回答)

问题一：为什么要加无水碳酸钠？

答：由于硫代硫酸钠在酸性溶液中会迅速分解，加无水碳酸钠使溶液呈弱碱性，并起杀菌抑菌作用，保持溶液稳定。

八、实训总结：

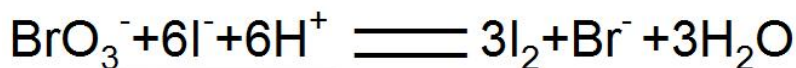
(请根据方案设计、实训的过程及结果进行总结。)

项目一

任务 2

一、 检测目的：检测市售冷烫液定型剂中溴酸钠的含量

二、 方法提要：



化学计量关系： $6\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \sim 3\text{I}_2 \sim \text{BrO}_3^-$

根据标准，冷烫液中溴酸钠含量应 $\geq 0.0700\text{g/mL}$

三、 实验步骤：

a)用移液管吸取定型剂于 100mL 容量瓶中用去离子水稀释至刻度；

b)再用移液管吸取于 300mL 碘量瓶中，加入去离子水 40mL、碘化钾及稀硫酸，盖好瓶盖于冷暗处放置 5min。

c)先用 0.01 mol/L 硫代硫酸钠滴定至淡黄色，再加入淀粉指示剂 3mL，继续用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠滴定至无色，做三次平行并做空白试验。

实验注意事项：

1.10.00mL 的移液管（或吸量管）与 100.0mL 容量瓶需要先做相对校正

2.加入稀  $\text{H}_2\text{SO}_4$  时，加入速度要快，并立即盖好瓶盖，最好加以水封，防止  $\text{I}_2$  挥发。

3.淀粉指示剂应该在快到终点（淡黄色）时才加入，不能马上加入。

4.空白试验 10mL 样品用蒸馏水取代，其他一样。

四、 试剂与仪器

1. 试剂

名称	规格	配制方法
市售冷烫液 定型剂	乳状液体	
碘化钾	分析纯	
稀硫酸	1: 10	10mLH <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 注入到 100mL 水中
硫代硫酸钠 标准溶液	0.1mol/L	按 GB/T601 配制及标定（由实验室配制）
淀粉指示剂	10g/L	GB/T603 配制

## 2. 仪器

名称	规格	名称	规格	名称	规格
移液管	10mL	容量瓶（3-4 个/ 组）	100mL	碘量瓶（带塞 子）（3-4 个/组）	250mL 以上
量筒	50mL\10mL	电子天平（公 用）	0.1mg	酸碱两用滴定 管	50mL
万用电炉（石棉网）		烧杯	100mL		

## 五、计算公式：

$$X_4 = c(V_A - V_B) \times 0.02515$$

式中：c——硫代硫酸钠标准溶液的实际浓度，mol/L， $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L}$  即每升含硫代硫酸钠  $0.1 \times 158.1\text{g}$ ，基本单元是硫代硫酸钠分子；

$V_A$ ——试样所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，mL；

$V_B$ ——空白所消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，mL；

0.02515——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{mol/L}$ ] 相当的溴酸钠的质量，g。

## 七、实训思考题：(任选其中 2 个回答)

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？

答：需要做相对校正，因为不经相对校正的管和瓶，用移液管移出一管并非容量瓶瓶内体积的 1/10，不经校正，会使测定结果不准确。因此需先做相对校正。

做法如下：事先将容量瓶洗净晾干，用 10.00mL 移液管移取 10 次蒸馏水放入容量瓶中。放入时，注意不要沾湿瓶颈。观察容量瓶液面与刻度以新标记号作容量瓶的标线，以减少误差。无需测量水温。

## 八、实训总结：

（请根据方案设计、实训的过程及结果进行总结。）

课程名称	化学分析综合实训
------	----------

教材名称	国家标准等资料	
授课题目	项目二标准溶液标定	
授课学时	2节 ( ) ; 3节 ( ) ; 其它 ( <input checked="" type="checkbox"/> )	
课 型	理论 ( ) ; 实验 ( ) ; 见习 ( ) ; 实训 ( <input checked="" type="checkbox"/> ) ; 其它 ( )	
教学目的	1. 使学生理解测定原理 2. 使学生理解含量测定的有关步骤 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 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。 <b>5. 思政育人:</b> 树立干一行、爱一行, 专一行, 技能宝贵、劳动光荣、创造伟大的思想, 崇尚立志走技能成才、技术致富、技能报国之路, 掌握关键技能, 品悟工匠精神。	
教学重点	1. 测定原理 2. 理解标准测定的有关步骤 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. 使学生理解有关步骤 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 ( <input checked="" type="checkbox"/> ); 讨论 ( <input checked="" type="checkbox"/> ); 指导 ( <input checked="" type="checkbox"/> ); 示教 ( ) ; 其它 ( 任务、引导式教学 )	
电子教案	有 ( <input checked="" type="checkbox"/> )	Microsoft PowerPoint ( <input checked="" type="checkbox"/> ); Author ware ( ) ; 其它 ( )
	无 ( )	
教学资源	多媒体 ( <input checked="" type="checkbox"/> ); 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 15' 2. 采用引导性问题解读测定步骤 25' 3. 实验注意事项及布置课后思考题 5' 4. 学生按参考模板进行测定方案设计 60' 5. 评价方案并确定方案 30'	
思考题	所有试剂如何制备?	
作 业	修改完善项目二测定的方案设计, 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。无需标定。做四个平行加一个空白, 实验后同时做数据处理。	

## 1. 目的:



序号	药品名称	规格	配制方法
1	ZnO	基准	将工作基准试剂氧化锌置于坩埚干燥器内保存备用。
2	EDTA 二钠	AR	——
3	铬黑 T	5g/L	称取 0.5g 铬黑 T 和 2g 盐酸羟胺，溶于稀释至 100mL。临用前制备。
4	乙醇	95%	——
5	HCl	20%	量取 504mL 盐酸，稀释至 1000mL。
6	氨水	10%	量取 400mL 氨水，稀释至 1000mL。
7	氯化铵	AR	——
8	氨-氯化铵缓冲溶液	pH≈10	称取 54g 氯化铵，溶于水，加 350mL 氨水，稀释至 1000mL。
9	紫脲酸胺	AR	1:00 氯化钠，研磨，储存于棕色试剂瓶中。
10	氯化钠	AR	——
11	样品	化学试剂 硫酸镍	——

### 5.1.2 仪器清单:

序号	名称	规格
1	聚四氟乙烯滴定管	50mL
2	电子天平	万分之一
3	容量瓶	250mL
4	移液管	25mL
5	干燥器	盛放有效硅胶
6	称量瓶	高型
7	锥形瓶	广口、300mL
8	洗耳球	中号
9	其他	铁架台、胶头滴管、温度计、滴定管体积校正表、溶液温度补正表

### 5.2 实施 GB/T 601-2016 关于 EDTA 标准溶液的配制与标定方法

1. 配制：称取约 1g EDTA 二钠于 500mL 烧杯中，加入 500mL 水，加热溶解，冷却，摇匀。
2. 标定：称述溶液于 250mL 的锥形瓶中（不得从容量瓶中直接移取溶液），加 75mL 水，用氨水溶液（1%）调，加 1mL NH<sub>3</sub>-NH<sub>4</sub>Cl 缓冲溶液（pH≈1）及 5 滴铬黑 T（5g/L），用待标定的 EDTA 溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时做空白。

### 5.3 实施镍含量指标的测定

称取硫酸镍固体样品，精确至 0.0001g，加水 70mL，加 10mL NH<sub>3</sub>-NH<sub>4</sub>Cl 缓冲溶液及紫脲酸胺混合指示剂，摇匀，用 EDTA 标准滴定溶液 [c(EDTA)=0.05000mol/L] 滴定至溶液呈蓝紫色。平行 3 次。

### 7. 实训计算公式推导:

(1) EDTA 标准溶液浓度计算公式:

$$c(EDTA) = \frac{m \times \frac{25.00}{250.0} \times 1000}{(V - V_0) \times 81.39} \quad \text{注: } [M(\text{ZnO})=81.39 \text{ g/mol}]$$

式中:

m——氧化锌的重量, g;

V——滴定耗用 EDTA 标准溶液的体积, mL;

V<sub>0</sub>——空白试验时滴定耗用 EDTA 标准溶液的体积, mL;

(2) 样品中镍的质量分数 w(Ni), 以%表示

$$w(\text{Ni}) = \frac{cV \times M(\text{Ni})}{m \times 1000} \times 100\% \quad M(\text{Ni})=58.69 \text{ g/mol}$$

式中:

C——是 EDTA 标准溶液浓度, mol/L;

V——滴定耗用 EDTA 标准溶液的体积, mL;

m——样品称取的重量, g;

课程名称	化学分析综合实训	
教材名称	国家标准等资料	
授课题目	项目三标准溶液标定	
授课学时	2 节 ( ) ; 3 节 ( ) ; 其它 ( √ )	
课 型	理论 ( ) ; 实验 ( ) ; 见习 ( ) ; 实训 ( √ ) ; 其它 ( )	
教学目的	1. 使学生理解测定原理 2. 使学生理解含量测定的有关步骤 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 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。 5. 思政育人: 树立干一行、爱一行, 专一行, 技能宝贵、劳动光荣、创造伟大的思想, 崇尚立志走技能成才、技术致富、技能报国之路, 掌握关键技能, 感悟工匠精神。	
教学重点	1. 测定原理 2. 理解标准测定的有关步骤 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. 使学生理解有关步骤 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 ( )	

<b>教学资源</b>	多媒体 ( √ ); 模型 ( ); 标本 ( ); 实物 ( ); 音像 ( ); 其它 ( )
<b>教学过程 时间安排</b>	1. 引入, 布置与分析检测任务, 讲解检测原理 15' 2. 采用引导性问题解读测定步骤 25' 3. 实验注意事项及布置课后思考题 5' 4. 学生按参考模板进行测定方案设计 60' 5. 评价方案并确定方案 30'
<b>思考题</b>	所有试剂如何制备?
<b>作业</b>	修改完善项目三测定的方案设计, 做好方案实施准备工作。
<b>教学后记</b>	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。无需标定。做四个平行加一个空白, 实验后同时做数据处理。

**1. 目的:****1.1 职业知识与技能:**

掌握 GB/T 4348.1-2013 中氢氧化钠和碳酸钠含量的检测方法;  
掌握 GB/T 601-2016 中盐酸标准溶液的配制与标定方法;  
熟悉 GB/T 603-2002 本项目采用的试剂配制方法;  
掌握正确记录 (或规范改正) 原始数据及数据处理的能力;  
掌握 6S 管理。

**1.2 职业素养:**

培养实事求是、公平公正检验、一丝不苟, 科学严谨, 细心等的职业素养。

**1.3 思政育人:**

树立干一行、爱一行, 专一行, 技能宝贵、劳动光荣、创造伟大的思想, 崇尚立志走技能成才、技术致富、技能报国之路, 掌握关键技能, 品悟工匠精神。

**2. 发布任务、任务分析:**

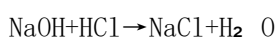
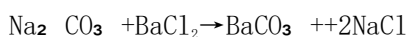
NaOH 是化学实验室其中一种必备的化学品, 亦为常见的化工品之一。强碱, 易溶于水 (溶于水时放热) 并形成碱性溶液 (强腐蚀性), 易吸取空气中的水蒸气 (潮解) 和二氧化碳 (变质)。

碳酸钠用途极广。用于食品加工、药品生产、环境治理、肥皂、生产纸、染料等方面。

任务: 检测样品中氢氧化钠和碳酸钠含量。

**3. 确定检测标准****4. 检测原理 (知识点) 介绍:****(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:

**(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。

## 5 试剂及仪器

### 5.1 按照 GB/T 603-2002 对本项目所需要的实验试剂的制备

名称	规格	配制方法
氢氧化钠	样品(固体)	——
氯化钡二水	100g/L	氯化钡溶液：100 g/L:称 1 用氢氧化钠标准溶液调至微红色。
酚酞指示剂	10g/L	称取 1g 酚酞，溶于乙醇)，用乙醇稀释至 100mL
盐酸标准滴定溶液	1mol/L	量 45mL 浓盐酸，注入 500mL 水中，搅拌均匀。
溴甲酚绿-甲基红指示剂		溴甲酚绿-甲基红混合指示剂：将三份 0.1g/L 溴甲酚绿的乙醇溶液和一份 0.2 g/L 甲基红的醇(95%)，用乙醇(95%)稀释至 100mL。取 30 mL 溶液 I、10mL 溶液 I，混匀。
乙醇	95%	——
氢氧化钠标准溶液	0.1mol/L	称 0.4g 氢氧化钠标准溶液稀释至 100mL
碳酸钠	基准	烧至恒重

## 2. 仪器：

名称	规格	名称	规格	名称	规格
电子天平	万分之一	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	锥形瓶	250 mL 以上
橡胶塞	塞锥形瓶用的	打孔器	用于在橡胶塞上打孔	磁力搅拌器	
酸碱两用滴定管	50mL		量筒	10mL	

## 6. 操作步骤：

### 6.1 实施 GB/T 601-2016 关于 1mol/L 盐酸标准溶液的配制与标定

#### 1 配制

按表 3 的规定量取盐酸，注入 1000mL 水中，摇匀。

按表 4 的规定称取 2g 于 270℃~300℃高温空白试验。

### 6.2 实施 GB/T 4348.1-2013 中氢氧化钠和碳酸钠含量指标的测定

#### 6.1 试样溶液的制备

用称量瓶迅速称取固体氢氧化钠 3g±1g 或液体氢氧化 50g±1g(精确至 0.01 g)，将已称取的样品置于已盛有约 300mL 水的 1000mL 容量瓶中，加水，溶解。冷却至室温，稀释至刻度，摇匀。

#### 6.2 氢氧化钠含量的测定

用单刻度吸量管移取 50mL 试样溶液，注入 250mL 三角瓶中，加入 10mL 氯化钡溶液，加入 2~3 滴酚酞指示液，在磁力搅拌器搅拌下，用盐酸标准滴定溶液滴定至微红色为终点。记下滴定所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积 ( $V_1$ )。

### 6.3 氢氧化钠和碳酸钠含量的测定

用单刻度吸量管移取 50mL 试样溶液，注入 250mL 三角瓶中，加入 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液，在磁力搅拌器搅拌下，用盐酸标准滴定溶液滴定至暗红色为终点。记下滴定所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积 ( $V_2$ )。

### 7. 步骤解答 (问题式引导) :

问 1、为什么采用称量瓶称量样品？高型还是矮型？如何解决转移难题？

问 2、为什么氯化钡溶液需加氢氧化钠标准溶液滴至酚酞指示剂粉红色？0.1mol/L 的氢氧化钠标准溶液是否需要标定？为什么？

### 8. 实训计算公式推导:

8.1 1mol/L 盐酸标准溶液计算公式如下:

$$C_{(HCl)} = \frac{2 \times m / 105.99}{(V - V_0) \times 10^{-3}}$$

8.2 样品测定计算公式如下:

(1) 氢氧化钠含量以氢氧化钠 (NaOH) 质量分数  $w_1$  计，数值以%表示，按式(1)计算:

$$\omega_1 = \frac{(V_1 / 1000) M_1}{50 / 1000} \times 100 = \frac{2V_1 c M_1}{m} \times 100$$

(2) 碳酸钠含量以碳酸钠 ( $Na_2 CO_3$ ) 的质量分数  $w_2$  计，数值以%表示，按式(2)计算:

$$\omega_2 = \frac{(V_2 - V_1) / 1000 c M_2 / 2}{50 / 1000} \times 100 = \frac{(V_2 - V_1) c M_2}{m}$$

式中:

$V_1$  ——测定氢氧化钠含量所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_2$  ——测定氢氧化钠和碳酸钠总量所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$c$  ——盐酸标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)； $m$  ——试样的质量的数值，单位为克 (g)；

$M$ ：——氢氧化钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ( $M_1 = 40.00$ )； $M_2$  ——碳酸钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ( $M_2 = 105.98$ )。

拓展：师生讨论：谈谈从计算公式参数如何做好精密度和准确度？

课程名称	化学分析综合实训
教材名称	国家标准等资料
授课题目	项目四苯酚含量测定
授课学时	2 节 ( )；3 节 ( )；其它 ( <input checked="" type="checkbox"/> )
课 型	理论 ( )；实验 ( )；见习 ( )；实训 ( <input checked="" type="checkbox"/> )；其它 ( )

<b>教学目的</b>	1. 使学生理解化学试剂苯酚含量测定原理 2. 使学生理解 HG/T4367-2012 化学试剂苯酚含量测定的有关步骤 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 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。 <b>4.思政育人：</b> 树立干一行、爱一行，专一行，技能宝贵、劳动光荣、创造伟大的思想，崇尚立志走技能成才、技术致富、技能报国之路，掌握关键技能，品悟工匠精神。
<b>教学重点</b>	1. 化学试剂苯酚含量测定原理 2. 理解 HG/T4367-2012 化学试剂苯酚含量测定的有关步骤 3. 培养学生根据相关国家/行业标准进行方案设计的能力
<b>教学难点</b>	1. 使学生理解 HG/T4367-2012 化学试剂苯酚含量测定的有关步骤 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
<b>教学方法</b>	讲授（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；讨论（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；指导（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；示教（ <input type="checkbox"/> ）；其它（ <input type="checkbox"/> 任务、引导式教学）
<b>电子教案</b>	有（ <input checked="" type="checkbox"/> ） Microsoft PowerPoint（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；Author ware（ <input type="checkbox"/> ）；其它（ <input type="checkbox"/> ）
	无（ <input type="checkbox"/> ）
<b>教学资源</b>	多媒体（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；模型（ <input type="checkbox"/> ）；标本（ <input type="checkbox"/> ）；实物（ <input type="checkbox"/> ）；音像（ <input type="checkbox"/> ）；其它（ <input type="checkbox"/> ）
<b>教学过程 时间安排</b>	1. 引入，布置与分析检测任务，讲解检测原理 15’ 2. 采用引导性问题解读《HG/T 4367- 2012 化学试剂 苯酚》中苯酚测定步骤 25’ 3. 实验注意事项及布置课后思考题 5’ 4. 学生按参考模板进行化学试剂苯酚质量分数测定方案设计 60’ 5. 评价方案并确定方案 30’
<b>思考题</b>	1. 能否直接用溴标准溶液滴定苯酚？ 2. 测定苯酚含量时，为什么不能用 Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 溶液直接滴定 Br <sub>2</sub> ？ 3: 分析测定苯酚含量的主要误差来源有哪些？
<b>作业</b>	修改完善任务四化学试剂苯酚含量测定的方案设计，做好方案实施准备工作。
<b>教学后记</b>	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。无需标定。做四个平行加一个空白，实验后同时做数据处理。

授课内容：

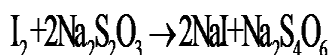
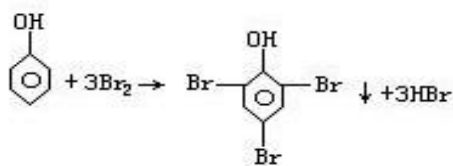
### 一、分析任务：

苯酚又名石炭酸，苯酚是煤焦油的主要成分之一，是许多高分子材料、合成染料、医药、农药等方面的主要原料。曾被广泛地用于消毒，杀菌等方面，但因其毒性大，目前应用较少。苯酚的生产和应用，对环境造成了污染，因此，苯酚是实际应用中常测定的项目之一。

性质：是无色针状结晶，易挥发，有特殊臭味，见光及空气易变为淡红色，有毒、腐蚀性；在水中的溶解度不大（20℃时 100g 水中溶解 8.2g）。

### 二、确定相关检测标准：HG/T4367-2012 化学试剂苯酚

### 三、分析测定原理



1

3

3

6

设:样品苯酚质量  $m'$ (g), 摩尔质量为  $M(94.11\text{g/mol})$ , 则苯酚样品的质量分数  $\omega$  (%) 应为

$$\omega = \frac{1/6(V_1 - V_2) \times c \times M}{m' \times 1000} \times 100$$

( $M=94.11\text{g/mol}$ )

#### 四、解读《HG/T 4367- 2012 化学试剂 苯酚》中苯酚测定步骤

- 称取 0.5g 样品, 精确至 0.0001g, 溶于水, 移入 500mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。量取 25.00mL, 注入碘量瓶中, (问 1?) (问 2?)
- 加 30.00mL 溴标准滴定溶液 [ $c(1/2\text{Br}_2)=0.1\text{mol/L}$ ] (问 3?) (问 4?) 及加 5mL 盐酸 (问 5?), 立即密塞, 振摇 30min, 静置 15min 后, (问 6?) 微开瓶塞, 加 5mL 碘化钾溶液 (200g/L), 立即密塞 (问 7?)。充分振摇后, 加 2mL 三氯甲烷, 摇匀。
- 用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{mol/L}$ ] 滴定, 近终点时, 加 3mL 淀粉指示液 (10g/L), 继续滴定至溶液蓝色消失。(问 8?)
- 同时做空白实验 (问 9?)。

问 1. 在操作步骤: “称取 0.5g 样品, 精确至 0.0001g 移入 500mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。量取 25.00mL 注入碘量瓶中,” 问:

1) 从以上操作步骤可知, 实际上用于分析的样品仅为多少 g?

答: (0.5g/20=0.025g)

2) 能否直接称取 0.025g 样品, 精确至 0.0001g, 溶于水, 移入碘量瓶中?

答: 滴定分析要求相对误差为  $\pm 0.1\%$ , 若称取试样的绝对误差为  $\pm 0.0002\text{g}$ , 则一般至少称取试样

#### 五、实验注意事项:

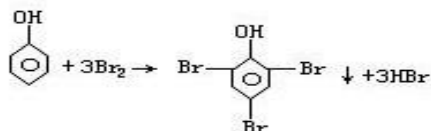
1. 检查碘量瓶密封性
2. 淀粉指示剂应在接近终点时加入, 最好是加入指示剂后再滴入 1-2 滴  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  标液就达终点。
3. 滴定时, 开始滴定速度可较快, 并且不要激烈摇动, 避免或减少  $\text{I}_2$  的挥发及  $\text{I}^-$  被空气氧化, 影响准确度

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<sup>-</sup> 所引起的, 属正常现象。若滴定到终点后, 很快又转变为 I<sub>2</sub> 淀粉的蓝色, 则可能是由于酸度不足或放置时间不够使 KBrO<sub>3</sub> 与 KI 的反应未完全, 此时应弃去重做。

## 六、课后思考题:

1. 能否直接用溴标准溶液滴定苯酚?

答: 由于



不能。因为 Br<sub>2</sub> 水不稳定, 易挥发, 且 Br<sub>2</sub> 与苯酚的反应太慢, 反应不定量。另外, Br<sub>2</sub> 和苯酚易挥发, 影响测定准确度, 并且有毒。

2. 测定苯酚含量时, 为什么不能用 Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 溶液直接滴定 Br<sub>2</sub>?

答:

- 因为 Br<sub>2</sub> 和 I<sub>2</sub> 的氧化能力是不同的, Br<sub>2</sub> 比 I<sub>2</sub> 的氧化能力强得多, 它将 S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> 氧化为 SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, 是不定量的反应, 产物复杂, 所以不能直接用 S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> 滴定析出的 Br<sub>2</sub>,
- 只有和 I<sub>2</sub> 反应的产生是确定的, 因此一定要加 KI, 使它转化形成 I<sub>2</sub> 后, 再用 S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup> 定量滴定。

3. 分析测定苯酚含量的主要误差来源有哪些?

答:

- (1) Br<sub>2</sub>、I<sub>2</sub> 的挥发;
- (2) 空气中的氧化 I<sup>-</sup> 为 I<sub>2</sub>;
- (3) 苯酚的挥发。

## 七、化学试剂苯酚质量分数测定方案设计

(学生按参考模板进行方案设计)

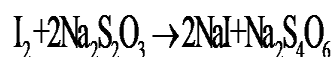
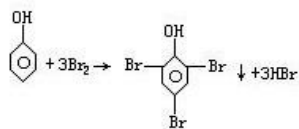
## 八、评价方案并确定方案

### 项目四: 化学试剂苯酚含量测定方案设计 (参考)

一、目标: 检测化学试剂苯酚的质量分数

二、原理

氧化还原滴定法。有关反应方程式:



三、步骤

称取 0.5g 样品, 精确至 0.0001g, 溶于水, 移入 500mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。量取 25.00mL, 注入碘量瓶中, 加 30.00mL 溴标准滴定溶液 [c (I<sub>2</sub>/液) (200g/L)], 立即密塞。充分振摇后, 加 2mL 三

氯甲烷，摇匀。用硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] 滴定，近终点时，加 3mL 淀粉指示液 (10g/L)，继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白实验。

#### 四、试剂及仪器

##### 1. 试剂

名称	浓度	配制方法
苯酚	样品	
溴标准滴定溶液	0.05mol/L	按 GB/T601-2002 4.7 溴标准滴定溶液 $c(\frac{1}{2}\text{Br}_2) = 0.1 \text{ mol/L}$ 4.7.1 配制 称取 3 g 溴酸钾及 25 g 溴化钾，溶于 1 000 mL 水中，摇匀。
盐酸	AR	
碘化钾溶液	200g/L	取 10 克碘化钾，溶于 50 毫升蒸馏水中
三氯甲烷	AR	
硫代硫酸钠标准滴定溶液	0.1mol/L	按 GB/T601-2002 中 4.6 的规定配制
淀粉指示液	10g/L	按 GB/T603-2002 配制

注：未标明要求时，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	称量纸		容量瓶	500mL
移液管	25mL			碘量瓶（带塞子）	250 mL 以上
万用电炉（石棉网）		量筒	10mL	酸碱两用滴定管	50mL

#### 六、计算公式：

苯酚的质量分数  $w$ ，数值以 % 表示，按式 (1) 计算：

$$w = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times (25/500) \times 1000} \times 100$$

式中：

$V_1$ ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_2$ ——样品消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

$M$ ——苯酚摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol)  $[M(\frac{1}{6}\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}) = 15.69]$ ；

$m$ ——样品质量的数值，单位为克 (g)。

#### 七、实训思考题：

问 1. 在操作步骤：“称取 0.5g 样品，精确至 0.0001g 移入 500mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。量取 25.00mL 注入碘量瓶中，”问：

1) 从以上操作步骤可知，实际上用于分析的样品仅为多少 g?

教案编号 5

课程名称	化学分析综合实训	
教材名称	国家标准等资料	
授课题目	项目五标准液标定	
授课学时	2 节 ( ) ; 3 节 ( ) ; 其它 ( <input checked="" type="checkbox"/> )	
课 型	理论 ( ) ; 实验 ( ) ; 见习 ( ) ; 实训 ( <input checked="" type="checkbox"/> ) ; 其它 ( )	
教学目的	1. 使学生理解含量测定原理 2. 使学生理解标准测定的有关步骤 3. 培养学生能根据相进行方案设计的能力 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。 <b>5.思政育人：</b> 树立干一行、爱一行，专一行，技能宝贵、劳动光荣、创造伟大的思想，崇尚立志走技能成才、技术致富、技能报国之路，掌握关键技能，感悟工匠精神。	
教学重点	1. 理解含量测定原理 2. 理解标准测定的有关步骤 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 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 ( <input checked="" type="checkbox"/> ) ; 讨论 ( <input checked="" type="checkbox"/> ) ; 指导 ( <input checked="" type="checkbox"/> ) ; 示教 ( ) ; 其它 ( 任务、引导式教学 )	
电子教案	有 ( <input checked="" type="checkbox"/> )	Microsoft PowerPoint ( <input checked="" type="checkbox"/> ) ; Author ware ( ) ; 其它 ( )
	无 ( )	
教学资源	多媒体 ( <input checked="" type="checkbox"/> ) ; 模型 ( ) ; 标本 ( ) ; 实物 ( ) ; 音像 ( ) ; 其它 ( )	

答：0.5g/20=0.025g

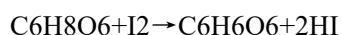
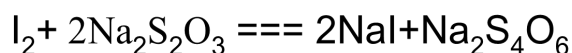
2) 能否直接称取 0.025g 样品，精确至 0.0001g，溶于水，移入碘量瓶中？

答：滴定分析要求相对误差为±0.1%，若称取试样的绝对误差为± 0.0002g，则一般至少称取试样的质量应为 ( 0.2 ) g。若直接称取 0.025g 样品，则<0.2g。因此不能。

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 15' 2. 解读标准中测定步骤 25' 3. 实验注意事项 5' 4. 学生按参考模板进行测定方案设计 60' 5. 评价方案并确定方案 30'
思考题	为何测维生素 C 时要加快速度
作业	修改完善任务三测定的方案设计, 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。

## 项目五

## 一、方法提要:



化学计量关系:  $C_6H_8O_6 \sim I_2 \sim 2Na_2S_2O_3$

## 二、实验步骤:

(一) 0.025mol/L  $I_2$  标准溶液的配制与标定

(1) 配制: 称取 3.25g  $I_2$  及 8.75g  $KI$  溶于 50mL 水中, 稀释至 0.5L, 摇匀, 贮存于棕色瓶中。

(2) 标定: 量取 L 上述碘标准溶液, 置于碘量瓶中, 加 150mL 水, 用已制备好的 0.1mol/L  $Na_2S_2O_3$  标准溶液滴定, 近终点时加 2mL 10g/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。

## (二) 药片检测

## (1) 样品处理:

准确称取 2 片维生素 C 药片, 破碎 (研细、混匀) 后再从中准确称取粉末 0.2g, 置于 250mL 碘量瓶中, 加 45mL 水及 25mL 10% 硫酸溶液, 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 % 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 2 次。

## (三) 水果检测

## (1) 样品处理:

称取适量柚子 (橙子、橘子) 等维 C 丰富的水果, 去皮, 榨汁、混匀, 必要时过滤。

## (2) 测定

迅速分取上述液 25mL, 置于 250mL 碘量瓶中, 加 20mL 水, 加 25mL 10%  $H_2SO_4$  溶液, 摇匀, 立即用碘标准溶液立即滴定, 近终点时, 加粉指示液, 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/L 表示。平行测定 2 次。

#### 四、试剂及仪器

##### 1. 试剂

名称	规格	配制方法
碘	AR	
碘化钾	AR	
Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 标准溶液	0.1mol/L	前面已标定好
维生素 C 药片	样品	
硫酸溶液	10% (质量分数)	按 GB/T603 配制
淀粉指示液 (学)	0.5%	称 加到 90mL 沸腾的水中, 煮沸 1-2min, 冷却, 稀释至 100mL。
柚子或橘子	样品	

##### 2. 仪器

名称	规格	名称	规格	名称	规格
碘量瓶 (带塞子)	250 mL 以上 (5 个/组)	试剂瓶	棕色、0.5L (8 个)	酸碱两用滴定管	50mL
电子天平	0.1mg	称量纸、药勺		量筒	50、10mL
研钵		水果刀		榨汁机	
移液管	25mL	电炉		真空过滤装置 (布氏漏斗)	

#### 五、计算公式:

$$\text{碘标准滴定溶液浓度 } c (\text{mol/L}) = \frac{1/2C \cdot (V - V_0) \cdot 10^{-3}}{35.00 \cdot 10^{-3}}$$

$$\text{药品中维生素 C 含量 (mg/g)} = \frac{C \cdot V \cdot 10^{-3} \cdot 176 \cdot 10^3}{m}$$

$$\text{食品中维生素 C 含量 (mg/L)} = \frac{C \cdot V \cdot 10^{-3} \cdot 176 \cdot 10^3}{25 \cdot 10^{-3}}$$

#### 六、原始数据记录及处理表

课程名称	化学分析综合实训
教材名称	国家标准等资料
授课题目	项目六药品有效成果检测
授课学时	2 节 ( ) ; 3 节 ( ) ; 其它 ( √ )
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 2. 使学生理解标准测定的有关步骤 3. 培养学生能根据相关国标进行方案设计的能力 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。 <b>5.思政育人：</b> 树立干一行、爱一行，专一行，技能宝贵、劳动光荣、创造伟大的思想，崇尚立志走技能成才、技术致富、技能报国之路，掌握关键技能，品悟工匠精神。	
教学重点	1. 理解含量测定原理 2. 理解标准测定的有关步骤 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 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（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；讨论（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；指导（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；示教（ <input type="checkbox"/> ）；其它（ <input type="checkbox"/> 任务、引导式教学）	
电子教案	有（ <input checked="" type="checkbox"/> ）	Microsoft PowerPoint（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；Author ware（ <input type="checkbox"/> ）；其它（ <input type="checkbox"/> ）
	无（ <input type="checkbox"/> ）	
教学资源	多媒体（ <input checked="" type="checkbox"/> ）；模型（ <input type="checkbox"/> ）；标本（ <input type="checkbox"/> ）；实物（ <input type="checkbox"/> ）；音像（ <input type="checkbox"/> ）；其它（ <input type="checkbox"/> ）	
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 15' 2. 解读标准中测定步骤 25' 3. 实验注意事项 5' 4. 学生按参考模进行测定方案设计 60' 5. 评价方案并确定方案 30'	
思考题	请简述实验有关原理	
作业	修改完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。	

## 项目六

### 一、方法提要:

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<sup>2+</sup>的干扰，EDTA 只与，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)  $0Zn^{2+}$ 标准溶液的配制 (需 200mL)

称量范围 854g, 加入盐酸溶液 (20%) 3.6 mL, 容量瓶需做绝对校正。

## (二) 0.005ol/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置于 400mL 烧杯中, 加 2000mL 1:1HCl 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 0.5.0mL 上述试液置于锥形瓶中, 加水至 25mL。氨水溶液至刚出现浑浊, 再滴加 1HCl 溶液至沉淀恰好溶解。

准确加入 0.2.0mLEDTA 溶液, 加入 10mL20%六亚甲基四胺溶液, 煮沸 1min。冷却, 加入 20 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 250mL 上述试液置于 250mL 烧杯中, 滴加至刚出现沉淀, 再滴加 Cl 溶液至沉淀恰好溶解。加入 2g 固体  $NH_4Cl$ ,滴加 2%六亚甲基四胺溶液至沉淀出现并过量 1mL。加热至 800, 维持 1min。

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: 10 三乙醇胺溶液、10mL 缓冲溶液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、试剂与仪器

## 1. 试剂

名称	规格	数量	单位
胃舒平 (样品)	样品	100	片
稀盐酸	1: 1	0.2	L
稀盐酸	20%	0.05	L
氨水	1: 1	0.05	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(如无改为 AR)	1	瓶
氧化锌	基准试剂	1	瓶
六亚甲基四胺	20%	0.5	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	吸耳球	
酸碱两用滴定管	50mL	锥形瓶	250mL 以上	容量瓶(8个)	250mL
容量瓶(16个)	200mL				
加热电炉(石棉网)		电子天平	0.1mg		
称量纸、药勺		抽滤装置(布氏漏斗)		恒温水浴锅	

## 五、计算公式:

$$\text{Al(OH)}_3 \text{ 质量分数} \% = \frac{[C_{\text{EDTA}} * 20 * 10^{-3} - C_{\text{Zn}^{2+}} * V_{\text{Zn}^{2+}} * 10^{-3}] * 78}{5.00/20.0} * 100\%$$

$$\text{MgO 质量分数} \% = \frac{C_{\text{EDTA}} * 10^{-3} * 40.3044}{25.00/20.0} * 100\%$$

## 六、原始数据记录及处理

七、实训思考题: (任选其中 2 个回答)

**问题一: 200.0mL 容量瓶是否需要先做绝对校正? 为什么? 如何做?**

答: 需要做绝对校正, 不经校正, 影响测定结果的准确性, 如有校正则准确度更高。

做法如下: 需测量水温。加水定容量刻度线, 称量加水前后容量瓶质量, 记录。按下式计算体积。

八、实训总结:

(请根据方案设计、实训的过程及结果进行总结。)

课程名称	化学分析综合实训	
教材名称	国家标准等资料	
授课题目	备用项目：液体复合稳定剂钙锌含量的测定	
授课学时	2节 ( )；3节 ( )；其它 (√ )	
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 2. 使学生理解标准测定的有关步骤 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 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。 <b>5. 思政育人：</b> 树立干一行、爱一行，专一行，技能宝贵、劳动光荣、创造伟大的思想，崇尚立志走技能成才、技术致富、技能报国之路，掌握关键技能，品悟工匠精神。	
教学重点	1. 理解含量测定原理 2. 理解标准测定的有关步骤 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 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 15' 2. 解读标准中测定步骤 25' 3. 实验注意事项 5' 4. 学生按参考模板进行测定方案设计 60' 5. 评价方案并确定方案 30'	
思 考 题	请简述实验有关原理	
作 业	修改完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。	

**项目：液体复合稳定剂钙锌含量的测定**

五、 检测目的：化工产品液体复合稳定剂中钙锌含量进行检测

六、 方法提要：

化学计量关系： $H_2Y^{2-} \sim Ca^{2+}$   $H_2Y^{2-} \sim Zn^{2+}$

三、实验步骤：

(一) 样品前处理

称取约样品（精确到 0.0002g），置于 250ml 烧杯中，加入 10mol/L 盐酸溶液 50mL，盖上表面皿，用小火慢慢加热至微沸，并保持微沸分钟，停止加热，冷却至室温，过滤至洗出液呈中性，滤液用  $NH_4OH$  溶液调至近中性，定容至 25mL，摇均，备用。

(二) 钙和锌含量检测

(1) 锌的测定：用移液管准确移 70mL 稀释液，加入约六次甲基四胺，二甲酚橙指示剂），用 EDTA 标准溶液滴到亮黄色为终点。此溶液留作测钙用。平行测定。

(2) 钙的测定：将测锌后的溶液用  $NH_4OH$  溶液调至，再加入氨水—氯化铵缓冲溶液，然后加入少量铬黑 T，用 EDTA 标准溶液滴到蓝绿色为终点。平行测定。

四、试剂及仪器

1. 试剂：1mol/L 盐酸溶液，六次甲基四胺、二甲酚橙指示剂 0.2%、0.04mol/L EDTA、 $NH_4OH$  溶液、铬黑 T、pH1 的缓冲溶液等。

2. 仪器：天平、电炉、滴定管等。

五、计算公式：

1. 锌含量 (X1) 按下式计算：

$$X1 = (V \times 0.065) \div (250) \times 100$$

式中：

X1——锌含量，%；

V——滴定耗用 EDTA 标准溶液的体积，mL；

c——EDTA 标准溶液的实际浓度，mol/L；

m——样品的重量，g。

2. 钙含量 (X2) 按下式计算：

$$X2 = (V \times 0.04) \div (50 \div 250) \times 100$$

式中：

X2——钙含量，%；

V——滴定耗用 EDTA 标准溶液的体积，mL；

c——EDTA 标准溶液的实际浓度，mol/L；

m——样品的重量，g。

六、原始数据记录及处理表

表一 样品锌测定

	1	2	3
--	---	---	---

项目	次数			
样品质量 m (g)				
滴定管读数 (mL)				
滴定消耗 EDTA 标准溶液体积 (mL)				
EDTA 标准溶液浓度 (mol/L)				
样锌含量 (mg/g)				
样品平均含量 (mg/g)				

表二样品测定

项目	次数	1	2	3
样品质量 m (g)				
滴定管读数 (mL)				
滴定消耗 EDTA 标准溶液体积 (mL)				
EDTA 标准溶液浓度 (mol/L)				
样品含量 (mg/g)				
样品钙平均含量 (mg/g)				

八、实训总结：

(请根据方案设计、实训的过程及结果进行总结。)