

实验（实训）项目教案			
实验实训 项目名称	认识分析化学实验	项目编号	
学    时	2	课    型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input type="checkbox"/> 其它 <input checked="" type="checkbox"/>
实验实训 目    标	让学生分析化学实验的安全知识		
实验、实训室 及器材	相关图片、视频		
实验实训内容、操作规程及注意事项			备    注
<p>分析化学实验室安全知识</p> <p>由于分析化学实验室所用的药品多数是有毒、可燃、有腐蚀性或爆炸性的，所用的仪器大部分又是玻璃制品，所以，在分析化学实验室中工作，若粗心大意，就容易发生事故。如割伤、烧伤，乃至火灾、中毒和爆炸等。因此，必须充分认识到化学实验室是潜在危险的场所。然而，只要我们重视安全问题，思想上提高警惕，实验时严格遵守操作规程，加强安全措施，大多数事故是可以避免的。</p> <p>下面介绍化学实验室的安全守则、危险品的使用规则和实验室事</p>			

故的预防和处理。

#### (一) 实验室安全守则

1. 实验开始前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确稳妥，在征求指导教师同意之后，方可进行实验。
2. 实验进行时，不得擅自离开岗位，要经常注意观察反应进行的情况和装置是否漏气、破损等现象。
3. 当进行有可能发生危险的实验时，要根据实验情况采取必要的安全措施，如戴防护眼镜、面罩或橡皮手套等。
4. 使用易燃、易爆药品时，应远离火源。实验试剂不得入口。严禁在实验室内吸烟或吃饮食物。实验结束后要细心洗手。
5. 熟悉安全用具，如灭火器材、砂箱以及急救药箱的放置地点和使用方法，并要妥善爱护。安全用具和急救药箱不准移作它用。

#### (二) 危险药品的使用规则

##### 1. 易燃、易爆和腐蚀性药品的使用规则

- (1) 绝不允许把各种化学药品任意混合，以免发生意外事故。
- (2) 使用氢气时，要严禁烟火，点燃氢气前，必须检验氢气的纯度。进行有大量氢气产生的实验时，应把废气通向室外，并需注意室内的通风。
- (3) 可燃性试剂不能用明火加热，必须用水浴、油浴、沙浴或可调电压的电热套加热。使用和处理可燃性试剂时，必须在没有火源和通风的实验室中进行，试剂用毕要立即盖紧瓶塞。
- (4) 钾、钠和白磷等暴露在空气中易燃烧，所以，钾、钠应保存在煤油（或石蜡油）中，白磷可保存在水中。取用它们时要用镊子。
- (5) 取用酸、碱等腐蚀性试剂时，应特别小心，不要洒出。废酸

应倒入废酸缸中，但不要往废酸缸中倾倒废碱，以免因酸碱中和放出大量的热而发生危险。浓氨水具有强烈的刺激性气味，一旦吸入较多氨气时，可能导致头晕或晕倒。若氨水进入眼内，严重时可能造成失明。所以，在热天取用氨水时，最好先用冷水浸泡氨水瓶，使其降温后再开瓶取用。

(6) 对某些强氧化剂（如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等）或其混合物，不能研磨，否则将引起爆炸；银氨溶液不能留存，因其久置后会生成氮化银而容易爆炸。

## 2. 有毒、有害药品的使用规则

(1) 有毒药品（如铅盐、砷的化合物、汞的化合物、氰化物和重铬酸钾等）不得进入口内或接触伤口，也不得随便倒入下水道。

(2) 金属汞易挥发，并能通过呼吸道而进入体内，会逐渐积累而造成慢性中毒，所以在取用时要特别小心，不得把汞洒落在桌上或地上。一旦洒落，必须尽可能收集起来，并用硫磺粉盖在洒落汞的地方，使汞变成不挥发的硫化汞，然后再除尽。

(3) 制备和使用具有刺激性的、恶臭和有害的气体（如硫化氢、氯气、光气、一氧化碳、二氧化硫等）及加热蒸发浓盐酸、硝酸、硫酸等时，应在通风橱内进行。

(4) 对某些分析溶剂如苯、甲醇、硫酸二甲酯，使用时应特别注意。因为这些分析溶剂均为脂溶性液体，不仅对皮肤及粘膜有刺激性作用，而且对神经系统也有损伤。生物碱大多具有强烈毒性，皮肤亦可吸收，少量即可导致中毒甚至死亡。因此，均需穿上工作服、戴上手套和口罩使用这些试剂。

(5) 必须了解哪些化学药品具有致癌作用。在取用这些药品时应特别小心。

<p>(三) 意外事故的预防和处理</p> <p>1. 意外事故的预防</p> <p>(1) 防火</p> <p>① 在操作易燃溶剂时，应远离火源，切勿将易燃溶剂放在敞口容器内用明火加热或放在密闭容器内加热。</p> <p>② 在进行易燃物质实验时，应先将酒精等易燃物质搬开。</p> <p>③ 蒸馏易燃物质时，装置不能漏气，接受器支管应与橡皮管相连，使余气通往水槽或室外。</p> <p>④ 回流或蒸馏液体时应放沸石，不要用火焰直接加热烧瓶，而应根据液体沸点的高低使用石棉网、油浴、沙浴或水浴。冷凝水要保持畅通。</p> <p>⑤ 切勿将易燃溶剂倒入废液缸中，更不能用敞口容器盛放易燃液体。倾倒易燃液体时应远离火源，最好在通风橱中进行。</p> <p>⑥ 油浴加热时，应绝对避免水滴溅入热油中。</p> <p>⑦ 酒精灯用毕应立即盖灭。避免使用灯颈已经破损的酒精灯。切忌斜持一只酒精灯到另一只酒精灯上去点火。</p> <p>(2) 爆炸的预防</p> <p>① 蒸馏装置必须安装正确。常压操作时，切勿造成密闭体系；减压蒸馏时，要用圆底烧瓶或吸滤瓶作接受器，不可用锥形瓶或圆底烧瓶，否则可能会发生炸裂。</p> <p>② 使用易燃易爆气体如氢气、乙炔等时，要保持室内空气畅通，严禁明火，并应防止一切火星的发生。分析溶剂如乙醚或汽油等的蒸气与空气相混时极为危险，可能会由一个热的表面或者一个火花、电花而引起爆炸，应特别注意。</p> <p>③ 使用乙醚时，必须检验是否有过氧化物存在，如果发现有过</p>	
---	--

氧化物存在，应立即用硫酸亚铁除去过氧化物后才能使用。

④ 对于易爆炸的固体，或遇氧化物会发生猛烈爆炸或燃烧的化合物时，或可能生成有危险性的化合物的实验，都应事先了解其性质、特点及注意事项，操作时应特别小心。

⑤ 开启有挥发性液体的试剂瓶时，应先用冷水冷却，开启时瓶口必须指向无人处，以免由于液体喷溅而导致伤害。当瓶塞不易开启时，必须注意瓶内贮存物质的性质，切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞等。

### (3) 中毒的预防

① 对有毒药品应小心操作，妥为保管，不许乱放。实验中所用的剧毒物质应有专人负责收发，并向使用者指出必须注意遵守的操作规程。对实验后的有毒残渣必须作妥善有效处理，不准乱丢。

② 有些有毒物质会渗入皮肤，因此，使用这些有毒物质时必须穿上工作服，戴上手套，操作后立即洗手，切勿让有毒药品沾及五官或伤口。

③ 在反应过程中可能会产生有毒或有腐蚀性气体的实验应在通风橱内进行，实验过程中，不要把头伸入橱内，使用后的器皿应立即清洗。

### (4) 触电的预防

使用电器时，应防止人体与金属导电部分直接接触，不能用湿的手或手握湿的物体接触电插头。装置或设备的金属外壳等都应连接地线。实验后应先切断电源，再将电器连接总电源的插头拔下。

## 2. 意外事故的处理

(1) 起火。起火时，要立即一面灭火，一面防止火势蔓延(如采取切断电源、移去易燃药品等措施)。灭火要针对起因选用合适

的方法：一般小火可用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物；火势大时可使用泡沫灭火器；电器失火时切勿用水泼救，以免触电；若衣服着火，切勿惊慌乱跑，应赶紧脱下衣服，或用石棉布覆盖着火处，或立即就地打滚，或迅速以大量水扑灭。

(2) 割伤。伤处不能用手抚摸，也不能用水洗涤。应先取出伤口中的玻璃碎片或固体物，用 3% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 洗后涂上紫药水或碘酒，再用绷带扎住。大伤口则应先按紧主血管以防大量出血，急送医务室。

(3) 烫伤。不要用水冲洗烫伤处。烫伤不重时，可涂凡士林、万花油，或者用蘸有酒精的棉花包扎伤处；烫伤较重时，立即用蘸有饱和苦味酸或高锰酸钾溶液的棉花或纱布贴上，送到医务室处理。

(4) 酸或碱灼伤。酸灼伤时，应立即用水冲洗，再用 3% 溶液或肥皂水处理；碱灼伤时，水洗后用 1% 溶液或饱和 H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 溶液洗。

(5) 酸或碱溅入眼内。酸液溅入眼内时，立即用大量自来水冲洗眼睛再用 3% 溶液洗眼；碱液溅入眼内时，先用自来水冲洗眼睛，再用 10% 3% 溶液洗眼。最后均用蒸馏水将余酸或余碱洗净。

(6) 皮肤被溴或苯酚灼伤。应立即用大量分析溶剂如酒精或汽油洗去溴或苯酚，最后在受伤处涂抹甘油。

(7) 吸入刺激性或有毒的气体。吸入 CO 或气体时，可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气使之解毒；吸入 H<sub>2</sub>S 或 气体而感到不适时，应立即到室外呼吸新鲜空气。应注意，CO 或 中毒时可进行人工呼吸， 中毒时不可使用兴奋剂。

(8) 毒物进入口内。将 5-10% 4 溶液加到一杯温水中，内服，然后把手指伸入喉部，促使呕吐，吐出毒物，然后立即送医务室。

<p>(9) 触电。首先切断电源，然后在必要时进行人工呼吸。注意，以免中毒。</p> <p>分析化学实验室安全标准操作规程</p> <p>1 职责</p> <p>1.1 实验室主任对安全全面负责。经常进行安全督察，组织安全检查，负责处理安全事故。</p> <p>1.2 实验员负责水、线路、消防器材的配置和设施安全检查。</p> <p>1.3 各科实验老师负责本科的化学药品、水电气、门窗的安全。</p> <p>1.4 实验员负责试剂、药品，特别是有毒有害，易燃、易爆物质的管理。</p> <p>2. 工作程序</p> <p>2.1 安全操作规范</p> <p>2.1.1 检测人员在工作中要严格按照操作规程，杜绝一切违章操作，发现异常情况立即停止工作，并及时登记报告。</p> <p>2.1.2 禁止用嘴、鼻直接接触试剂。使用易挥发、腐蚀性强、有毒物质必须带防护手套，并在通风橱内进行，中途不许离岗。</p> <p>2.1.3 在进行加热、加压、蒸馏等操作时，操作人员不得随意离开现场，若因故须暂时离开，必须委托他人照看或关闭电源。</p> <p>2.1.4 各种安全设施不许随意拆卸搬动、挪作他用，保证其完好及功能正常。</p> <p>2.1.5 操作人员要熟悉所使用的仪器设备性能和维护知识，熟悉水、电、燃气、气压钢瓶的使用常识及性能，遵守安全使用规则，精心操作。</p> <p>2.2 有毒有害物质的管理</p>	
--	--

<p>2.2.1 化学试剂、药品中凡属易燃易爆，有毒(特别是剧毒物品)、易挥发产生有害气体的均应列为危险物品，严格分类，加强管理，专人负责。</p> <p>2.2.2 建立详细帐目，帐、物、卡相符，专人限量采购，入库检查。</p> <p>2.2.3 危险物品、易燃易爆物品单独存放，有毒物品放入专用加锁铁柜内，注意通风。</p> <p>2.2.4 剧毒物品(氰化物、砷化物等)应执行“双人双锁”保管制度</p> <p>2.2.5 领用时应严格履行登记审批手续，用多少领多少。操作室内不宜大量贮存危险物品，不许存放剧毒试剂。</p> <p>2.3 三废处理</p> <p>2.3.1 在分析过程中产生的废液中多具有腐蚀性和毒性。这类废液直接排放于下水管道将会污染环境，必须统一收集，进行有效的处理后再排放。</p> <p>2.3.2 实验室产生的废液贮存到一定数量后，集中处理。用于回收的废液的容器应分类盛装，禁止混合贮存，以免发生剧烈化学反应而造成事故。</p> <p>2.3.3 沾附有害物质的滤纸、称量纸、药棉等应与生活垃圾分开，单独处理。</p> <p>2.3.4 废液中浓度高的应集中贮存，并由综合管理科交环保部门处理；浓度低的经适当处理达到排放标准即可排出。一切废液(物)不宜存放过长时间。</p> <p>2.3.5 含菌废液消毒后处理。</p> <p>2.4 安全管理</p> <p>2.4.1 安全工作人人有责，应杜绝人身伤亡事故，保证检测工作</p>	
---	--



<p>顺利进行。</p> <p>2.4.2 经常检查安全隐患，防微杜渐，出现问题及时上报，迅速认真整改。</p> <p>2.4.3 配备相应的安全设施和消防器材，并放在具有醒目标志的地方，不得挪动，有关人员应掌握消防器材的正确使用方法。安全员负责定期检查，及时更换过期、失效消防器材。</p> <p>2.4.4 由学校安全员定期检查电路，防止元器件老化、损坏造成事故。移动、检修带电设备应切断电源。电路(线)电器设备故障应由专人检修。</p> <p>2.4.5 各个实验老师负责本室水、电、气、门、窗的安全，各部门负责人对本部门安全负责并经常督促检查。</p> <p>2.4.6 苯并芘检测所用的物质由专人保管，废液集中保管理处置。实验员在操作时应有专门的工作服，并使用一次性用具。禁止穿戴工作服及其它防护用品离开苯并芘实验区。</p> <p>2.4.7 乙炔气、氩气、氮气等高压气体钢瓶存放要符合有关规定的要求。</p> <p>2.4.8 使用电梯者要严格按照电梯使用说明书规定的程序进行操作，严禁把超重、超大的物件带入电梯。注意使用安全。</p> <p>2.4.9 一旦发生事故，应立即采取有效措施，防止事态扩大，抢救伤亡人员，并保护现场，通知有关人员处理事故。</p> <p>2.4.10 事故发生后三日内，由当事人填写事故报告单，报科、站负责人。站长及时主持召开事故分析会，对直接责任者作出处理，并制定相应的整改措施，以防止类似事故发生。</p> <p>2.4.11 重大、大事故发生后应及时向上级主管部门汇报，事后还应提交事故处理专题报告。</p>	
---	--

学生课外学习引导及作业布置		
授课日期	2013 年 9 月 6 日	
课后反思	学生的基础知识还不够，需要进一步加强。	

实验（实训）项目教案

实验实训项目名称	分析化学实验操作规范	项目编号	
学 时	4	课 型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input checked="" type="checkbox"/> 其它 <input type="checkbox"/>

实验实训 目 标	让学生知道实验室操作规范	
实验、实训室 及器材	相关仪器	
实验实训内容、操作规程及注意事项		备 注

## 分析化学实验》操作规范

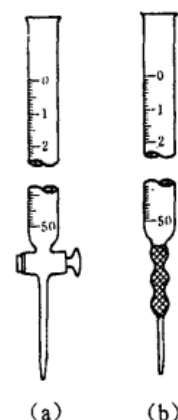
### 一、滴定管及滴定操作

#### 1. 滴定管的分类

普通具塞（酸式）和无塞滴定管（碱式）；三通活塞自动定零位滴定管；侧边自动定零位滴定管；侧边三通活塞自动定零位滴定管等。常用滴定管容量有 1、10、25、50、100。

酸式滴定管用来装非碱性物质的溶液；

碱式滴定管用来装非氧化性的碱性溶液。



#### 2. 滴定管使用前的准备

（1）酸式滴定管，活塞加橡皮圈；碱式滴定管加滴头（橡皮管、玻璃珠及尖嘴玻璃管，橡皮管中的玻璃珠应大小合适）。

（2）试漏：装水至零刻度线，并放置 2 分钟，看是否漏水。对酸式滴定管，看活塞两端是否有水，2 分钟后，旋转活塞 180 度，再看活塞两端是否有水。如果发现漏水，酸式滴定管则应该涂凡士林，碱式滴定管则应换玻璃珠或橡皮管。

（3）洗涤：

①当滴定管没有明显污染时，可直接用自来水冲洗、或用没有损坏的软毛刷沾洗涤剂水溶液刷洗（不可用去污粉）。

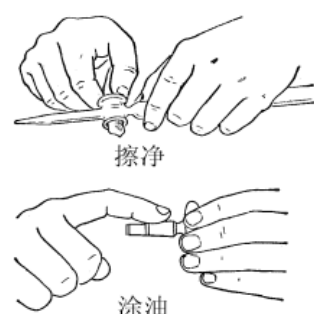
②当用洗涤剂洗不干净时，可用 5~10 铬酸洗液润洗；对酸式滴定管，先关闭活塞，倒入洗液后，一手拿住滴定管上端无刻度部分，另一手拿住活塞下端无刻度部分，边转动边向管口倾斜，使洗液布满全管；反复转动 2~3 次。

对碱式滴定管，先取下尖嘴玻璃管，倒夹于滴定台上并插入盛铬酸洗液的烧杯中，用一手的大拇指和食指挤压玻璃珠上的橡皮管，以形成通道；一手用吸耳球插入橡皮管，以吸取铬酸洗液，使洗液充满全管后松开大拇指和食指，让其浸泡几分钟（注意，铬酸洗液不要与橡皮管接触）。随后，再用大拇指和食指挤压玻璃珠上的橡皮管，使形成通道，将洗液放回原烧杯中。

使用过的洗液回收到原盛洗液的试剂瓶中。沾有残余洗液的滴定管，用少量的自来水洗后，倒入废液缸中。滴定管再用大量自来水冲洗，随后用蒸馏水（每次 5~10）润洗三次即可使用。

（4）酸式滴定管的活塞涂油

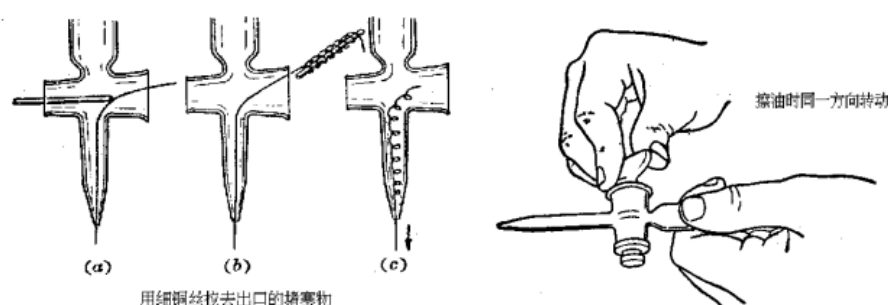
当滴定管活塞转动不灵活、或漏水时，塞应该涂油（凡士林）。先取下活塞上小橡皮圈，取下活塞，用软布或软纸将塞擦拭干净，再用软布或软纸卷成小插入活塞槽，来回擦拭，以使内壁擦拭



活的活卷，干

净。

用手指粘少量凡士林擦在活塞的两头，沿四周各涂一薄层；使活塞孔与滴定管平行并将活塞插入活塞槽中，然后向同一方向转动活塞，直到全部透明为止，并套上小橡皮圈。套橡皮圈时，应该将滴定管放在台面上，一手顶住活塞大头，一手套橡皮圈，以免活塞顶出。



如仍转动不灵活或有纹路，表明涂油不够；如有油从缝挤出，表明涂油太多。遇到这种情况，必须重新涂油。如发现活塞孔或出水口被凡士林堵塞，必须清除。如果是活塞孔堵塞，可以取下活塞，用细铜丝通出；如果是出水口堵塞，则用水充满全管，并将出水口浸入热水中，片刻后打开活塞，使管内的水突然冲下，将熔化的油带出。如这样还不能解决，则可用有机溶剂（四氯化碳）浸溶。如还不能解决，则用导线的细铜丝，如右图操作，将堵塞物带出，操作应十分小心，转动时应轻。

### 3. 滴定管的使用及滴定操作

#### (1) 操作溶液的装入

①用操作溶液润洗：装入操作溶液之前，用所用操作溶液润洗三次，每次用液5~10。润洗时，先将活塞关好，将试剂瓶中的溶液摇匀，直接从试剂瓶倒入溶液，倒入洗液后，一手拿住滴定管上端无刻度部分，另一手拿住活塞下端无刻度部分，边转动边向管口倾斜，使溶液布满全管，然后全部放出润洗液（尽量放净），随后再润洗第二次，第三次。

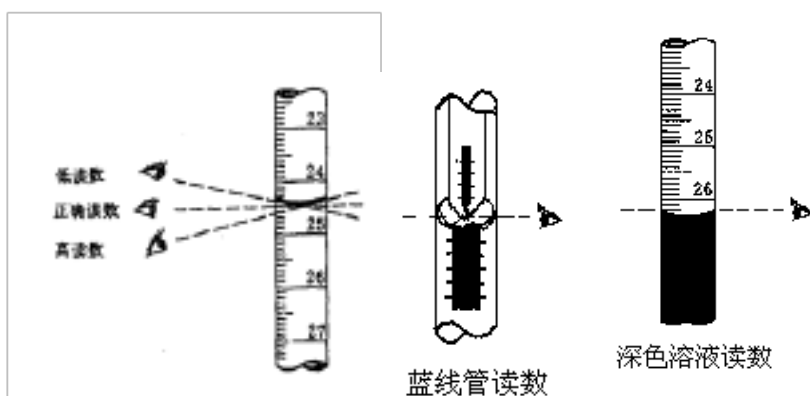
②操作液的装入：摇匀操作液，一手拿住滴定管上端无刻度部分，一手拿住试剂瓶，将试剂瓶口对准滴定管上口，倾斜试剂瓶将溶液倒入滴定管中（直接加入溶液，不可借助其他器皿），直到溶液达到零刻度线上2~3为止；等待30s后，打开活塞使溶液充满滴定管尖，并排除气泡，随后调至零刻度。

#### (2) 滴定管的读数

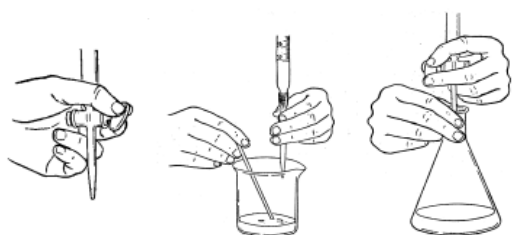
① 食拇指，拿上端，臂杠杆，自垂直；眼平视，读取数，高低上下都不行。

② 读数时注意有效数字，必须读准到小数点后两位；记录时必须保留有效数字的位数，小数点后无数字时，加零。如22.00不能记为22；21.50不能记为21.5。

③ 浅色溶液读弯月面下边；深色溶液读弯月面的上边。



④滴定管的操作：滴定管在铁架台上的高度，以方便操作为准。滴定管尖一般插入三角锥瓶口内 1cm 左右为好。用右手摇锥瓶，用左手把活塞；拇、食、中指包塞拿，不能推，应该轻轻向手心拉住；先快滴，后慢滴；半开塞，挂半滴。近终点时的半滴溶液，轻靠锥形瓶内壁，而后用洗瓶吹洗下去。



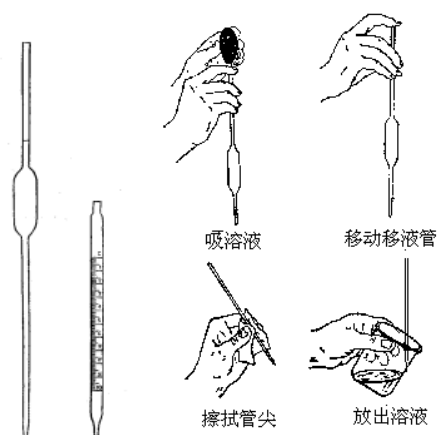
平行测定时，应该重新充满溶液，使用滴定管相同的一段。

## 二、移液管、吸量管及其使用

### 1. 移液管和吸量管

移液管和吸量管都是用来准确移取一定量溶液的量器。移液管是一根细长而中间膨大的玻璃管，在管的上端有一环型标线，膨大部分标有它的体积和标定时的温度。常用的移液管有多种规格，如 2、5、10、25、50 等等。当吸入溶液至其弯月面的最低点与标线相切后，使移液管垂直，让溶液自然流出，此时放出溶液的体积等于移液管上所标体积，移液管尖端吸留的一小部分溶液不必强制放出。

吸量管是具有分刻度的玻璃管，主要用于移取所需的不同体积的溶液，常用的吸量管有 1、2、5、10 等规格。



### 2. 洗涤

移液管和吸量管的管口小，不能刷洗，应用铬酸洗液泡洗。其洗涤方法与滴定管相似，洗至内壁和外壁不挂水珠，并用蒸馏水润

洗三次。

### 3. 移取溶液

(1) 移取溶液之前，先必须用待移取的溶液润洗三次，方法是：吸取一定量溶液，立即用右手食指按住管口（尽量勿使溶液回流），将管横过来，用两手拿住并转动移液管，使溶液布满全管内壁，将管直立，使溶液由尖嘴放出，弃去；反复三次（注意用滤纸擦净外管壁）。

(2) 用移液管从容量瓶中移取溶液时，一手拿移液管，一手拿洗耳球；拿移液管的手，拇指与中指拿住移液管上端距管口 2~3 的部位，食指在管口的上方，将移液管插入容量瓶内液面以下 1~2 深度（若插入太深，外壁沾带溶液较多；若插入太浅，液面下降时会吸空）；拿洗耳球的手，排出洗耳球中的空气后，紧靠在移液管上口上，慢慢松开，借助吸力吸取溶液，当管中的液面上升至标线以上时，迅速用食指按住管口，用拇指及中指捻转管身，使液面缓慢下降，直到溶液弯液面与管颈标线相切（常称为调定零点），按紧食指，使溶液不再流出；用滤纸擦去管尖外壁的溶液，将移液管流液口靠着容器的内壁，松开食指使溶液自由地沿器壁流下，待下降的液面静止后，再等待 15s，然后拿出移液管。

（注意：在调定零点和排放溶液的过程中，移液管都要保持垂直）。流液口内残留的一点溶液绝不可用外力使其被振出或吹出。

(3) 移液管用完后应放在管架上，不要随便放在实验台上，尤其要防止管颈下端被污染。吸量管的使用方法与移液管大致相同。使用吸量管时，通常是使液面从吸量管的最高刻度降低到另一刻度，两刻度之间的体积则恰好为所需的体积。这里要注意的是，平等移取溶液时，应使用同一吸量管的同一部位，而且尽可能使用上面部分。有时候要使吸量管中的溶液全部放出，这时候要注意吸量管上的标示，若上面标有“吹”字的，则要把流液口尖端的残留液吹出，否则，则应该让它留住。

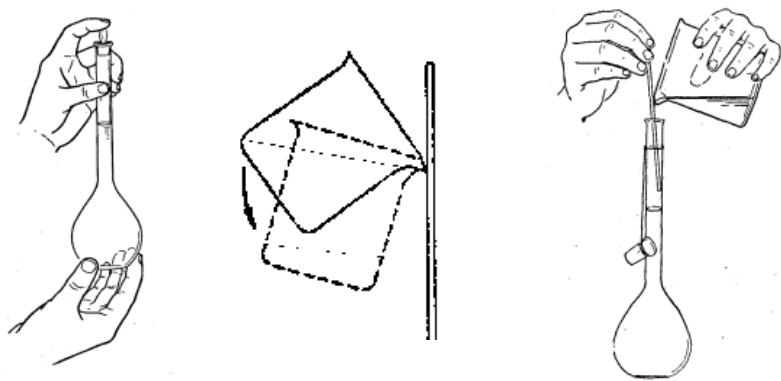
### 三、容量瓶及其使用

容量瓶是用来准确配制一定体积溶液的量入式容器。它是一种细颈梨形的平底玻璃瓶，通常由无色或棕色玻璃制成，带有磨口玻璃塞，颈上有一标线，在指定温度下，当溶液充满至液面的弯月面与标线相切时，所容纳的溶液体积等于瓶上标示的体积。容量瓶常用的规格有 10、25、50、100、250、500 及 1000 等。使用容量瓶时应注意以下几点：

#### 1. 检漏

加水至标线，盖上瓶塞后，一手用食指按住瓶塞，其余手指拿住瓶颈，一手用指尖托住瓶底边缘，来回颠倒 10 次（每次颠倒过程中要停留在倒置状态 10s 以上），不应有水渗出，可用滤纸片

检查；将瓶塞旋转 180° 再检查一次，合格后用皮筋将瓶塞和瓶颈上端栓在一起，一方面防止瓶塞摔碎或与其它瓶塞弄混，另一方面还可避免瓶塞因放在实验台上而引起沾污。



## 2. 洗涤

用铬酸洗液浸泡内壁，然后依次用自来水和纯净水洗净，使内壁不挂水珠。

## 3. 定量转入溶液

① 溶解物质取物质（经准确称量或移取的基准试剂或被测试样）配制溶液时，应先在烧杯中溶解完全，溶解时搅拌棒不能碰烧杯壁，更不能用搅拌棒碾磨、压搅。

② 定量转移若所配溶液需要定容时，应将溶液“定量转移”至容量瓶中，其操作方法如上图。一手将搅拌棒悬空插入容量瓶内约 2~3，一手拿烧杯，烧杯嘴紧靠搅拌棒，倾斜烧杯，使溶液沿搅拌棒慢慢流入，搅拌棒的下端要靠紧瓶颈内壁，注意搅拌棒不要与瓶口接触，以免溶液溢出。待溶液流完后，将烧杯嘴紧靠搅拌棒，把烧杯沿搅拌棒向上提起，并使烧杯直立，使附着在烧杯嘴上的少许溶液流入烧杯，再将搅拌棒放回烧杯中，然后，用洗瓶吹洗搅拌棒和烧杯内壁，再将溶液按上述方法转移到容量瓶中。如此吹洗、转移的操作应重复数次，以保证定量转移完全。然后加纯水稀释，在稀释到接近瓶颈标线时，改用滴管加水，直到溶液的弯液面与标线相切为止，随即盖上瓶塞。一手捏住瓶颈上端，食指压住瓶塞，一手三指托住瓶底，将容量瓶倒转并摇荡，以混匀溶液，再将容量瓶直立，如此重复 15 次左右，可使溶液充分混匀。

托瓶手要尽量减少与瓶身的接触面积，以免体温对溶液温度的影响。如用容量瓶来稀释溶液，则用移液管移取一定体积的溶液于容量瓶中，然后，再按前述方法稀释、混匀溶液。

## 4. 存放

对容量瓶材质有腐蚀作用的溶液，尤其是碱性溶液，不可在容量瓶中久存，配好以后应转移到其它容器中密闭存放。

## 四、试样溶解及沉淀操作

### 1. 相关知识介绍



(1) 滤纸的规格

滤纸使用：有灰滤纸定性用，无灰滤纸定量用。

过滤速度：松快密中紧变慢，快蓝中白慢红橙；

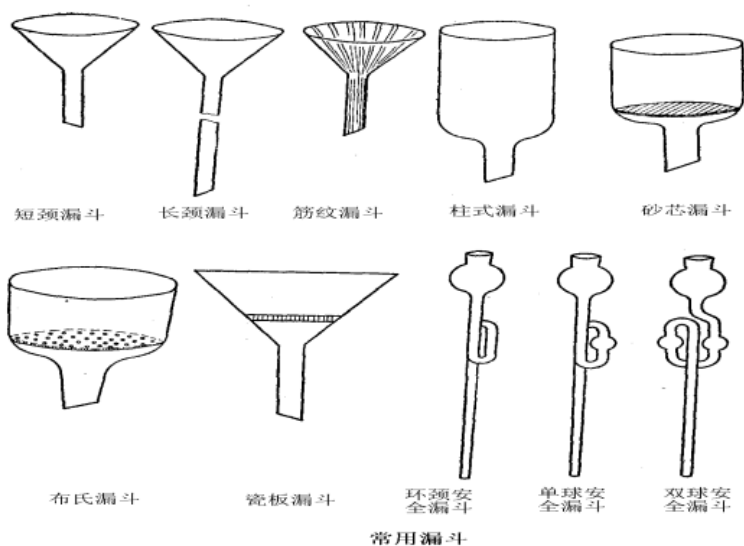
滤纸选配：滤纸大小有尺寸，漏斗尺寸紧跟随。

(55、70、90、110、125、150)

晶型对慢速，无定型对中速，胶体对快速。

(2) 各种漏斗介绍

长、短颈漏斗；砂芯漏斗；瓷漏斗



过滤漏斗种类多，玻璃、砂芯和布氏。制备合成用布氏，氧化腐蚀用砂芯。长颈漏斗分析用，水柱保留易过滤。

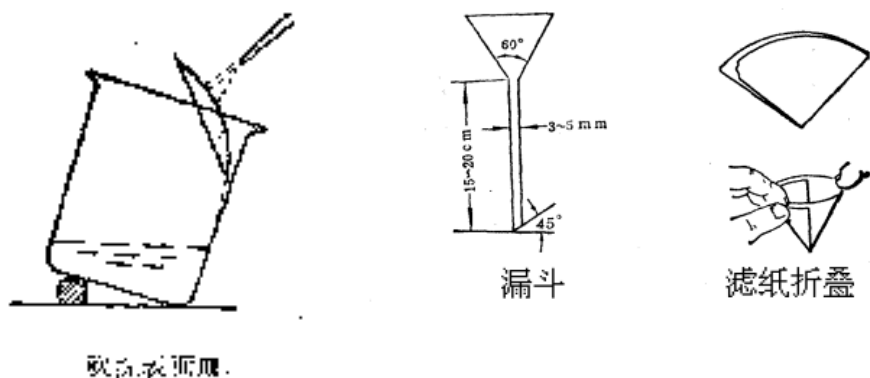
(3) 坩埚介绍

瓷坩埚、砂芯坩埚、铁坩埚、镍坩埚、银坩埚、铂坩埚、聚四氟乙烯坩埚。

2. 操作示范

(1) 样品溶解操作：溶解溶剂用适量 (1 / 5)，轻轻搅动不碰壁。

(不研磨不捣底。) 试样溶解盖表玻，分解完后洗凸面。(如图)



(2) 沉淀操作：加沉淀剂的操作：在搅拌下，滴加沉淀剂。

晶型沉淀的沉淀操作：稀、热、慢、搅、陈。

无定形沉淀的沉淀操作：浓、热、搅、电、快

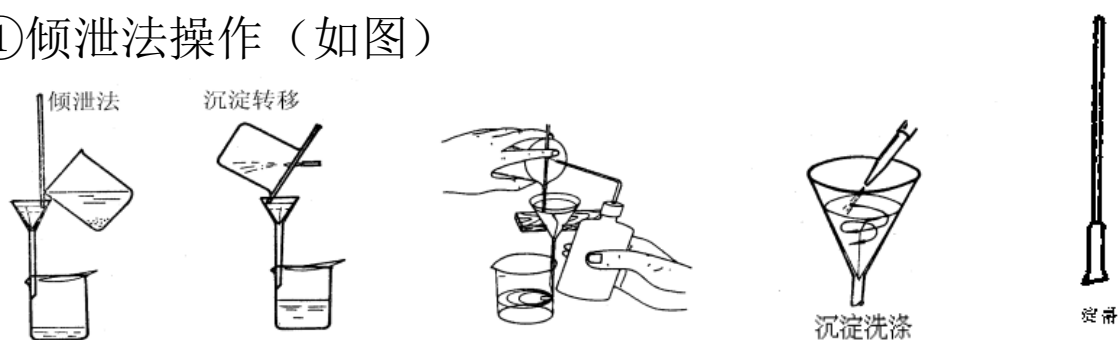
(趁热过滤、不陈化)

(3) 漏斗与滤纸的配合：大小、折叠、水柱

#### (4) 过滤操作

滤纸折叠：选好滤纸先对折，二次折叠与锥合；三层边对斜口；滤纸外侧撕小角。做水柱：堵出口，注满水；压边缘，紧密合。松出口，水柱留；无水柱，重复做。

##### ①倾泄法操作（如图）



##### ②转移沉淀到漏斗操作（如图）

③洗烧杯，并进一步转移洗杯液。淀帚和小纸角擦洗。

#### (5) 沉淀洗涤操作

洗涤液的选择：晶型沉淀用冷的、稀的沉淀剂溶液；胶体沉淀用热的含少量电解质的溶液；溶解度小且不易生成胶体的用蒸馏水；易水解的沉淀用有机沉淀剂作洗液。

洗涤原则：少量多次；洗涤方法：从上向下旋洗。

#### (6) 滤纸的包包及转入坩埚

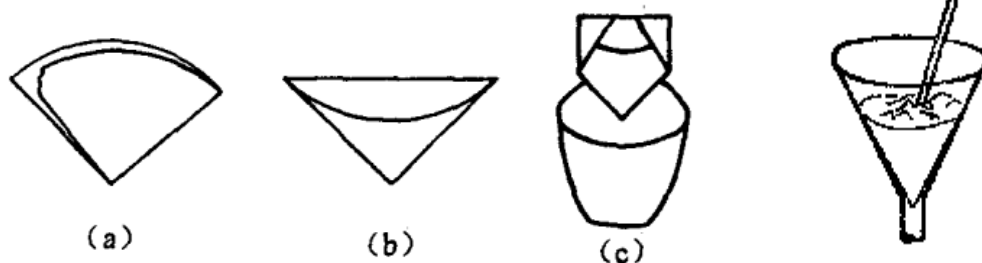
晶型沉淀：用药铲或尖头玻棒掀起三层边，用手取出并打开成半园形，上向下折三分之一，自右向左卷成小筒，放入坩埚时多层纸向上。如下图



晶形沉淀的包法

无定形沉淀：用扁头玻棒将滤纸边中间折叠，称入坩埚时三层纸向上方。

挑起，向  
如下图






无定形沉淀的包法

#### (7) 炭化、灼烧

炭化：低温炭化，在电炉上半盖盖，使  $C \rightarrow 2$  挥发。

灼烧：高温灼烧，在马弗炉或氧化焰上进行，灼烧至恒重，稍冷

<p>后移入干燥器中。</p> <p>(8) 干燥器的搬移及开取（如图）。</p> <div><p>装干燥剂的方法</p><p>(a)开启方法</p><p>(b)挪动方法</p></div>	
学生课外学习引导 及作业布置	
授课日期	2013 年 9 月 9 日、13 日
课后反思	

实验（实训）项目教案			
实验实训 项目名称	分析化学实验操作视频 观看	项目编号	
学    时	2	课    型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input checked="" type="checkbox"/> 其它 <input type="checkbox"/>
实验实训 目    标	通过视频观看，让学生知道规范的操作		
实验、实训室 及器材	相关视频		
实验实训内容、操作规程及注意事项			备    注
观看相关视频并伴随讲解			

学生课外学习引导及作业布置	
授课日期	2013 年 9 月 22 日
课后反思	

实验实训 项目名称	认识分析化学仪器	项目编号	
学    时	4	课    型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input checked="" type="checkbox"/> 其它 <input type="checkbox"/>
实验实训 目    标	通过视频、图片观看，让学生认识常见的分析化学仪器		
实验、实训室 及器材	相关视频、图片		
实验实训内容、操作规程及注意事项			备    注
1、观看相关视频、图片并伴随讲解。 2、讲解仪器使用过程的操作规范和注意事项。			

学生课外学习引导及作业布置		
授课日期	2013 年 9 月 23 日、27 日	
课后反思	学生对仪器认知不够	
实验（实训）项目教案		
实验实训	分析化学实验数据处理	项目编号

项目名称			
学    时	4	课    型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input checked="" type="checkbox"/> 其它 <input type="checkbox"/>
实验实训 目    标	1、让学生分析化学实验数据产生的特点 2、让学生掌握误差的产生原因 3、让学生掌握对实验数据的处理方法		
实验、实训室 及器材	相关课件、数据		
实验实训内容、操作规程及注意事项			备    注
1、列常见实验数据的产生特点 2、通过实验给出数据 3、教会学生正确处理数据 4、举例 5、分析学生的处理结果 6、分析数据产生误差的原因 7、分析实验过程中怎么避免产生重大误差和减小误差。			



学生课外学习引导及作业布置	
授课日期	2013 年 9 月 29 日、10 月 11 日
课后反思	

实验（实训）项目教案

实验实训 项目名称	掌握滴定分析方法	项目编号	
学    时	4	课    型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input checked="" type="checkbox"/> 其它 <input type="checkbox"/>
实验实训 目    标	1、学生能正确使用各种滴定分析仪器 2、掌握滴定分析操作的基本方法 3、能够了解滴定分析实验操作的注意事项 4、认识基准物质 5、掌握标准溶液的配制方法 6、掌握对实验数据的处理方法		
实验、实训室 及器材	相关课件、数据、仪器		
实验实训内容、操作规程及注意事项			备    注
<p><b>一、电子分析天平使用</b></p> <p>电子天平是最新一代天平，是根据电磁力平衡原理，直接称量，全量程不需砝码，放上被称物后，数秒即达平衡，显示读数，称量速度快，精度高。其操作基本过程如下：水平调节→预热→开启显示器→校准→称量→去皮称量→关闭显示器。通常使用两次称量之差得到试样质量，即差减法。</p> <p><b>主要试剂和仪器</b></p> <p>分析天平、台秤、称量瓶、小烧杯、重铬酸钾粉末试样。</p> <p><b>实验步骤</b></p> <p>差减法称取 0.3-0.4g 试样两份</p>			

- 1、取两个干净的小烧杯，分别在分析天平上称取质量  $m_0$  和  $m_0$ 。
- 2、取一个干净的称量瓶，先在台秤上粗称大致质量，然后加入 1.2g 试样。  
在分析天平上准确称其质量  $m_1$ ；估计一下样品的体积，转移 0.3-0.4g 试样到第一个已知质量的小烧杯中，称量并记录称量瓶和剩余试样的质量  $m_2$ ；以同样方法再转移 0.3-0.4g 试样到第二个小烧杯中，再次称量称量瓶剩余质量  $m_3$ 。
- 3、分别准确称量两个已有试样的小烧杯质量  $m_1$  和  $m_2$ 。
- 4、记录数据于下表 1。

表 1 称量练习记录表

称量编号	I	II
M (称瓶+试样)	$m_1 =$	$m_2 =$
M (称出试样)	$m_2 =$  $=$ $_1$	$m_3 =$  $=$ $_2$
M (烧杯+试样)	$m_1 =$	$m_2 =$
M (空烧杯)	$m_{0=}$	$m_0 =$
M (烧杯中试样)	$m_{s1} =$	$m_{s2} =$
偏差		

二、标准溶液配制和标定

0.1 和 0.1 相互滴定时，点为 7.0，滴定的突跃范围为 4.3-9.7。甲基橙和酚酞的变色范围分别为 3.1（红）-4.4（黄）和 8.0（无色）-9.6（红）。指示剂不变的情况下，特定浓度的和相互滴定时，消耗的体积之比是一定的。由此可以断定滴定操作

技术和终点判断能力。

主要试剂和仪器

酸碱滴定管、锥形瓶、、、甲基橙、酚酞。

实验步骤

1、溶液配制

分别配制 0.1 和 0.1 溶液各 1L。

2、酸碱溶液相互滴定

由碱式滴定管中放出溶液 20-25 于锥形瓶中,每秒 3 滴溶液,加入两滴甲基橙指示剂,用 0.1 滴定至黄色变为橙色。平行滴定三次。

用移液管移取 250.1 于锥形瓶中,加入 2 滴酚酞指示剂,用 0.1 滴定至溶液呈现微红色,30 秒不退色。平行滴定三次。

3、滴定记录表格如下。

表 2 滴定(指示剂: 甲基橙)

记 录 编 号	I	II	III
$\overline{V_{HCl}} / \overline{V_{NaOH}}$			

表 3 滴定 (指示剂: 酚酞)

记 录 编 号	I	II	III

$\overline{V_{NaOH}} / V_{HCl}$					
学生课外学 习引导及作 业布置					
授课日期	2013 年 10 月 12 日、18 日				
课后反思					

实验（实训）项目教案			
实验实训项目名称	常见酸碱标准溶液的配制和标定	项目编号	

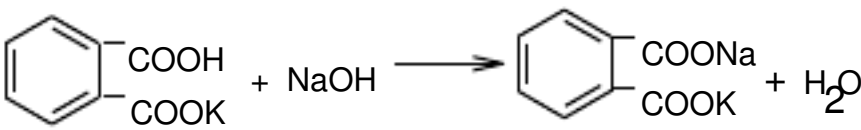
学 时	4	课 型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input checked="" type="checkbox"/> 其它 <input type="checkbox"/>
实验实训 目 标	1、了解指示剂的作用原理 2、掌握不同溶液的计算方法 3、确定滴定终点 4、正确选择指示剂 5、熟练掌握酸碱滴定管和分析天平使用		
实验、实训室 及器材	相关仪器		
实验实训内容、操作规程及注意事项			备 注
<p><b>一、实验原理</b></p> <p>标准溶液是指已知准确浓度的溶液。其配制方法通常有两种：<b>直接法和标定法。</b></p> <p><b>（一）直接法</b></p> <p>准确称取一定质量的物质经溶解后定量转移到容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。根据称取物质的质量和容量瓶的体积即可算出该标准溶液的准确浓度。适用此方法配制标准溶液的物质必须是基准物质。</p> <p><b>（二）标定法</b></p> <p>大多数物质的标准溶液不宜用直接法配制，可选用标定法。即先配成近似所需浓度的溶液，再用基准物质或已知准确浓度的标准溶液标定其准确浓度。和标准溶液在酸碱滴定中最常用，但由于浓盐酸易挥发，固体易吸收空气中的 <math>\text{CO}_2</math> 和水蒸气，故只能选</p>			

用标定法来配制。其浓度一般在 0.01~1 •<sub>1</sub> 之间，通常配制 0.1 •<sub>1</sub> 的溶液。

1、 标定碱的基准物质

常用标定碱标准溶液的基准物质有邻苯二甲酸氢钾、草酸等。

(1) 邻苯二甲酸氢钾，它易制得纯品，在空气中不吸水，容易保存，摩尔质量较大，是一种较好的基准物质，标定反应如下：

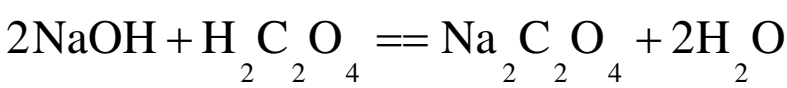


化学计量点时，溶液呈弱碱性(9.20)，可选用酚酞作指示剂。

邻苯二甲酸氢钾通常在 105~110℃ 下干燥 2 小时，干燥温度过高，则脱水成为邻苯二甲酸酐。

(2) 草酸 ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )，它在相对湿度为 5%~95% 时不会风化失水，故将其保存在磨口玻璃瓶中即可，草酸固体状态比较稳定，但溶液状态的稳定性较差，空气能使草酸溶液慢慢氧化，光和  $\text{Fe}^{2+}$  能催化其氧化，因此草酸溶液应置于暗处存放。

标定反应如下：

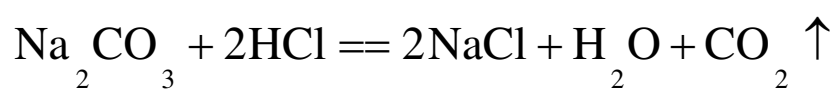


反应产物为  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ，在水溶液中显碱性，可选用酚酞作指示剂。

2、 标定酸的基准物质

常用于标定酸的基准物质有无水碳酸钠和硼砂。其浓度还可通过与已知准确浓度的标准溶液比较进行标定。

(1) 无水碳酸钠，它易吸收空气中的水分，先将其置于 270~300℃ 干燥 1 小时，然后保存于干燥器中备用。标定反应如下：



计量点时，为  $\text{H}_2\text{CO}_3$  饱和溶液，为 3.9，以甲基橙作指示剂应滴至溶液呈橙色为终点，为使  $\text{H}_2\text{CO}_3$  的饱和部分不断分解逸出，临近终点时应将溶液剧烈摇动或加热。

(2) 硼砂 ( $\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )，它易于制得纯品，吸湿性小，摩尔质量大，但由于含有结晶水，当空气中相对湿度小于 39% 时，有明显的风化而失水的现象，常保存在相对湿度为 60% 的恒温器（下置饱和的蔗糖溶液）中。其标定反应为：



产物为  $\text{H}_3\text{BO}_3$ ，其水溶液约为 5.1，可用甲基红作指示剂。

(3) 与已知准确浓度的标准溶液比较进行标定

0.1 mol/L 和 0.1 mol/L 溶液的比较标定是强酸强碱的滴定，化学计量点时 7.00，滴定突跃范围比较大 (4.30~9.70)，因此，凡是变色范围全部或部分落在突跃范围内的指示剂，如甲基橙、甲基红、酚酞、甲基红—溴甲酚绿混合指示剂，都可用来指示终点。比较滴定中可以用酸溶液滴定碱溶液，也可用碱溶液滴定酸溶液。若用溶液滴定溶液，选用甲基橙为指示剂。

### 三、仪器与试剂

台秤、量筒(10)、烧杯、试剂瓶、酸式滴定管(50)、碱式滴定管(50)、锥形瓶(250)。浓盐酸(.)(s)(.)、酚酞指示剂(21 乙醇溶液)、甲基橙指示剂(11)、邻苯二甲酸氢钾(s) 基准试剂或分析纯、无水碳酸钠优级纯。

### 四、实验步骤

#### 1、溶液浓度的标定

洗净碱式滴定管，检查不漏水后，用所配制的溶液润洗 2~3 次，每次用量 5~10，然后将碱液装入滴定管中至“0”刻度线上，排除管尖的气泡，调整液面至 0.00 刻度或零点稍下处，静置 1



后，精确读取滴定管内液面位置，并记录在报告本上。

准确称取 0.4~0.5g 已烘干的邻苯二甲酸氢钾三份，分别放入三个已编号的 250 锥形瓶中，加 20~30 水溶解(若不溶可稍加热，冷却后)，加入 1~2 滴酚酞指示剂，用 0.1 • 1 溶液滴定至呈微红色，半分钟不褪色，即为终点。计算标准溶液的浓度。计算平均结果和平均相对偏差，要求平均相对偏差不大于 0.2%。

2、溶液浓度的标定

洗净酸式滴定管，经检漏、润洗、装液、静置等操作，备用。

准确称取无水碳酸钠二份，每份约为 0.10~0.12 克（或准确称取 1.0~1.2g 无水碳酸钠，溶解后，定容在 250 容量瓶中，用 25 移液管移取），分别放在 250 锥形瓶内，加水 20~30 毫升溶解，小心摇匀， 加指示剂 1 ~ 2 滴，然后用盐酸溶液滴定至溶液由黄色变为橙色，即为终点，平行滴定三份，计算标准溶液的浓度。其相对平均偏差不得大于 0.3%。

五、数据纪录与试验报告示例

溶液浓度的标定

<div>数 据 项 目</div> <div>序 号</div>	1	2	3
称量瓶（倾出前） 称量瓶（倾出后）			
V 终读数 V 初读数 V			

$t_1 = ( )$				
$t_1$				
相对平均偏差				

思考题：

1. 如何计算称取基准物邻苯二甲酸氢钾或  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  的质量范围？称得太多或太少对标定有何影响？

答：在滴定分析中，为了减少滴定管的读数误差，一般消耗标准溶液的体积应在 20~25(若用 50 滴定管,可在 20~30) 之间，此时，由于滴定管计数带来的相对误差小于 0.2%。称取基准物的大约质量应由下式计算成本：

$$m_A = \frac{1}{1000} \times V_T \times C_T \times M_A$$

其中：为大约消耗标准溶液体积的下限 20 和上限 25m 或 30；

为配制标准溶液的大约浓度  $0.1 \cdot t_1$ ；

为基准物质的式量。

如果基准物质称得太多，所配制的标准溶液较浓，则由一滴或半滴过量所造成的误差就较大。称取基准物质的量也不能太少，因为每一份基准物质都要经过二次称量，如果每次有  $\pm 0.1$  的误差，则每份就可能有  $\pm 0.2$  的误差。因此，称取基准物质的量不应少于 0.2000g，这样才能使称量的相对

误差大于 1‰。

2. 溶解基准物质时加入 20~30 水，是用量筒量取，还是用移液管移取？为什么？

答：因为这时所加的水只是溶解基准物质，而不会影响基准物质的量。因此加入的水不需要非常准确。所以可以用量筒量取。

3. 如果基准物未烘干，将使标准溶液浓度的标定结果偏高还是偏低？

答：如果基准物质未烘干，将使标准溶液浓度的标定结果偏高。

4. 用标准溶液标定溶液浓度时，以酚酞作指示剂，用滴定，若溶液因贮存不当吸收了  $\text{CO}_2$ ，问对测定结果有何影响？

答：用标准溶液标定溶液浓度时，以酚酞作为指示剂，用滴定，若溶液因贮存不当吸收了  $\text{CO}_2$ ，而形成  $\text{NaHCO}_3$ ，使溶液浓度降低，在滴定过程中虽然其中的  $\text{NaHCO}_3$  按一定量的关系与定量反应，但终点酚酞变色时还有一部分  $\text{NaHCO}_3$  未反应，所以使测定结果偏高。

学生课外学习引导及作业布置	
授课日期	2013 年 10 月 21 日、25 日
课后反思	

实验（实训）项目教案

实验实训项目名称	酸碱滴定法的应用	项目编号	
学 时	2	课 型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input checked="" type="checkbox"/> 其它 <input type="checkbox"/>
实验实训目标	1、能把所学知识应用到生产实践中 2、掌握称量液体试样的方法和混合指示剂的使用 3、熟练应用滴定管		

实验、实训室 及器材	相关的仪器设备	
实验实训内容、操作规程及注意事项		备 注
<p>一、工业硫酸纯度测定</p> <p>检验方法</p> <p>1、硫酸含量的测定和发烟硫酸中游离三氧化硫含量的测定</p> <p>①本方法为 11198.1-89《工业硫酸 硫酸含量的测定和发烟硫酸中游离三氧化硫含量的计算 滴定法》。此标准参照采用国际标准 910-1977《工业硫酸和发烟硫酸——总酸度的测定和发烟硫酸中游离三氧化硫含量计算——滴定法》。</p> <p>1.1 方法原理</p> <p>以甲基红-次甲基蓝为指示剂，用氢氧化钠标准溶液中和滴定，以测得硫酸含量。或由测得的硫酸含量换算成游离三氧化硫含量。</p> <p>1.2 试剂和溶液</p> <p>氢氧化钠（629）标准溶液：<math>c() = 0.5</math>；甲基红-次甲基蓝混合指示剂。</p> <p>1.3 仪器</p> <p>玻璃安瓿球（直径约 15，毛细管端长约 60）。</p> <p>1.4 称样和试液的制备</p> <p>1.4.1 特种硫酸和浓 硫 酸</p> <p>用已称量的带磨口盖的小称量瓶，称取约 0.7g 试样（称准至 0.0001g）小心移入盛有 50 水的 250 锥形瓶中，冷却至室温，备用。</p> <p>1.4.2 发烟硫酸</p> <p>将安瓿球称量（称准至 0.0001g），然后在微火上烤热球部，迅速将该球之毛细管插入试样中，吸入约 0.7g 试样，立即用火焰将毛细管顶端烧结封闭，并用小火将毛细管外壁所沾上的酸液烤干，重新称量。</p> <p>将已称量的安瓿球放入盛有 100 水的具磨口塞的 50 锥形瓶中，塞紧瓶塞，用力振摇以粉碎安瓿球，继续振荡直至雾状</p>		

三氧化硫气体消失，打开瓶塞，用玻璃棒轻轻压碎安瓿球的毛细管，用水冲洗瓶塞、瓶颈及玻璃棒，备用。

### 1.5 测定步骤

#### 1.5.1 特种硫酸的浓 硫 酸

于试液（1.4.1）中，加 2-3 滴混合指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈灰绿色为终点。

#### 1.5.2 发烟硫酸

于试液（1.4.2）中，加 2-3 滴混合指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈灰绿色为终点。

### 1.6 计算

#### 1.6.1 特种硫酸和浓 硫 酸

硫酸的含量  $X$ （%）按式（1）计算：

$$X = (V \cdot c \cdot 0.04904) \cdot 100 \quad (1)$$

式中  $V$ ——滴定耗用的氢氧化钠标准溶液体积，；

$c$ ——氢氧化钠标准溶液浓度，；

0.04904——与 1.001.000 氢氧化钠标准溶液相当的，以克表示的硫酸的质量。

#### 1.6.2 发烟硫酸

发烟硫酸中游离三氧化硫的含量  $X_1$ （%）按式（2）计算或由附录 A 表 A1 查得。

$$X_1 = 4.444 \cdot (X - 100) \quad (2)$$

式中  $X$ ——按 1.6.1 条中式（1）算出的发烟硫酸中硫酸的质量百分含量；

4.444——游离三氧化硫的换算系数。

### 1.7 允许误差

测定结果以算术平均值报出。

1.7.1 特种硫酸和浓 硫 酸中硫酸含量平行测定允许绝对偏差为 0.2%。

1.7.2 发烟硫酸中游离三氧化硫含量平行测定允许绝对偏差为 0.6%。

## 二、工业碱分析

### 1、0.1 标准溶液标定

在称量瓶中以差减法称取无水 233 份，每份 0.15-0.20g，分别倒入 3 个 250 锥形瓶中，加入 20-30 蒸馏水，待试剂完全溶解后，加入 2 滴甲基橙指示剂，用待标定的溶液滴定至溶液由黄色变为橙色并保持半分钟不退色，即为终点，计算盐酸溶液浓度和偏差。

### 2、总碱度的测定

平行移取 25.00 3 份上述溶液，分别置于 3 个 250 锥形瓶中，

加入 20 水，再加入 2 滴甲基橙指示剂，用标准溶液滴定到溶液由黄色变为橙色并保持半分钟不退色，即为终点。计算碳酸钠含量即总碱度。

3、实验结果记录于表 7 和表 8。

表 7 标准溶液标定

项目 \ 次 数	1	2
23		
$\overline{C}_{HCl} / M$		

表 8 总碱度的测定

项目 \ 次 数	1	2
$\overline{C}_{HCl} / M$		
23		
$\overline{C}_{Na_2CO_3} / M$		

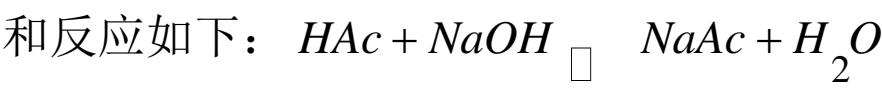
学生课外学习引导及作业布置	
授课日期	2013 年 10 月 28 日
课后反思	

实验（实训）项目教案

实验实训项目名称	食用白醋中浓度的测定	项目编号	
学 时	2	课 型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input checked="" type="checkbox"/> 其它 <input type="checkbox"/>
实验实训目标	1、了解基准物质邻苯二甲酸氢钾的性质和应用； 2、初步掌握强碱滴定弱酸的滴定过程，突跃范围和指示剂的选择。		
实验、实训室及器材	<b>主要试剂和仪器</b> 分析天平、滴定管、移液管、锥形瓶、 $\text{H}_2\text{O}$ <sub>8 4 4</sub> 、食用白醋、酚酞。		
实验实训内容、操作规程及注意事项			备 注



一、实验原理



用酚酞作指示剂。食用白醋中含量大约 30-50。

三、

二、实验步骤

1、0.1 标准溶液标定

在称量瓶中以差减法称量  $H_2O$  3 份，每份 0.4-0.6g，分别倒入 250 锥形瓶中，加入 40-50 蒸馏水，待试剂完全溶解后，加入 2 滴酚酞指示剂，用待标定的溶液滴定至微红色并保持两分钟不退色，即为终点，计算浓度和偏差。

2、食用白醋中浓度的测定

准确移取食用白醋 25.00 置于 250 容量瓶中，用蒸馏水稀释到刻度，摇匀。用 50 移液管分取 3 份上述溶液，分别置于 3 个 250 锥形瓶中，加入 2 滴指示剂，用标准溶液滴定到微红色且 30 秒不退色，即为终点。计算每 100 食用白醋中含有多少醋酸。

3、实验结果记录于表 5 和表 6。

表 5 标准溶液标定

项目 \ 次	1	2	
数			
8H404			
$\overline{C}_{NaOH} / M$			

表 6 食用白醋中浓度的测定

项目 次 数	1	2		3	
$\overline{C}_{NaOH} / M$					
$\overline{C}_{HAc} / M$					
100					
<div>三、预习的问题</div> <p>已标定的溶液保存时吸收了空气中的<sub>2</sub>，以它测定的浓度，若用酚酞作指示剂，对测定结果有何影响？改用甲基橙作指示剂，结果如何？</p> <p>备注：溶液配制</p> <p><math>H_8O_4</math>、(0.1M，8L)、食用白醋（25 醋酸溶于 1L 水中）</p>					
学生课外学 习引导及作 业布置					
授课日期	2011 年 11 月 1 日				

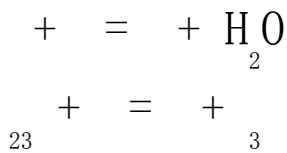
课后反思	
------	--

实验（实训）项目教案			
实验实训项目名称	混合碱测定	项目编号	
学 时	4	课 型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input checked="" type="checkbox"/> 其它 <input type="checkbox"/>
实验实训目标	1、进一步熟练滴定操作和滴定终点的判断。 2. 掌握混合碱分析的测定原理、方法和计算。		
实验、实训室及器材	仪器：酸式滴定管、250 容量瓶、250 锥形瓶。 试剂：已标定好的 0.10 盐酸标准溶液、甲基橙 1g 水溶液、酚酞 1g、乙醇溶液、混合碱液。		
实验实训内容、操作规程及注意事项			备 注

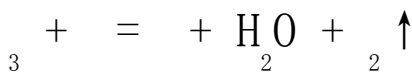
一、实验原理

混合碱是  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  与或  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  与  $\text{NaHCO}_3$  的混合物，可采用双指示剂法进行分析，测定各组分的含量。

在混合碱的试液中加入酚酞指示剂，用标准溶液滴定至溶液呈微红色。此时试液中所含完全被中和， $\text{Na}_2\text{CO}_3$  也被滴定成  $\text{NaHCO}_3$ ，反应如下：



设滴定体积  $V_1$ ，再加入甲基橙指示剂，继续用标准溶液滴定至溶液由黄色变为橙色即为终点。此时  $\text{NaHCO}_3$  被中和成  $\text{H}_2\text{CO}_3$ ，反应为：



设此时消耗标准溶液的体积  $V_2$ ，根据  $V_1$  和  $V_2$  可以判断出混合碱的组成。设试液的体积为  $V$ 。

当  $V_1 > V_2$  时，试液为  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  和  $\text{NaOH}$  的混合物，和  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  的含量（以质量浓度  $\text{g}\cdot\text{l}^{-1}$  表示）可由下式计算：

$$W_{\text{NaOH}} = \frac{(V_1 - V_2) C_{\text{HCl}} M_{\text{NaOH}}}{V}$$

$$W_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \frac{2V_2 C_{\text{HCl}} M_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}{2V}$$

当  $V_1 < V_2$  时，试液为  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  和  $\text{NaHCO}_3$  的混合物，和  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  的含量（以质量浓度  $\text{g}\cdot\text{l}^{-1}$  表示）可由下式计算：

$$W_{\text{Na}_2\text{CO}_3} = \frac{2V_1 C_{\text{HCl}} M_{\text{Na}_2\text{CO}_3}}{2V}$$

$$W_{\text{NaHCO}_3} = \frac{(V_2 - V_1) C_{\text{HCl}} M_{\text{NaHCO}_3}}{V}$$

二、实验步骤

1、混合碱液的稀释

准确吸取混合碱液 25.00 于 250 容量瓶中，加水稀释至刻度

线，摇匀。

2、混合碱液的测定

用 25 的移液管移取 25 混合碱稀释液三份于 250 锥形瓶中，加 2~3 滴酚酞，以 0. 10<sub>1</sub> 标准溶液滴定至红色变为无色为第一终点，记下标准溶液体积 V<sub>1</sub>，再加入 2 滴甲基橙，继续用标准溶液滴定至溶液由黄色恰变橙色为第二终点，记下标准溶液体积 V<sub>2</sub>。平行测定三次，根据 V<sub>1</sub>、V<sub>2</sub> 的大小判断混合物的组成，计算各组分的含量。

三、实验记录与数据处理

盐酸标准溶液浓度 (1)			
实验编号	1	2	3
取混合碱液体积 V, ( )	25. 00		
: 第一滴定终点读数, ( )			
初始读数, ( )			
净用量 V <sub>1</sub> , ( )			
: 第二滴定终点读数, ( )			
初始读数, ( )			
净用量 V <sub>2</sub> , ( )			
混合碱组成			
W <sub>(28)</sub> (1)			
W <sub>(3)</sub> (1)			
W <sub>( )</sub> (1)			

实验结果分析:

四、思考题

1、双指示剂法中，达到第二计量点时为什么不用加热除去<sub>2</sub>？

2、测量一批混合碱样时，若出现① V<sub>2</sub>>V<sub>1</sub>>0；② V<sub>1</sub>>V<sub>2</sub>>0；③ V<sub>1</sub>>V<sub>2</sub>>0；④V<sub>1</sub>=0，V<sub>2</sub> 不等于 0；⑤V<sub>2</sub>=0，V<sub>1</sub> 不等于 0 五种情况时，各样品的组成有何差别？

学生课外学习引导及作业布置	
授课日期	2013 年 11 月 4 日、8 日
课后反思	

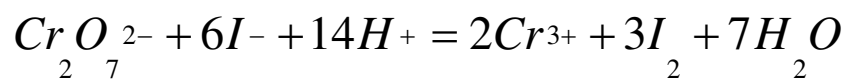
实验（实训）项目教案

实验实训项目名称	$I_2$ 和 $SO_{2,2,3}$ 溶液标定和葡萄糖的测定	项目编号	
学 时	4	课 型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input checked="" type="checkbox"/> 其它 <input type="checkbox"/>
实验实训目标	1. 1、掌握 $SO_{2,2,3}$ 溶液标定的原理和方法； 1. 2、掌握碘量法的原理和操作。		
实验、实训室及器材	分析天平、滴定管、移液管、碘量瓶、、 $K_{27}$ 、 $SO_{2,2,3}$ 、淀粉指示剂、葡萄糖、 $I_2$ 标准溶液。		
实验实训内容、操作规程及注意事项			备 注

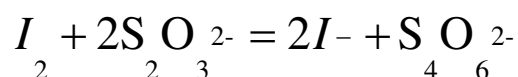
## 一、实验原理

### 1、标定

准确称取定量  $K_2O_{22}^{7-}$  基准试剂，配成溶液，加入过量，酸性溶液中定量反应：

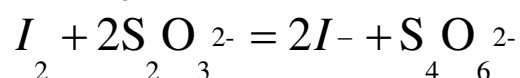
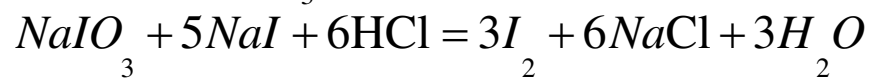
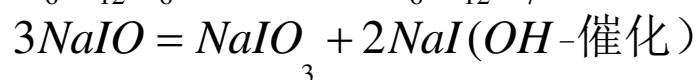
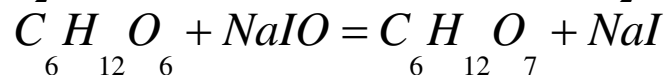


生成的游离  $I_2$ ，立即用  $Na_2S_2O_3$  滴定：



据此可以算出  $S_2O_3^{2-}$  准确浓度。

### 2、葡萄糖测定



$$C_6H_{12}O_6 \text{ 含量} = \frac{(C_{I_2} V_{I_2} - \frac{1}{2} C_{Na_2S_2O_3} V_{Na_2S_2O_3}) \frac{M_{C_6H_{12}O_6}}{1000}}{25.00} \times 1000 (g/L)$$

## 二、实验步骤

### 1、0.1 $S_2O_3^{2-}$ 溶液的标定

准确称取 0.15g  $K_2O_{27}$  份于 3 个 250 碘量瓶中，加入 20 水使其溶解，再加入 102，然后加入 2，盖上塞子暗置 5，再加入 50 水， $S_2O_3^{2-}$  溶液滴定，出现浅绿黄色时加入 2 淀粉指示剂，继续滴定到绿色出现，即为终点。

### 2、葡萄糖的测定

用移液管移取 25.00 试液注入碘量瓶中，加入 25.00  $S_2O_3^{2-}$  标准溶液，一边搅动一边慢慢加入 12，直至溶液呈淡黄色。盖上塞子暗置 15，加入 26 使成酸性，立即用  $S_2O_3^{2-}$  标准溶液滴定到淡黄色，

加入 2 淀粉指示剂，继续滴定到蓝色消失为止。平行两次。计算葡萄糖含量。

3、实验结果记录于表 17 和表 18。

表 17  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  溶液的标定

项目 \ 次	1	2	
数			
$m_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$			
$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$			
$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$			
$\overline{c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}} / M$			

表 18 葡萄糖的测定

项目 \ 次	1	2
数		
$\overline{c_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}} / M$		
$V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$		
葡萄糖含量		
平均含量/		

三、预习的问题

盖上塞子暗置的原因是？

备注：溶液配制（一个班）

（2M，250），（2M，1.5L； 6M，0.5L）， $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ （0.1M，8L），淀粉指示剂（5g，1L），葡萄糖（0.50%，2.5L）， $\text{I}_2$  标准溶液（0.05M，2400，12.7g 碘与 25 克碘化钾溶于水稀释到 1L 即可，按比例放大）。、 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$



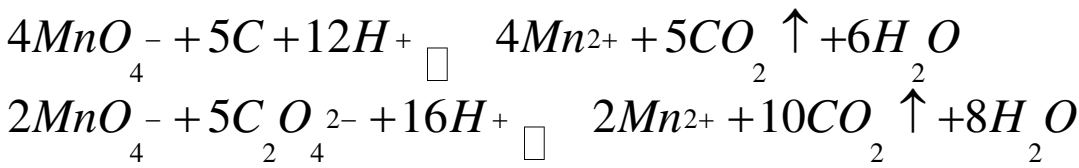
学生课外学习引导及作业布置	
授课日期	2013 年 11 月 15 日、18 日
课后反思	

实验（实训）项目教案

实验实训项目名称	水样中化学耗氧量（ $\text{COD}$ ）的测定（高锰酸钾法）	项目编号	
学 时	2	课 型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input checked="" type="checkbox"/> 其它 <input type="checkbox"/>
实验实训目标	1、了解水样中化学耗氧量（ $\text{COD}$ ）； 2、掌握的测定的方法原理。		
实验、实训室及器材	分析天平、滴定管、移液管、锥形瓶、		
实验实训内容、操作规程及注意事项			备 注

一、实验原理

化学耗氧量的测定中用到的方程：



化学耗氧量指水体中易被氧化剂氧化的还原性物质所消耗的氧化剂的量，换算成氧的含量（以计）。

计算公式为：

$$COD = \frac{\left[ \frac{5}{4} c_{MnO_4^-} (V_1 + V_2) - \frac{1}{2} (cV)_{C_2O_4^{2-}} \right] \times 32.00 g \cdot mol^{-1} \times 1000}{V_{\text{水样}}} \quad (O_2 \text{ mg/L})$$

二、实验步骤

1、取 20 水样，置于 250 锥形瓶中，加 10<sub>24</sub>，再准确加入 100.002M<sub>4</sub> 溶液，立即加热至沸，若此时红色退去，说明水样中有机物含量较多，应补加适量<sub>4</sub> 溶液至溶液程稳定的红色。从冒第一个大泡开始计时，小火准确煮沸 10，取下锥形瓶，趁热加入 10.000.005 C O<sub>2 2 4</sub> 溶液，摇匀，此时溶液应从红色变为无色，用 0.002M<sub>4</sub> 溶液滴定至稳定的淡红色即为终点。平行测定 3 份。

另取 20 蒸馏水代替水样，重复以上操作，求得空白值，计算耗氧量时将空白值减去即可。

2、实验结果记录于表 14。

表 14 的测定

项目 \ 次数	1	2	
4(补)			
4			
4 (空)			

$(O_2)$				
$\overline{COD}/(O_2\text{mg}/L)$				
<p><b>三、预习的问题</b></p> <p>水样中加入高锰酸钾煮沸后，若紫红色消失，问题何在？怎么办？</p> <p>备注：溶液配制（一个班）</p> <p><math>H_{24}</math>（体积比 1：3 水，2L），<math>(O_4)</math>（0.002M, 5L, 现配现用），<math>CO_{224}</math>（0.005M, 5L）</p>				
学生课外学习引导及作业布置				
授课日期	2013 年 11 月 22 日			
课后反思				

实验（实训）项目教案			
实验实训项目名称	氯化物中氯含量的测定 (莫尔法)	项目编号	
学 时	4	课 型	实验□ 实训√ 其它□

实验实训 目 标	1、学习 $\text{Na}_3\text{AsO}_4$ 溶液的配制和标定； 2、掌握用莫尔法进行沉淀滴定的方法原理	
实验、实训室 及器材	分析天平、滴定管、移液管、锥形瓶、 $\text{Na}_3\text{AsO}_4$ 、 $\text{NaCl}$ 、 $\text{K}_2\text{CrO}_4$ 。	
实验实训内容、操作规程及注意事项		备 注
<p>一、实验原理</p> <p>在中性或弱碱性溶液中，以 <math>\text{K}_2\text{CrO}_4</math> 为指示剂，以 <math>\text{Na}_3\text{AsO}_4</math> 标准溶液进行滴定。主要反应如下：</p> $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- = \text{AgCl} \downarrow (\text{白色})$ $2\text{Ag}^+ + \text{CrO}_4^{2-} = \text{Ag}_2\text{CrO}_4 \downarrow (\text{砖红色})$ $K_{\text{AgCl}}^{\text{sp}} = 1.8 \times 10^{-10}, K_{\text{Ag}_2\text{CrO}_4}^{\text{sp}} = 2.0 \times 10^{-12}$ <p>二、实验步骤</p> <p>1、0.1M <math>\text{Na}_3\text{AsO}_4</math> 溶液的标定</p> <p>准确称取 0.50-0.65 基准物于小烧杯中，用蒸馏水溶解，转入 100 容量瓶，稀释到刻度，摇匀。称一次。</p> <p>用移液管移取 25.00 溶液注入 250 锥形瓶中，加入 25.00 水，加入 1 <math>\text{K}_2\text{CrO}_4</math> 溶液，不断搅动，用 <math>\text{Na}_3\text{AsO}_4</math> 溶液滴定至砖红色即为终点。平行三次。计算 <math>\text{Na}_3\text{AsO}_4</math> 溶液浓度。</p>		

2、试样分析

准确称取 2 试样，称一次，置于烧杯中，加水溶解转入 250 容量瓶中，稀释到刻度，摇匀。

用移液管移取 25.00 试液注入 250 锥形瓶中,加入 25.00 水，加入 1 K<sub>24</sub> 溶液，不断搅动，用 <sub>3</sub> 溶液滴定至砖红色即为终点。平行三次。计算试样中氯的含量。

3、实验结果记录于表 15 和表 16。

表 15 <sub>3</sub> 溶液的标定

项目 \ 次数	1	2	
<sub>3</sub>			
<sub>3</sub>			
$\overline{c_{AgNO_3}} / M$			
$\overline{d}$			

表 16 试样中氯的含量

项目 \ 次数	1	2	
<sub>3</sub>			
$\overline{w_{Cl}} / \%$			

三、预习的问题

因为比 <sub>24</sub> 的溶度积大，所以它先沉淀，对不对？原因？  
备注：溶液配制（一个班）

<div>(0.1M, 4.8L, 现配现用), <math>K_{24}</math> (50g, 500), 。</div>	
学生课外学习引导及作业布置	
授课日期	2013 年 11 月 29 日、12 月 2 日
课后反思	

实验（实训）项目教案

实验实训项目名称	自来水总硬度的测定	项目编号	
学 时	4	课 型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input checked="" type="checkbox"/> 其它 <input type="checkbox"/>
实验实训目标	<div>1. 了解标准溶液的配制和标定原理。</div> <div>2. 掌握铬黑 T 和钙指示剂的应用，了解金属指示剂的特点。</div> <div>3. 了解水的硬度测定的意义和常用的硬度表示方法；</div> <div>4. 掌握测定水的硬度的原理和方法；</div>		

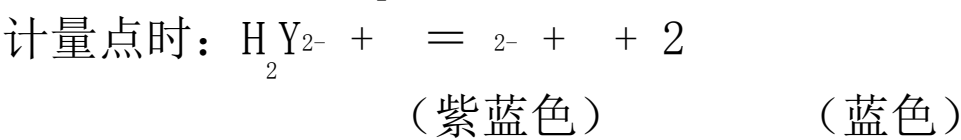
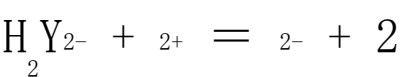
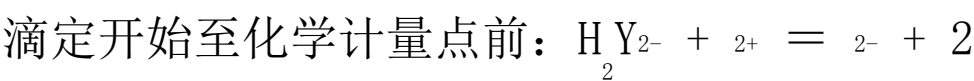
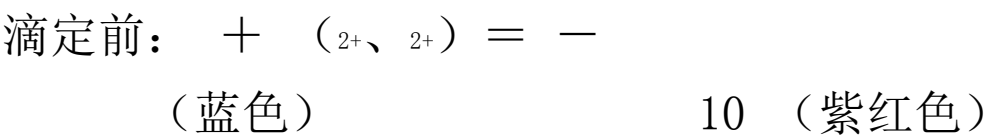
实验、实训室及器材	<p><b>仪 器：</b>电子天平、托盘天平、碱式滴定管、250 容量瓶、25 移液管、250 锥形瓶、烧杯、10 和 50 量筒、500 小口试剂瓶、表面皿、电炉或酒精灯。</p> <p><b>试 剂：</b>（）、<sup>34</sup>缓冲溶液、铬黑 T0.5%、溶液 1:1、<sup>3</sup>固体（基准试剂或）、甲基红、氨水(1+2)、(<sub>2</sub>溶液)</p>
实验实训内容、操作规程及注意事项	
备 注	
<p><b>一、实验原理</b></p> <p>1. <sub>4</sub>：乙二胺四乙酸 H Y（本身是四元酸），由于在水中的溶解度很小，通常把它制成二钠盐（<sub>2 2</sub> H Y • 2H O<sub>2</sub>），也称为或二钠盐。相当于六元酸，在水中有六级离解平衡。与金属离子形成螯合物时，络合比皆为 1：1。</p> <p>因常吸附 0.3%的水分且其中含有少量杂质而不能直接配制标准溶液，通常采用标定法制备标准溶液。</p> <p>标定的基准物质有 纯的金属：如、、，以及它们的氧化物。</p> <p>某些盐类：如 <sub>3 4</sub>、<sub>2 4</sub> . 7H O、<sub>4 2</sub> . 7H O。</p> <p><u>考虑到后面的实验为自来水总硬度的测定，本实验采用 <sub>3</sub> 为基准物质。</u></p> <p>2. 金属离子指示剂：在络合滴定时，与金属离子生成有色络合物来指示滴定过程中金属离子浓度的变化。</p> <p style="text-align: center;"><math display="block">M + \text{颜色甲} \rightleftharpoons \text{颜色乙}</math></p> <p>滴入后，金属离子逐步被络合，当达到反应化学计量点时，已与指示剂络合的金属离子被夺出，释放出指示剂的颜色：</p> <p style="text-align: center;"><math display="block">+ Y \rightleftharpoons + \text{颜色乙} \quad \text{颜色乙}</math></p>	

色甲

指示剂变化的应尽量与化学计量点的一致。金属离子指示剂一般为有机弱酸，存在着酸效应，要求显色灵敏，迅速，稳定。

3. 水硬度测定 水硬度的测定分为水的总硬度以及钙 - 镁硬度两种，前者是测定、总量，后者则是分别测定和的含量。

世界各国表示水硬度的方法不尽相同。我国采用  $1$  或  $1$  ( $3$ ) 为单位表示水的硬度。一般采用络合滴定法测定水的总硬度。即在  $=10$  的氨性溶液中，以铬黑 T 作为指示剂, 用标准溶液直接滴定水中的  $2+$ 、 $2+$ ，直至溶液由紫红色经紫蓝色转变为蓝色，即为终点。反应如下：



滴定时， $3+$ 、 $3+$ 等干扰离子用三乙醇胺掩蔽， $2+$ 、 $2+$ 、 $2+$ 等重金属离子可用、 $S$  或巯基乙酸掩蔽。

二、实验步骤

1.  $0.01_1$ 标准溶液的配制

计算配制  $500$   $0.01_1$  二钠盐所需的质量（约  $1.9g$ ）。用托盘天平称取上述质量的于  $200$  的烧杯中。加水温热溶解，冷却后移入  $500$  试剂瓶中。

2.  $0.01_1$ 标准溶液的标定

(1)  $2+$ 标准溶液的配制

计算配制  $250$   $0.01_1$   $2+$ 标准溶液所需的  $3$ （约  $0.25g$ ）的质量。用差减法准确称取计算所得质量的基准  $3$  于  $150$  的烧杯中。先以少量水润湿，盖上表面皿，从烧杯嘴处往烧杯中滴加（ $1+1$ ）溶液至  $3$  恰好全部溶解。加水  $50$ ，煮沸几分钟以除去  $2$ 。冷却后用水冲洗烧杯内壁和表面皿，定量转移  $3$  溶液于  $250$  容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，计算标准  $2+$ 的浓度。



(2). 0.01<sub>1</sub>标准溶液的标定

用移液管吸取25.00 <sub>2+</sub>标准溶液于锥形瓶中，加1滴甲基红，用氨水（1：2）中和<sub>2+</sub>标准溶液中的，当溶液由红变黄即可（也有资料表明，可不滴加甲基红，滴加氨水至<sub>2+</sub>标准溶液恰出现白色混浊即可）。加20 <sub>水</sub>和10 <sub>34</sub>缓冲溶液（根据实验需要，可加入5 <sub>2</sub>溶液以提高滴定终点的敏锐度），再加3滴铬黑T指示剂，立即用滴定，当溶液由酒红色转变为蓝紫色即为终点。平行滴定3次，用平均值计算的准确浓度。

(3) 自来水总硬度测定

用移液管移取水样 50，注入 250 锥形瓶中，加 1：1 的 1～2 滴酸化水样。煮沸数分钟，除去 <sub>2</sub>，冷却后，加入3 三乙醇胺溶液，5 <sub>34</sub>缓冲溶液，1 <sub>2</sub> S 以掩蔽重金属离子,再滴加 3 滴铬黑 T，立即用标准溶液滴定至溶液由红色变为蓝紫色即为终点。平行测定 3 次，以含 <sub>3</sub> 的浓度(<sub>1</sub>)表示硬度。

（注：如果自来水中 <sub>2+</sub> 的浓度小于 <sub>2+</sub>浓度的 1/20，则须在滴定前再加入 5 <sub>2</sub>溶液）

三、数据处理

表 1     0.01<sub>1</sub>标准溶液的配制和标定

项目	编号		1	2	3
基准试剂称量	称量瓶+试样质量（倾倒前）				
	称量瓶+试样质量（倾倒后）				
	称得 <sub>3</sub> 质量 M				
标准溶液滴定	滴定管初读数 V <sub>初</sub>				
	滴定管终读数 V <sub>终</sub>				
	实际消耗体积 V				
结果计算	C ( )     / ( )				
	$\bar{c}$ ( )     / ( )				

		(相对偏差)				
		(相对平均偏差)				
表 2 自来水总硬度的测定						
		( )				
项目		编号	1	2	3	
水样体积 ( )						
标液最后读数 ( )						
标液最初读数 ( )						
标定用标液体积 ( )						
水总硬度 ( )						
平均值						
相对偏差						
<b>四、思考题：</b> 1、在中和标准物质中的时, 能否用酚酞取代甲基红, 为什么 ? 2、滴定为什么要在缓冲溶液中进行 如果没有缓冲溶液存在, 将会导致什么现象发生? 3、本实验所使用的, 应该采用何种指示剂标定?最适当的基准物质是什么?						
学生课外学习引导及作业布置						
授课日期						

课后反思	
------	--

实验（实训）项目教案			
实验实训 项目名称	铋、铅含量的连续测定	项目编号	
学 时	2	课 型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input checked="" type="checkbox"/> 其它 <input type="checkbox"/>
实验实训 目 标	1、了解由调节酸度提高选择性的原理； 2、掌握连续滴定的方法。		
实验、实训室 及器材	分析天平、滴定管、移液管、锥形瓶、二甲酚橙、、六亚甲基四胺溶液。32混合液(含铅铋离子各 0.01M，用稀硝酸溶解)。		
实验实训内容、操作规程及注意事项			备 注

一、实验原理

$3+$ 、 $2+$ 均能与形成稳定的 1：1 络合物，分别为 27.94 和 18.04，相差很大，所以可以利用酸效应，控制不同酸度，进行分别滴定。

二、实验步骤

1、溶液的测定

用移液管移取 25.00  $32+$ 混合液 3 份，置于 3 个干燥的锥形瓶中，加 2 滴二甲酚橙指示剂，用滴定至溶液由紫红色变为黄色，即为  $3+$ 终点。

之后加入六亚甲基四胺溶液，至呈现稳定的紫红色为止，再过量 5, 此时溶液 5-6，用 0.01M 滴定至溶液由紫红色变为黄色，即为终点。

2、实验结果记录于表 13。

表 13 铋、铅含量的连续测定

项目 \ 次	1	2	
数			
$V_1$			
$3$			
$\overline{C}_{Bi^{3+}} / M$			
$V_2$			
$2$			
$\overline{C}_{Pb^{2+}} / M$			

三、预习的问题

为何不同氨水而用六亚甲基四胺溶液调节 5-6？

<p>备注：溶液配制（一个班）</p> <p>二甲酚橙（2g, 500, 分装 5 个滴瓶）(0.01M, 10L), 六亚甲基四胺溶液(200g, 2.5L) 32混合液(含铅铋离子各 0.01M，用稀硝酸溶解, 10L)</p>		
学生课外学习引导及作业布置		
授课日期		
课后反思		

实验（实训）项目教案

实验实训项目名称	蛋壳中碳酸钙含量的测定	项目编号	
学时	4	课型	实验 <input type="checkbox"/> 实训 <input checked="" type="checkbox"/> 其它 <input type="checkbox"/>

实验实训 目 标	1、了解实际试样的处理方法； 2、掌握返滴定法的方法原理。	
实验、实训室 及器材	分析天平、滴定管、移液管、锥形瓶、 <sub>23</sub> 、甲基橙指示剂。	
实验实训内容、操作规程及注意事项		备 注
<p>一、实验原理</p> <p>蛋壳主要成分碳酸钙，粉碎后和盐酸反应：</p> $CaCO_3 + 2HCl \rightarrow CO_3^{2-} + Ca^{2+} + H_2O$ <p>过量的盐酸由标准溶液返滴定，通过计算可以求得<sub>3</sub>的含量。</p> <p>二、实验步骤</p> <p>1、0.1 标准溶液标定</p> <p>在称量瓶中以差减法称取无水<sub>23</sub> 3 份，每份 0.15-0.20g，分别倒入 3 个 250 锥形瓶中，加入 20-30 蒸馏水，待试剂完全溶解后，加入 2 滴甲基橙指示剂，用待标定的溶液滴定至溶液由黄色变为橙色并保持半分钟不退色，即为终点，计算盐酸溶液浓度和偏差。</p> <p>2、<sub>3</sub> 含量的测定</p> <p>将蛋壳去内膜并洗净，烘干粉碎，过 80-100 目标标准筛，准确称取 3 份 0.1g 试样，分别置于 3 个 250 锥形瓶中，用滴定管逐滴加入标准溶液 40.00, 放置 30 分钟，加入 2 滴甲基橙指示剂，</p>		

用标准溶液返滴定过量的盐酸至溶液由红色刚变为黄色为止即为终点。计算蛋壳中碳酸钙的质量分数。

3、实验结果记录于表 9 和表 10。

表 9 标准溶液标定

项目 \ 次数	1	2	
$\overline{C_{HCl}} / M$			

表 10 含量的测定

项目 \ 次数	1	2	
$m_{\text{蛋壳}}$			
$\overline{C_{HCl}} / M$			
$\overline{w_{CaCO_3}} / \%$			

三、预习的问题

为何要逐滴加入标准溶液？为何要放置 30 分钟再滴定？

备注：溶液配制（一个班）

(0. 1M, 10L), 0. 110L (84 浓 10L 水), 甲基橙指示剂 (1g, 500, 分装 5 个滴瓶)。, 蛋壳。

学生课外学 习引导及作 业布置	
授课日期	
课后反思	