**实验课程信息化资源**

图书名：《无机与分析化学实验》

作者：高嵩//张学军//王传胜等 著

ISBN：9787122118967

出版单位：化学工业出版社

出版时间：2011/08/01

简介：《无机与分析化学实验》共七章，包括基础知识和基本操作、化学原理及基本操作训练、化学物理量的测定、元素化学实验、定量分析实验、综合实验和设计实验共59个实验。《无机与分析化学实验》由传统的无机化学实验、化学分析实验和仪器分析实验三者有机结合而成，并将实验内容分为基础性实验、综合性实验和设计性实验三大模块，形成“验证 综合 创新”螺旋上升式实验教学体系。 《无机与分析化学实验》可作为理工院校化学类、环境类、化工类、材料类、制药类各专业本科生的教材，也可供相关科研及技术人员参考。

图书名：《无机与分析化学实验》

作者：陈若愚 著

ISBN：9787122090751

出版单位：化学工业出版社

出版时间：2010年9月1日

简介：《无机与分析化学实验(第2版)》按照“大工程观”培养目标的要求编写而成，共编入48个实验，包括四个类型：基本[物理量](http://baike.sogou.com/lemma/ShowInnerLink.htm?lemmaId=1883100&ss_c=ssc.citiao.link)与物化参数测定实验； 定量分析与仪器分析实验；综合、设计性实验和英文版原文实验。 无机与分析化学实验(第2版)可作为高等工科院校化工、材料、冶金、轻工、纺织等专业的无机与分析化学实验教材，也可作为从事相关行业的实验技术人员的参考书。

**《无机与分析化学实验》实验教学大纲**

**课程名称：无机及分析化学实验**

**课程总学时：32**

**课程总学分：2**

**实验学时：32**

适用专业及年级：生态学一年级

**开设实验项目数：8**

**本大纲执笔人：**  **审核人：**

**一、实验目的与基本要求**

无机与分析化学是生态学专业的基础课程之一。它与无机与分析化学理论课程紧密联系，学生通过本课程的学习，可加深对基础理论课程的理解，正确和较熟练地掌握化学实验，特别是分析化学实验的基本操作，学习化学实验的基本知识，提高观察、分析和解决问题的能力，培养实事求是的科学态度和认真细致的的工作作风，为学习后续课程打下良好的基础。

为达到实验目的，要求学生在实验中作到：实验前认真预习，领会实验原理了解实验步骤、注意事项，写好预习实验报告，列好相应表格。实验中严格按照规范操作，仔细观察实验现象，及时记录，学会运用所学过的理论知识解释实验现象，研究实验中发现的问题。认真写好实验报告，要求实验报告清楚、简练、整齐。通过实验过程重点掌握化学分析方法的初步知识和技能，为进一步学习专业知识奠定实验技能基础。

**二、实验项目内容与学时分配**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 实验项目名称 | 实 验 内 容 | 学时 | 实验要求 | 实验类型 | 每组人数 |
| 1 | 玻璃仪器的使用与洗涤 | (1) 基本玻璃仪器的洗涤方法和注意事项；(2) 基本玻璃仪器的使用方法和注意事项 | 464 | 必做 | 验证 | 1 |
| 2 | 天平的使用和称量 | (1) 熟悉电子天平的使用方法(2) 学会使用直接法和减量法称量试样(3) 学会正确使用称量瓶 | 4 | 必做 | 验证 | 11 |
| 3 | 容量器皿的校准 | (1) 掌握滴定管、容量瓶、移液管的使用方法(2) 学习容量皿的校准方法 | 44 | 必做 | 综合 | 1 |
| 4 | 盐酸溶液的配制与标定 | (1) 掌握滴定的基本操作和注意事项(2) 数据处理的基本方法 | 44 | 必做 | 验证 | 1 |
| 5 | EDTA的配制与标定 | 1. 学会用基准物质标定盐酸浓度的方法
2. 进一步掌握滴定操作
 | 4 | 必做 | 验证 | 1 |
| 6 | 水中钙、镁含量的测定 | (1) 掌握配位滴定的基本原理(2) 滴定方法和滴定条件 | 4 | 必做 | 验证 | 1 |
| 7 | 高锰酸钾标准溶液的配制与标定 | 1. 掌握高锰酸钾标准溶液的标定方法
 | 4 | 必做 | 验证 | 1 |
| 8 | 水体溶解氧测定 | 1. 水体中溶解氧的分析方法
2. 溶解氧分析中的计算
 | 4 | 必做 | 综合 | 11 |

\备注：实验要求填“必做”或“选做”；实验类型选其一填“验证”、“综合”、“设计”。

**三、实验成绩考核办法**

实验成绩考核采用实验报告结合出勤成绩。成绩计算采用平时实验报告成绩占80%；出勤成绩20%。

**四、实验教材和参考书**

实验教材：

南京大学《无机及分析化学实验》编写组. 《无机及分析化学实验》第三版. 高等教育出版社，2004

参考书：

武汉大学. 《分析化学实验》第三版. 高等教育出版社，1994

孙尔康等编.《化学实验基础》.南京大学出版社，1991

陈寿椿等编.《重要无机化学反应》第三版.上海科技出版社，1994

**五、主要使用的仪器设备**

电子分析天平，可见分光光度计

无机与分析化学

实验指导书

实验一 玻璃仪器的使用与洗涤

实验二 氯化钠的提纯

实验三 分析天平的使用和称量

实验四 容量器皿的校准

实验五滴定操作练习

实验六 盐酸溶液的配制与标定

实验七 水中钙、镁含量的测定

实验八 高锰酸钾标准溶液的配制与标定

实验九 过氧化钙的制备与含量分析

实验十 铁的比色测定

实验十一 生理盐水中氯化钠含量的测定

实验十二 水中溶解氧的测定

实验一 玻璃仪器的使用与洗涤

**实验内容:基本玻璃仪器的洗涤方法和注意事项**

**前言:实验室安全**

第一部分：实验室安全

一、实验室安全准则。

1）、实验室应配备足够的安全用具

2）、实验室分析人员应认真遵守实验操作规范、了解仪器设备的使用方法及操作过程中可能出现的事故。知道事故的处理方法。

3）、实验人员进行危险性操作时，例：易燃易爆品的处理、危险废液的处理、危险品的取样分析等，应穿有防护服并有第二人员陪伴，陪伴者应能清晰并完整地观察操作的全过程。

4）、玻璃管与胶管、胶塞拆离时，应先用水润湿，戴上工作手套，以免玻璃管折断扎伤。

5）、打开浓盐酸、浓硝酸、浓氨水试剂瓶时应带防护用具，开前用冷水冷却，瓶口不得对人。

6）、稀释浓硫酸、浓硝酸时是放热的过程，必要时应及时用冷水冷却。只能将浓硫酸缓缓倒入水中，不能倒反。倒时应用玻璃棒不断搅拌。

7）、蒸馏易燃液体时严禁明火。蒸馏过程人不得离开，以防温度过高或冷却水突然中断。

8）、每个试剂瓶内应贴有与内容物相符的显著的标签，严禁标签乱贴。

9）、操作中不可擅自离开教室，必须离开时应有有处理能力的人负责看管。

10）、实验室严禁进食，不可用实验器皿放置、处理食物。离室前应用洗手液（洗洁精）洗手。

11）、上课时应穿实验服，长发不可披肩，应扎起。进行危险性工作时应穿戴防护用具。实验操作时建议戴上眼镜。

12）、微生物检验室操作人员在开紫外灯杀菌前，应确认无菌室无人后方可开紫外灯杀菌，开紫外灯顺序为：先打开操作台紫外灯后立即离开无菌室缓冲间，再打开无菌室紫外灯。在紫外灯杀菌灯关闭半小时后方可进入缓冲无菌室。

13）、使用高压杀菌锅杀菌前，应查看杀菌锅内的水是否充分（应至少没过杀菌锅底的几个棱角1cm），在确认杀菌锅各组件安装正确后，方可开始杀菌，杀菌完成后，应关闭电源开关、安全阀、放气阀，待其压力自然下降至压力表指至零位后，方可打开杀菌锅，切勿打开放汽阀及强行打开杀菌锅盖。

14）、每天离开前应检查水电气窗，检查完毕后方可锁门离开。

二、实验室安全。

一切以人为本。保证实验人员的安全与健康、防止污染环境、保证实验室工作安全而有效的进行是实验室管理工作的重要内容。实验室安全包括防火、防爆、防毒、防腐蚀、电气安全和防止污染环境等方面。

（一）、防止中毒、化学灼伤、割伤

一切药品和试剂要有与其内容物相符的标签。剧毒药品应严格单独上锁保管。剧毒试剂用毕应做解毒处理。

严禁试剂入口以及用鼻子直接接近瓶口进行鉴别。鉴别时应将试剂瓶远离鼻子，用手轻轻煽动，稍闻即止。

取用带腐蚀性的药品，如强酸、强碱、浓氨水、冰乙酸等，建议戴上防护手套。拿比较重的瓶子时，应一手托住底部，一手拿住瓶口。

处理有毒有害的气体、有挥发性的药品及有毒有机试剂时（如氮氧化物、溴、氯、硫化物、汞、砷化物、乙晴、吡啶等），应在通风橱内进行。没有通风橱也要站在上风口。

稀释稀硫酸时，处理的容器必须耐热，玻璃棒必须不断地搅拌，必须将酸缓缓倒入水中。溶解氢氧化钠、氢氧化钾等药品时，因其会大量放热，故也必须用耐热容器处理。浓酸浓碱必须在各自稀释后再中和。

沸腾的液体不可马上取下。如果必须立马取下时，需用烧杯夹等工具夹住摇动后再取下，以防液体突然爆沸溅出伤人。

玻璃管插拔时应戴工作手套。玻璃管套橡皮管前，应用水润湿。

（二）、防火、防爆

实验室内必须具备灭火用具。实验人员必须知道如何使用。

操作易燃物时必须远离火源，瓶塞打不开时，切忌用火加热或用力敲打。倾倒易燃液体时还必须谨防静电。

加热可燃易燃物时，必须在水浴或者严密的电热板上缓慢进行，严禁用明火或电炉加热。

蒸馏液体时，如果需要补充液体时，应先等其冷却后再补充。蒸馏易燃物时应先通水再通电加热。

身上或手上沾有易燃物时，应立即清洗干净。不是所有的易燃物都是可以用水清洗的。

烘箱、电炉周围严禁放有易燃物或带挥发性的易燃液体。

（三）、灭火

发生火灾时不得大呼小叫、到处乱跑，应及时灭火。发生大规模火灾时，首先应快速从安全通道离开失火场所，安全后拨打119，不可单独冲入火灾现场灭火。发生局部火灾时，应立即切断电源，选择使用合适的灭火器灭火。

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 灭火器 | 灭火剂 | 适用范围 |
| 二氧化碳灭火器 | 二氧化碳液体 | 适用于扑灭油类、易燃烧、气体和电气设备的火灾 |
| 1211灭火器 | 二氟一氯一溴甲烷 | 用于油类、档案资料、电气设备、精密仪器的灭火 |
| 合成泡沫 | 发泡剂为蛋白、氟碳表面活性剂 | 扑救非水溶性可燃液体、油类和一般固体物的火灾 |
| 干粉灭火器 | 分为ABC型 BC型。前者为磷酸铵盐干粉灭火剂，后者为碳酸氢钠干粉灭火剂。 | 用于扑救油类、可燃液体、可燃气体和电气设备的火灾 |

身上的衣物着火时不可跑动。应迅速脱去衣物，或在地上打滚扑灭。灭火器不可对人脸。

（四）、有毒有害化学物质的处理

无机酸类：将废酸慢慢倒入过量的含碳酸钠或氢氧化钙的水溶液中或用废碱相互中和。中和后用大量水冲洗。

氢氧化钠、氨水：用盐酸水溶液中和后，再用大量水冲洗。

含氰废液：加入氢氧化钠使pH大于10，加入过量的3%的高锰酸钾溶液，使CN-氧化分解。

含氟废液：加入石灰使生成氟化钙沉淀。

可燃有机物：焚烧炉焚烧。

（五）、化验室用电安全

化验室用电要根据设备及房间用电总功率配备电源。

化验室电源电压要稳定。

化验室照明和设备用电要分开各项电源要匹配好。

精密仪器需要有稳压。

化验室电源要和实验室用电量大的设备电源分开。

化验室电源要有地线.三相五线制。

**（一）、常用玻璃仪器的主要用途、使用注意事项一览表**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 名 称 | 主要用途 | 使用注意事项 |
| 烧杯 | 配制溶液、溶解样品等 | 加热时应置于石棉网上，使其受热均匀，一般不可烧干 |
| 锥形瓶 | 加热处理试样和容量分析滴定 | 除有与上相同的要求外，磨口锥形瓶加热时要打开塞，非标准磨口要保持原配塞 |
| 碘瓶 | 碘量法或其它生成挥发性物质的定量分析 | 同上 |
| 圆（平）底烧瓶 | 加热及蒸馏液体 | 一般避免直火加热，隔石棉网或各种加热浴加热 |
| 圆底蒸馏烧瓶 | 蒸馏；也可作少量气体发生反应器 | 同上 |
| 凯氏烧瓶 | 消解有机物质 | 置石棉网上加热，瓶口方向勿对向自己及他人 |
| 洗瓶 | 装纯化水洗涤仪器或装洗涤液洗涤沉淀 |  |
| 量筒、量杯 | 粗略地量取一定体积的液体用 | 不能加热，不能在其中配制溶液，不能在烘箱中烘烤，操作时要沿壁加入或倒出溶液 |
| 量瓶 | 配制准确体积的标准溶液或被测溶液 | 非标准的磨口塞要保持原配；漏水的不能用；不能在烘箱内烘烤，不能用直火加热，可水浴加热 |
| 滴定管（25 50 100ml） | 容量分析滴定操作；分酸式、碱式 | 活塞要原配；漏水的不能使用；不能加热；不能长期存放碱液；碱式管不能放与橡皮作用的滴定液 |
| 微量滴定管1 2 3 4 5 10ml | 微量或半微量分析滴定操作 | 只有活塞式；其余注意事项同上 |
| 自动滴定管 | 自动滴定；可用于滴定液需隔绝空气的操作 | 除有与一般的滴定管相同的要求外，注意成套保管，另外，要配打气用双连球 |
| 移液管 | 准确地移取一定量的液体 | 不能加热；上端和尖端不可磕破 |
| 刻度吸管 | 准确地移取各种不同量的液体 | 同上 |
| 称量瓶 | 矮形用作测定干燥失重或在烘箱中烘干基准物；高形用于称量基准物、样品 | 不可盖紧磨口塞烘烤，磨口塞要原配 |
| 试剂瓶：细口瓶、广口瓶、下口瓶 | 细口瓶用于存放液体试剂；广口瓶用于装固体试剂；棕色瓶用于存放见光易分解的试剂 | 不能加热；不能在瓶内配制在操作过程放出大量热量的溶液；磨口塞要保持原配；放碱液的瓶子应使用橡皮塞，以免日久打不开 |
| 滴瓶 | 装需滴加的试剂 | 同上 |
| 漏斗 | 长颈漏斗用于定量分析，过滤沉淀；短颈漏斗用作一般过滤 |  |
| 分液漏斗：滴液 球形 梨形 筒形 | 分开两种互不相溶的液体；用于萃取分离和富集（多用梨形）；制备反应中加液体（多用球形及滴液漏斗） | 磨口旋塞必须原配，漏水的漏斗不能使用。 |
| 试管：普通试管、离心试管 | 定性分析检验离子；离心试管可在离心机中借离心作用分离溶液和沉淀 | 硬质玻璃制的试管可直接在火焰上加热，但不能聚冷；离心管只能水浴加热 |
| （纳氏）比色管 | 比色、比浊分析 | 不可直火加热；非标准磨口塞必须原配；注意保持管壁透明，不可用去污粉刷洗 |
| 冷凝管：直形 球形 蛇形 空气冷凝管 | 用于冷却蒸馏出的液体，蛇形管适用于冷凝低沸点液体蒸汽，空气冷凝管用于冷凝沸点150℃以上的液体蒸汽 | 不可聚冷聚热；注意从下口进冷却水，上口出水 |
| 抽滤瓶 | 抽滤时接受滤液 | 属于厚壁容器，能耐负压；不可加热 |
| 表面皿 | 盖烧杯及漏斗等 | 不可直火加热，直径要略大于所盖容器 |
| 研钵 | 研磨固体试剂及试样等用；不能研磨与玻璃作用的物质 | 不能撞击；不能烘烤 |
| 干燥器 | 保持烘干或灼烧过的物质的干燥；也可干燥少量制备的产品 | 底部放变色硅胶或其它干燥剂，盖磨口处涂适量凡士林；不可将红热的 物体放入，放入热的物体后要时时开盖以免盖子跳起或冷却后打不开盖子 |
| 垂熔玻璃漏斗 | 过滤 | 必须抽滤；不能聚冷聚热；不能过滤氢氟酸、碱等；用毕立即洗净 |
| 垂熔玻璃坩埚 | 重量分析中烘干需称量的沉淀 | 同上 |
| 标准磨口组合仪器 | 有机化学及有机半微量分析中制备及分离 | 磨口处勿需涂润滑剂；安装时不可受歪斜压力；要按所需装置配齐购置 |

**（二）、玻璃仪器的洗涤方法**

1.洁净剂及其使用范围

 最常用的洁净剂有肥皂、合成洗涤剂（如洗衣粉）、洗液（清洁液）、有机溶剂等。肥皂、合成洗涤剂等一般用于可以用毛刷直接刷洗的仪器，如烧瓶、烧杯、试剂瓶等非计量及非光学要求的玻璃仪器。肥皂、合成洗涤剂也可用于滴定管、移液管、量瓶等计量玻璃仪器的洗涤，但不能用毛刷刷洗。洗液多用于不能用毛刷刷洗的玻璃仪器，如滴定管、移液管、量瓶、比色管、玻璃垂熔漏斗、凯氏烧瓶等特殊要求与形状的玻璃仪器；也用于洗涤长久不用的玻璃仪器和毛刷刷不下的污垢。

 2.洗液的配制及说明

 铬酸清洁液的配制：

 处方1 处方2 处方3

 重铬酸钾 10g 200g 35g

 蒸馏水水 10ml 100ml（或适量） 33ml

 浓硫酸 100ml 1500ml 500ml

 制法：称取处方量之重铬酸钾，于干燥研钵中研细，将此细粉加入盛有适量水的玻璃容器内，加热，搅拌使溶解，待冷后，将此玻璃容器放在冷水浴中，缓慢将浓硫酸断续加入，不断搅拌，勿使温度过高，容器内容物颜色渐变深，并注意冷却，直至加完混匀，即得。

 说明：（1）硫酸遇水能产生强烈放热反应，故须等重铬酸钾溶液冷却后，再将硫酸缓缓加入，边加边搅拌，不能相反操作，以防发生爆炸。

（2）清洁液专供清洁玻璃器皿之用，它能去污去热原的作用的原因为本品具有强烈的氧化作用。重铬酸钾与浓硫酸相遇时产生具有强氧化作用的铬酐。

 （3）铬酸的清洁效力之大小，决定于反应中产生铬酐（CrO3）的多少及硫酸浓度之大小。铬酐越多，酸越浓，清洁效力越好。

 （4）用清洁液清洁玻璃仪器之前，最好先用水冲洗仪器，洗取大部分有机物，尽可能仪器空干，这样可减少清洁液消耗和避免稀释而降效。

 （5）本品可重复使用，但溶液呈绿色时已失去氧化效力，不可再用，但能更新再用。

 更新方法：取废液滤出杂质，不断搅拌缓慢加入高锰酸钾粉末，每升约6～8g，至反应完毕，溶液呈棕色为止。静置使沉淀，倾取上清液，在160℃以下加热，使水分蒸发，得浓稠状棕黑色液，放冷，再加入适量浓硫酸，混匀，使析出的重铬酸钾溶解，备用。

 （6）硫酸具有腐蚀性，配制时宜小心。

 （7）用铬酸清洁液洗涤仪器，是利用其与污物起化学反应的作用，将污物洗去，故要浸泡一定时间，一般放置过夜（根据情况）；有时可加热一下，使有充分作用的机会。

 3.洗涤玻璃仪器的方法与要求

 （1）一般的玻璃仪器（如烧瓶、烧杯等）：先用自来水冲洗一下，然后用肥皂、洗衣粉用毛刷刷洗，再用自来水清洗，最后用纯化水冲洗3次（应顺壁冲洗并充分震荡，以提高冲洗效果）。

 计量玻璃仪器（如滴定管、移液管、量瓶等）：也可用肥皂、洗衣粉的洗涤，但不能用毛刷刷洗。

 （2）精密或难洗的玻璃仪器（滴定管、移液管、量瓶、比色管、玻璃垂熔漏斗等）：先用自来水冲洗后，沥干，再用铬酸清洁液处理一段时间（一般放置过夜），然后用自来水清洗，最后用纯化水冲洗3次。

 （3）洗刷仪器时，应首先将手用肥皂洗净，免得手上的油污物沾附在仪器壁上，增加洗刷的困难。

 （4）一个洗净的玻璃仪器应该不挂水珠（洗净的仪器倒置时，水流出后器壁不挂水珠）。

（三）、玻璃仪器的干燥

 （1）晾干，不急等用的仪器，可放在仪器架上在无尘处自然干燥。

 （2）急等用的仪器可用玻璃仪器气流烘干器干燥（温度在60～70℃为宜）。

 （3）计量玻璃仪器应自然沥干，不能在烘箱中烘烤。

（四）、玻璃仪器的保管

要分门别类存放在试验柜中，要放置稳妥，高的、大的仪器放在里面。需长期保存的磨口仪器要在塞间垫一张纸片，以免日久粘住。

**三、精确滴定分析的操作（移液管、吸量管、容量瓶、滴定管）**

（一）滴定管的使用方法

1、洗涤

无明显油污不太脏的滴定管，可直接用自来水冲洗，或用洗洁精、洗衣粉水泡洗，但不可用去污粉刷洗，以免去污粉中的滑石成分划伤内壁，影响体积的准确测量。若有油污或者有水珠挂壁洗洁精无法洗净，可用铬酸洗液浸泡。洗液放出后，应用自来水冲洗直到洗液被洗涤完毕。再用纯化水淋洗3-4次，洗净后的滴定管内壁应该水珠不挂壁。

2、涂油（酸式滴定管）

酸式滴定管活塞与塞套处应该紧密结合不漏水，并且转动要灵活。为了达到这个要求，对于新的或者漏水的滴定管就必须在活塞处涂油（凡士林或真空油脂）。涂油时，紧靠活塞孔两旁不能涂凡士林，防止活塞孔被堵，应该在活塞两头涂上薄薄一层凡士林。涂完后，把活塞放回套内，向同一方向旋转活塞几圈，使凡士林分布均匀。然后将活塞固定在塞套内，防止滑出。

3、试漏

酸式滴定管：关闭活塞，装入一定量的纯化水，直立于滴定管架上，静待约2分钟。仔细观察刻线液面是否有下降，滴定管下端是否有水珠漏出，活塞缝隙是否有水渗出。然后将活塞转动180度再观察。如果有漏水现象，应该重新涂油。

碱式滴定管：装入一定量的纯化水，直立静待约2分钟，仔细观察刻线液面是否有下降，滴定管下端是否有水珠漏出。如果漏水，应该更换胶管或者玻璃珠。更换后再试。

1. 装溶液、赶气泡

装入溶液前，用预装的溶液润洗滴定管3次，每次用约10ml，从下口放出少量用以洗涤尖嘴处，然后关闭活塞横持滴定管并慢慢转动，使溶液与管内壁处处接触，最后从上口倒出。尽量倒空后再润洗2次，每次均要冲洗尖嘴部分。装入溶液后要记得除去管中的气泡。

1. 滴定

滴定过程应在锥形瓶中进行。滴定时左手滴定，右手摇瓶。操作酸式滴定管时，左手拇指在管前，食指和中指在管后，手指略微弯曲，轻轻向内扣住活塞。手心空握，以免活塞松动或者顶出活塞使溶液从活塞处漏出，造成滴定不准确。

滴定时，滴定速度不得太快，以每秒3-4滴为宜，切不可成液柱流下。边滴边摇。向同一方向作圆周运动而不应该前后振摇，避免溅出溶液。临近终点时，应1滴或半滴加入，并用洗瓶吹入少量水冲洗锥形瓶内壁，使附着的溶液全部流下。然后摇动锥形瓶，并观察终点是否已经到达。

1. 读数

由于水溶液的附着力和内聚力的作用，滴定管液面呈弯月形。读数时，遵循以下规则：

1. 注入溶液或放出溶液后，需要等待30秒左右再读数（使附着在内壁上的溶液流下）
2. 滴定管应用拇指和食指拿住滴定管的上端，使管身保持垂直后读数。
3. 对于无色或者浅色溶液，应使视线与弯月面下缘实线最低处相切。对于有色溶液，应使视线与液面两侧的最高点相切。读数时，初读和终读应用统一标准。



 图1-1 碱式滴定管排气 图1-2 目光在不同位置得到的滴定管读数



图1-3 滴定操作

1. 注意事项
2. 滴定管用毕后，倒去管内剩余溶液，洗净，装入纯化水至刻度以上，用试管套住管口。这样，下次使用前不必用洗液清洗。
3. 酸式滴定管长期不用时，活塞部分应垫纸。碱式滴定管不用时将胶管拔下，蘸滑石粉保存。
4. 滴定管有无色、棕色两种，一般需避光的滴定液（如硝酸银滴定液、碘滴定液、高锰酸钾滴定液、亚硝酸钠滴定液、溴滴定液等），需用棕色滴定管。

（二）、移液管和吸量管

1、洗涤

洗涤前，先检查管口和尖端有无破损，若有破损则不可使用。洗涤要求和过程可参考滴定管的洗涤。

2、吸取溶液

用右手的拇指和中指捏住管的上端，将管的下口插入欲取的溶液中。吸的时候，左手拿洗耳球，右手拿移液管（左撇子相反）。吸前，应用待吸溶液润洗移液管。具体步骤可参考滴定管的润洗。下口的外壁应保持干净。

3、调节液面

调节时，移液管应离开液面。调节时，管身应保持直立，略微放松食指，使管内溶液慢慢从下口流出，直到溶液的弯月面底部与预期标线相切为止。此时立即用食指压紧管口。将尖端的挂滴除去。

4、放出液体

放出前，应将管外壁擦干。放出时，移液管应保持直立，管下端靠近容器壁，容器可略微倾斜一定度数，以便管下口紧贴内壁。溶液流完后，尖端接触容器内壁约15秒后，再将移液管移去。残留在管末端的溶液，如无法用重力使其流出，即不可用外力强行使其流出。（如果是带吹字的移液管，流毕后应用洗耳球将残留液体吹出）

5、注意事项

（1）为减少误差，吸量管吸液体时，每次都应从最上面刻度为起始点，往下放出所需体积，而不是需要放出多少体积就吸取多少体积。

（2）移液管和吸量管不可烘干，应该自然晾干。

（3）需精密量取5、10、20、25、50ml等整数体积的溶液，应选用相应大小的移液管，不能用两个或多个移液管分取相加的方法来精密量取整数体积的溶液。

（4）使用同一移液管量取不同浓度溶液时要充分注意荡洗（3次），应先量取较稀的一份，然后量取较浓的。在吸取第一份溶液时，高于标线的距离最好不超过1cm，这样吸取第二份不同浓度的溶液时，可以吸得再高一些荡洗管内壁，以消除第一份的影响。

（三）、容量瓶

1、试漏

使用前，应该先检查容量瓶瓶塞是否密合。因此，可在瓶内装入一定量的纯化水，盖上塞，用手按住塞，倒立容量瓶，观察瓶口是否有水渗出。塞子与容量瓶应一一对应，塞子不可乱盖，塞子可用塑料细绳将其拴在瓶颈上。

2、洗涤

先用自来水洗，再用纯化水洗3-4次。如果较脏，可用铬酸洗液洗涤。洗毕，先用自来水将铬酸洗净，再用纯化水洗。洗完后倒置自然晾干备用，不可烘干。

3、转移

配制溶液时，一般将物质在小烧杯里溶解后再定量转移到容量瓶里。转移时，可用玻璃棒插入容量瓶内刻度线以下，将烧杯嘴靠近玻璃棒，使溶液沿玻璃棒慢慢流入。残留在玻璃棒上的少量溶液，应用少量纯化水冲洗。残留在烧杯中的溶液，可用纯化水洗涤3-4次，洗涤液按以上方法转移到容量瓶中。转移时，刻度线以上不可有液体挂在瓶壁上。否则，将会影响溶液的浓度。

4、定容

溶液转入容量瓶后，加纯化水，加到约一半时，将容量瓶平摇几次，不可倒转摇动，作初步混匀。加至近标线时应小心地逐滴加入。直到加至溶液的弯月面底部与标线处相切为止。

5、摇匀

一手按住塞子，另一手顶住底部，将容量瓶倒转并振摇，再倒转过来。这样反复15次左右，即可混匀。

6、注意事项

（1）容量瓶可短期存放溶液，但不可长期存放溶液

（2）容量瓶长期不用，应洗净，塞子用纸垫住

（3）容量瓶不可烘干，急需时，可用吹风机吹干。



图1-4 转移溶液入容量瓶 图1-5 混均操作

 实验二 氯化钠的提纯

**一:实验目的**

1．掌握提纯NaCl的原理和方法。

2．学习溶解、沉淀、常压过滤、减压过滤、蒸发浓缩、结晶和烘干等基本操作。

3．了解Ca2+、Mg2+、SO42-等离子的定性鉴定。

**二:实验原理**

化学试剂或医药用的NaCl都是以粗食盐为原料提纯的，粗食盐中含有Ca2+、Mg2+、K+和SO42-等可溶性杂质和泥沙等不溶性杂质。选择适当的试剂可使Ca2+、Mg2+、SO42-等离子生成难溶盐沉淀而除去，一般先在食盐溶液中加BaCl2溶液，除去SO42-离子：

Ba2+ + SO42- = BaSO4↓

然后再在溶液中加Na2CO3溶液，除Ca2+、Mg2+和过量的Ba2+：

Ca2+ + CO32- = CaCO3↓

Ba2+ + CO32- = BaCO3↓

2Mg2+ + 2OH- + CO32- = Mg2(OH)2CO3↓

过量的Na2CO3溶液用HCl中和，粗食盐中的K+仍留在溶液中。由于KCl溶解度比NaCl大，而且粗食盐中含量少，所以在蒸发和浓缩食盐溶液时，NaCl先结晶出来，而KCl仍留在溶液中。

**三:器材和药品**

1．器材

循环水泵，抽滤瓶，布氏漏斗，普通漏斗，烧杯，蒸发皿，台秤，滤纸，pH试纸。

2．药品

NaCl(粗)，H2SO4(3mol·L-1)，Na2CO3(饱和溶液)，HCl(6mol·L-1)，(NH4)2C2O4(饱和溶液)，BaCl2(1mol·L-1)，BaCl2(0.2mol·L-1)，NaOH(6mol·L-1)，HAc(2mol·L-1)，镁试剂(对硝基偶氮间苯二酚)。

**四:实验方法**

一、NaCl的提纯

1．粗盐溶解

称取15g粗食盐于100mL烧杯中，加入50mL水，用电磁加热搅拌器(或酒精灯)加热搅拌使其溶解。

2．除SO42-

加热溶液至沸，边搅拌边滴加1mol·L-1 BaCl2溶液约3～4mL，继续加热5min，使沉淀颗粒长大易于沉降。

3．检查SO42-是否除尽

将电磁搅拌器(或酒精灯)移开，待沉降后取少量上清液加几滴6mol·L-1 HCl，再加几滴1mol·L-1 BaCl2溶液，如有混浊，表示SO42-尚未除尽，需再加BaCl2溶液直至完全除尽SO42-。

4．除Ca2+、Mg2+和过量的Ba2+

将上面溶液加热至沸，边搅拌边滴加饱和Na2CO3溶液，至滴入Na2CO3溶液不生成沉淀为止，再多加0.5mL Na2CO3溶液，静置。

5．检查Ba2+是否除尽

用滴管取上清液放在试管中，再加几滴3mol·L-1 H2SO4，如有混浊现象，则表示Ba2+未除尽，继续加Na2CO3溶液，直至除尽为止。常压过滤，弃去沉淀。

6．用HCl调整酸度除去CO32-

往溶液中滴加6mol·L-1HCl，加热搅拌，中和到溶液呈微酸性(pH=3～4左右)。

7．浓缩与结晶

在蒸发皿中把溶液浓缩至原体积的1/3，冷却结晶，抽吸过滤，用少量的2：1酒精水溶液洗涤晶体，抽滤至布氏漏斗下端无水滴。

然后转移到蒸发皿中小火烘干(除去何物？)，冷却产品待检验。

二、产品纯度的检验

取粗食盐和提纯后的产品NaCl各0.5g，分别溶于约5mL蒸馏水中，然后用下列方法对离子进行定性检验并比较二者的纯度。

1．硫酸根离子的检验

在两支试管中分别加入上述粗、纯NaCl溶液约1mL，分别加入2滴6mol·L-1HCl和3～4滴0.2mol·L-1 BaCl2溶液，观察其现象。

2．钙离子的检验

在两支试管中分别加入粗、纯NaCl溶液约1mL，加2mol·L-1HAc使呈酸性，再分别加入3～4滴饱和草酸铵溶液，观察现象。

3．镁离子的检验

在两支试管中分别加入粗、纯NaCl溶液约1mL，先各加入约4～5滴6mol·L-1NaOH，摇匀，再分别加3～4滴镁试剂溶液，溶液有蓝色絮状沉淀时，表示有镁离子存在。反之，若溶液仍为紫色，表示无镁离子存在。

三、实验结果

1．产品外观：(1)粗盐：\_\_\_\_\_\_\_\_(2)精盐：\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

2．产品纯度检验

实验现象记录及结论

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 检验项目 | 检验方法 | 被检溶液 | 实验现象 | 结论 |
| SO42- | 加入6mol·L-1HCl，0.2mol·L-1 BaCl2 | 1mL粗NaCl溶液 |   |   |
| 1mL纯NaCl溶液 |   |   |
| Ca2+ | 饱和溶液(NH4)2C2O4 | 1mL粗NaCl溶液 |   |   |
| 1mL纯NaCl溶液 |   |   |
| Mg2+ | 6mol·L-1NaOH镁试剂 | 1mL粗NaCl溶液 |   |   |
| 1mL纯NaCl溶液 |   |   |

**五:思考题**

1．在除去Ca2+、Mg2+、SO42-时为何先加BaCl2溶液，然后再加Na2CO3溶液？

2．能否用CaCl2代替毒性大的BaCl2来除去食盐中的SO42？

3．在除Ca2+、Mg2+、SO42-等杂质离子时，能否用其他可溶性碳酸盐代替Na2CO3？

4．在提纯粗食盐过程中，K+将在哪一步操作中除去？

5．加HCl除去CO32-时，为什么要把溶液的pH调至3～4？调至恰好为中性如何？(提示：从溶液中H2CO3 、HCO3-和CO32-浓度的比值与pH值的关系去考虑。)

实验三 天平的使用和称量

**试验目的**

1. 练习并熟练掌握电子天平的基本操作和常用称量方法。
2. 培养准确、整齐、简明记录实验原始数据的习惯。

**实验原理**

本次实验使用电子天平。其称量是依据电磁力平衡原理。称量通过支架连杆与一线圈相连，该线圈置于固定的永久磁铁——磁钢之中，当线圈通电时自身产生的电磁力与磁钢磁力作用，产生向上的作用力。该力与称盘中称量物的向下重力达平衡时，此线圈通入的电流与该物重力成正比。利用该电流大小可计量称量物的重量。其线圈上电流大小的自动控制与计量是通过该天平的位移传感器、调节器及放大器实现。当盘内物重变化时、与盘相连的支架连杆带动线圈同步下移，位移传感器将此信号检出并传递、经调节器和电流放大器调节线圈电流大小，使其产生向上之力推动称盘及称量物恢复原位置为止，重新达线圈电磁力与物重力平衡，此时的电流可计量物重。电子天平是物质计量中惟一可自动测量、显示甚至可自动记录、打印结果的天平。其最大称量与精度与前述分析天平相同，最高读数精度可达±0.01mg，实用性很宽。但应注意其称量原理是电磁力与物质的重力相平衡，即直接检出值是mg而非物质质量m。故该天平使用时，要随使用地的纬度，海拔高度随时校正其g值，方可获取准确的质量数。常量或半微量电子天平一般内部配有标准砝码和质量的校正装置，经随时校正后的电子天平可获取准确的质量读数。

**实验步骤**

1. 直接称量法：准确称量各自的称量瓶瓶身、瓶盖，称量瓶瓶身＋瓶盖。
2. 递减称量法：称取0.3～0.4 g K2Cr2O7试样三份。

**四、数据记录**

1．直接称量法

|  |  |
| --- | --- |
| 坩埚编号 | 坩埚质量(g) |
|  |  |
|  |  |
|  |  |

2．差减称量法

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 称量次数 | 称量瓶及试样重(g) | 样品编号 | 样品的质量(g) |
| 1 |  | 一 |  |
| 2 |  |
| 二 |  |
| 3 |  |
| 三 |  |
| 4 |  |
| 四 |  |

**五、具体要求**

(1)准备:必须使天平通电源,预热60分钟.

(2)开机:使天平空载,按[ON]键,天平进行自检,当天平显示回零时,就可以称量了.

(3)关机:确保称量空载后,按[OFF]键,天平如长时间不用,请拔去插头.

(4)校准:以下情况需要校准,首次使用,天平改变安放位置后,称量工作中定期进行.

(5)称量:程来那个时须等显示器左下角"O"消失后,才可读书.

电子天平使用的注意事项

(1)使用时动作要轻缓,不可移动天平;防止开门及放置被称物时动作过重.

(2)避免影响天平示值变动的各种因素,如空气对流,温度波动,容器不够干燥等.热的物体必须在干燥器内冷却至室温后再进行称量.

(3)学生只允许按,和键,不要触动其他控制键.

(4)注意药品不可洒落在天平内,并且药品不可直接放置在称量盘上称量.

(5)取下天平罩,首先检查天平是否水平,天平盘上是否有粉层或其他落入的物质,如有,请用毛刷清理干净.

(6)按键,打开显示器,当显示器上出现"0.0000"时,即可进行称量;如果显示不是"0.0000"时,则按一下键调零.

(7)将被称物轻放在称量盘中央位置上,待显示器左下角的"O"消失后,便可读数和记录.

(8)称量完毕后,取下被称物,关好天平门.如果不久还要使用天平,应暂不按键,天平将自动保持零位;或者按一下键,使天平处于待命状态(不用取下插座).

**六. 思考题**

（1）、用分析天平称量的方法有哪几种：固定称量法和递减称量法各有何优缺点？在什么情况下选用这两种方法？如使用的是电子天平，如何进行这两种方法的称重更好？

（2）、在实验中记录应准至几位？为什么？

**实验四 容量器皿的校准**

**一、实验目的**

* 1. 掌握[滴定管](http://hxzx.jlu.edu.cn/lab/2jiaoxue/xiangmu/chem/103.htm#1#1)、[移液管](http://hxzx.jlu.edu.cn/lab/2jiaoxue/xiangmu/chem/103.htm#1#1)、[容量瓶](http://hxzx.jlu.edu.cn/lab/2jiaoxue/xiangmu/chem/103.htm#1#1)的使用方法
	2. 练习滴定管、移液管、容量瓶的校准方法，并了解容量瓶器皿校准的意义

**二、实验原理**

滴定管，移液管和容量瓶是滴定分析法所用的主要量器。容量器皿的容积与其所标出的体积并非完全相符合。因此，在准确度要求较高的分析工作中，必须对容量器皿进行校准。

由于玻璃具有热胀冷缩的特性，在不同的温度下容量器皿的体积也有所不同。因此，校准玻璃容量器皿时，必须规定一个共同的温度值，这一规定温度值为标准温度。国际上规定玻璃容量器皿的标准温度为20℃。既在校准时都将玻璃容量器皿的容积校准到20℃时的实际容积。容量器皿常采用两种校准方法。

1. 相对校准

要求两种容器体积之间有一定的比例关系时，常采用相对校准的方法。例如，25mL移液管量取液体的体积应等于250mL容量瓶量取体积的10%。

1. 绝对校准

绝对校准是测定容量器皿的实际容积。常用的校准方法为衡量法，又叫称量法。即用天平称得容量器皿容纳或放出纯水的质量，然后根据水的密度，计算出该容量器皿在标准温度20℃时的实际体积。由质量换算成容积时，需考虑三方面的影响：

* 1. 水的密度随温度的变化
	2. 温度对玻璃器皿容积胀缩的影响
	3. 在空气中称量时空气浮力的影响

 为了方便计算，将上述三种因素综合考虑，得到一个总校准值。经总校准后的纯水密度列于表2-1.

表2—1 不同温度下纯水的密度值

（空气密度为0.0012g·cm-3,钙钠玻璃体膨胀系数为2.6×10-5℃-1）

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|   温度/℃ |  密度/（g·mL-1） |  温度/℃ | 密度/（g·mL-1） |
| 1011121314151617181920 | 0.99840.99830.99820.99810.99800.99790.99780.99760.99750.99730.9972 | 21222324252627282930 | 0.99700.99680.99660.99640.99610.99590.99560.99540.99510.9948 |

 实际应用时，只要称出被校准的容量器皿容纳和放出纯水的质量，再除以该温度时纯水的密度值，便是该容量器皿在20℃时的实际容积。

1. 在18℃，某一50mL容量瓶容纳纯水质量为49.87g,计算出该容量瓶在20℃时的实际容积。

解：查表得18℃时水的密度为0.9975 g·mL，所以在20℃时容量瓶的实际容积V20为：

  

  3.溶液体积对温度的校正

容量器皿是以20℃为标准来校准的，使用时则不一定在20℃，因此，容量器皿的容积以及溶液的体积都会发生改变。由于玻璃的膨胀系数很小，在温度相差不太大时，容量器皿的容积改变可以忽略。稀溶液的密度一般可用相应水的密度来代替。

【例2】在10℃时滴定用去25.00mL0.1mol·L标准溶液，问20℃时其体积应为多少？

 解：0.1 mol·L稀溶液的密度可以用纯水密度代替，查表得，水在10℃时密度为0.9984，20℃时密度为0.9972。故20℃时溶液的体积为：



**三、仪器**

分析天平及砝码，50mL酸式滴定管，25mL移液管，250mL容量瓶，50mL容量瓶，温度计（0～50℃或0～100℃，公用），洗耳球。

**四、实验方法**

1、酸式滴定管的校正

* + 1. 清洗50mL酸式滴定管1支
		2. 练习并掌握用凡士林涂酸式滴定管活塞的方法和除去滴定管气泡的方法
		3. 练习正确使用滴定管和控制液滴大小的方法
		4. 酸式滴定管的校准。 先将干净并且外部干燥的50mL容量瓶，在台秤上粗称其质量，然后在分析天平上称量，准确称至小数点后第二位（0.01g）（为什么？）。将去离子水装满欲校准的酸式滴定管，调节液面至0.00刻度处，记录水温，然后按每分钟约10mL的流速，放出10mL（要求在10mL 0.1mL范围内）水于已称过质量的容量瓶中，盖上瓶塞，再称出它的质量，两次质量之差即为放出水的质量。用同样的方法称量滴定管中从10mL到20mL，20mL到30mL……等刻度间水的质量。用实验温度时的密度除每次得到的水的质量，即可得到滴定管各部分的实际容积。将25℃时校准滴定管的实验数据列入表2-2中。

例如：25℃时由滴定管放出10.10mL水，其质量为10.80g，算出这一段滴定管的实际体积为：



故滴定管这段容积的校准值为10.12－10.10=＋0.02mL。

 2.移液管的校准

将25mL移液管洗净，吸取去离子水调节至刻度，放入已称量的容量瓶中，再称量，根据水的质量计算在此温度时的实际容积。两支移液管各校准2次，对同一支移液管两次称量差，不得超过20mg，否则重做校准。测量数据按表2-3记录和计算。

表2-2 滴定管校准表

（水的温度为25℃，水的密度为0.9961 g·mL-1）

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 滴定管读数 |  容积/mL | 瓶与水的质量/g |  水质量/g |  实际容积/mL | 校准值 | 累积校准值/mL |
| 0.0310.1320.1030.0840.0349.97 |  10.109.979.979.959.94 | 29.20（空瓶）39.2849.1959.1869.1379.01 | 10.089.919.999.939.88 | 10.129.9510.039.979.92 | +0.02－0.02+0.06+0.02－0.02 |  +0.020.00+0.06+0.08+0.06 |

表2-3 移液管校准表

|  |
| --- |
| （水的温度= ℃， 密度= g·mL-1） |
| 移液管编号 | 移液管容积/g | 容量瓶质量/g | 瓶与水的质量/g | 水质量/g | 实际容积/mL | 校准值/mL |
| Ⅰ |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
| II |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |

3.容量瓶与移液管的相对校准

用25mL移液管吸取去离子水注入洁净并干燥的250mL容量瓶中（操作时切勿让水碰到容量瓶的磨口）。重复10次，然后观察溶液弯月面下缘是否与刻度线相切，

若不相切，另做新标记，经相互校准后的容量瓶与移液管均做上相同记号，可配套使用。

**五、思考与讨论**

1. 称量水的质量时，为什么只要精确至0.01g？

2. 为什么要进行容器器皿的校准？影响容量器皿体积刻度不准确的主要因素有哪些？

3. 利用称量水法进行容量器皿校准时，为何要求水温和室温一致？若两者有稍微差异时，以哪一温度为准？

4. 从滴定管放去离子水到称量的容量瓶内时，应注意些什么？

5. 滴定管有气泡存在时对滴定有何影响？应如何除去滴定管中的气泡？

6. 使用移液管的操作要领是什么？为何要垂直流下液体？为何放完液体后要停一定时间？最后留于管尖的液体如何处理？为什么？？

**实验五、滴定操作练习**

**一、实验目的;**

1、掌握分析化学滴定操作中的器皿洗涤、天平使用、容量瓶使用、移液管使用和滴定操作。

2、熟悉滴定误差的减免方法

3、初步掌握酸碱指示剂的使用

1. **实验原理**

1、器皿洗涤：定量容器（移液管、滴定管、容量瓶）的容量不可改变，洗涤时主张用洗液；余器皿可用去污粉、洗涤剂等洗涤。洗涤洁净程度除洗全之外，还与洗涤次数有关，遵循：ni = n0 (V0/Vi)i

n0 ——初始残留量，V0——残留体积（ml）

Vi——洗涤液体积， ni——洗涤后残留量

i——洗涤次数

2、天平使用：天平用于称量物质的质量。根据对物质定量分析允许的误差大小，采用不同精度的天平称量。天平称量的物质质量，按天平精度准确记录有效数字。天平称量分为直接法、减量法和固定样法。对于化学性质稳定、无毒害的物质称量采用直接法。对于称量固定质量的，精细点样操作。对于化学性质不稳定、有毒害的物质称量采用减量法，被称量物质置于称量器皿之内进行称量。

3、容量瓶：是分析试验不可缺少的重要器皿和容器之一，配置标准溶液往往需要它。将小烧杯中的溶液(固体物质必须溶解完全)定量转入到容量瓶中，并将容量瓶稀至刻度摇匀，这一过程简称“定容”。

4、移液管：分为固定容量移液管（大肚移液管）和刻度移液管（刻度吸量管）。移液管的移取溶液的过程简称“分取”溶液。

1. 滴定分析：是常量分析的有效手段之一，滴定操作是分析化学基本操作之一。
2. **实验准备**

1、环境准备：2人一个水槽；4人一桶（10L）蒸馏水；4人一台恒温水浴箱；16人一个烘箱；一人一台电子天平（配齐干燥器、称量瓶、称量手套或称量夹，称量勺），10人一台电子台秤 。

2、器皿准备：每人准备，烧杯 100mL 2个 ，250mL 2个；容量瓶100mL 1个，250mL 2个；锥形瓶 250mL 5个；试剂瓶 500mL磨口瓶2个，塑料瓶2个；洗瓶1个；50mL洗耳球1个；酸式滴定管（25mL~50mL）1支，碱式滴定管（25mL~50mL）1支；移液管（25mL~50mL）1支，刻度吸管（1ml、2mL、5mL、10mL）各1支；滴定台一套，托盘1个。

3、0.10mol/L NaOH 每人200mL.配置方法：按10L计：台秤称取40g分析纯 NaOH ，溶于100mL烧杯中，移入1L塑料试剂瓶中混匀。放置一定时间后，将上部清液移入另外1L塑料试剂瓶中混匀，将此溶液稀至0.10mol/L后分装入500mL塑料试剂瓶中备用（按4人1分准备）。

4、无水Na2CO3分析纯的干燥：移取试剂于数个称量瓶中，半开盖于260**℃**～270℃烘箱内干燥0.5 h ，取出放入干燥器内备用。

5、K2Cr2O7 分析纯的干燥：移取试剂于数个称量瓶中，半开盖于130**℃**～150**℃**烘箱内干燥**0.5** h～1.0 h，取出放入干燥器内备用.

6、HCl 分析纯 放置通风柜内备用 。

7、准备耐酸碱手套一付。

8、酚酞指示剂配制：0.1%。1g酚酞溶于900mL乙醇和100mL蒸馏水的混合液中。

9、甲基橙指示剂的配制：0.1%。1g甲基橙溶于1L热的蒸馏水中。

四、**试验步骤**

1、 器皿的洗涤（略）（演示）

2、天平称量练习（演示）

⑴、固定质量称量法 称取0.5000g K2Cr2O7试样两份。称量方法如下：将表皿（或硫酸纸等）置于电子天平中，去皮，用样勺将试样（K2Cr2O7）慢慢加到表面皿的中央，直到天平读数近0.5000g 时,小心关上天平们，稳定后读数。若有差距，应小心加减，直至稳定读数为0.5000±0.0003g 为止。记录称量结果（天平屏幕显示的实际数字）和称量时间（耗时）。称量后将试样（K2Cr2O7）倒入指定器皿留存。

⑵、递减称量法 称取0.30～0.35g无水Na2CO3试样5份。称量方法如下：将称量瓶(盛有无水Na2CO3) 置于电子天平中，读数，记录W1,按操作倾倒出适量试样于干净小烧杯中，再称，直到符合称取范围后记录W2 。W2 －W1=第一份样重。然后再称取下一份样品。记录称量结果和称量时间。

称出的是标准物质盛装于1个小烧杯中，贴上标签，表明5次称量的物质质量、日期和操作者。后面用于滴定练习标定HCl溶液。

（3）、容量瓶的定容练习 首先用水代替试液练习数次直至有把握后，将“2”中称取的无水Na2CO3 加入少量蒸馏水（搅拌）溶解，按操作定量移入250.0ml容量瓶中。定容。贴上标签，表明质量、浓度、日期和操作人。（演示）

（4）、移液管的分取溶液练习 首先用水代替试液练习数次直至有把握后，将“3”中容量瓶中的溶液分取到锥形瓶中待滴定。（演示）

（5）、0.10mol/L HCl 配制 用量筒量取浓HCl 4mL于500mL 试剂瓶中，稀至500mL 摇匀。贴标签备用。

5、滴定练习（演示）

⑴、练习：准确移取20.00(或25.00)mL 0.10mol/L NaOH 溶液于锥形瓶中，加入1～2滴指示剂（甲基橙、酚酞等），用HCl滴定。注意滴定速度（见滴成线），终点前的1滴和半滴控制。到终点（变色）后，可滴加1～2滴NaOH溶液，再次滴定，把握终点前后的1滴和半滴控制。另取三分0.10mol/L NaOH 溶液于锥形瓶中，用HCl 准确滴定。准确记录。

⑵、标定HCl将“3”中容量瓶内Na2CO3 准确分取3份（20～25mL）于锥形瓶中,用上述HCl 滴定，准确记录结果。三份之间消耗HCl体积绝对误差≤0.02mL。

**五、思考题（提问）**

1、 如何判断器皿是否洗涤干净？

2、为什么滴定管、移液管、容量瓶等量器不能用去污粉洗涤？

3、分取溶液的量器为什么用原液润洗2-3次？当我们把分取的溶液至于锥形瓶之前，锥形瓶需要用原液润洗吗？

4、请阐述移液管用原液润洗的注意事项。

5、如果用一正常的分析天平直接称量物质时，当关上天平门准备读数时，发现称量值不断的升高，是何原因？如何解决？0

6、 各种记录应直接记录在实验报告指定格式上，若随意记在手上或零碎纸上可能会出现什么后果？

7、滴定至终点时，不仅要控制半滴（溶液）（？），为什么还要用洗瓶中蒸馏水冲洗锥形瓶内壁？

**六、 附录**

实验报告样式：

  实验目的

2、   实验原理

3、   实验仪器与试剂

4、   实验步骤

5、   实验过程记录

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 称量方法 | 物质1 重（质量g） | 物质2 重（质量g） | 物质3重（质量g） | 物质4 重（质量g） |
| 直接法 |   |   |   |   |

称量记录格式：直接法：

减量法

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 称量方法 | 物质1 重（质量g） | 物质2 重（质量g） | 物质3重（质量g） | 物质4 重（质量g） |
| 减量法 | W1=W2=试剂1重 | W2=W3=试剂2重 | W3=W4=试剂3重 | W4=W5=试剂4重 |

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 被滴定试液 | 试液1 ml | 试液2 ml | 试液3 ml  | 试液4 ml |
| 滴定剂 | 初读数=终读数=滴定剂消耗= | 初读数=终读数=滴定剂消耗= | 初读数=终读数=滴定剂消耗= | 初读数=终读数=滴定剂消耗= |
| 试液浓度 |  mol/L |  mol/L |  mol/L |  mol/L |

滴定记录格式：

6、   计算公式：

7、   结果：

8、   讨论（针对实验中的问题和思考题进行讨论）

实验六 盐酸溶液的配制与标定

**一、目的要求**

1. 掌握减量法准确称取基准物的方法。
2. 掌握滴定操作并学会正确判断滴定终点的方法。
3. 学会配制和标定盐酸标准溶液的方法。

**二、原理**

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

标定HCl溶液的基准物质常用的是无水Na2CO3，其反应式如下：

Na2CO3 ＋ 2HCl 2NaCl ＋ CO2 ＋ H2O

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

**三、试剂**

1.浓盐酸（密度1.19）

2.溴甲酚绿-甲基红混合液指示剂：量取30mL溴甲酚绿乙醇溶液（2g/L），加入20mL甲基红乙醇溶液（1g/L），混匀。

**四、步骤**

1. 0.1mol·L-1HCl溶液的配制

用量筒量取浓盐酸9mL，倒入预先盛有适量水的试剂瓶中，加水稀释至1000mL，摇匀，贴上标签。

1. 盐酸溶液浓度的标定

用减量法准确称取约0.15g在270~300℃干燥至恒量的基准无水碳酸钠，置于250mL锥形瓶，加50mL水使之溶解，再加10滴溴甲酚绿-甲基红混合液指示剂，用配制好的HCl溶液滴定至溶液由绿色转变为紫红色，煮沸2min，冷却至室温，继续滴定至溶液由绿色变为暗紫色。由Na2CO3的重量及实际消耗的HCl溶液的体积，计算HCl溶液的准确浓度。

**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。

3. 实验中应注意的问题

（1）溶解Na2CO3基准物要注意：

a. 称取的Na2CO3分别装于已编号的三个锥形瓶中。

b. 溶解Na2CO3时，不能用玻璃棒伸进去搅拌。

c. 要等Na2CO3完全溶解后再加指示剂。

（2）滴定一个样品加一个指示剂，不允许几个锥形瓶一起加指示剂。

（3）溶液由黄色变为橙色为终点。

**思 考 题**

1. 作为标定的基准物质应具备哪些条件？
2. 欲溶解Na2CO3基准物质时，加水50mL应以量筒量取还是用移液管吸取？为什么？
3. 本实验中所使用的称量瓶、烧杯、锥形瓶是否必须都烘干？为什么？
4. 标定HCl溶液时为什么要称0.15g左右Na2CO3基准物？称得过多或过少有何不好？
5. 用Na2CO3标定HCl，应采用什么指示剂？为什么？
6. Na2CO3应该如何预先处理？为什么？
7. 溶解基准物Na2CO3所加蒸馏水的容积是否要准确？为什么？
8. 如何计算Na2CO3的称取量？

实验七:水中钙,镁含量的测定

**一、实验目的**

1.掌握配位滴定法测定水的总硬度的原理和方法；

2.进一步了解金属指示剂的变色原理和控制酸度的重要作用。

**二、实验原理**

含有钙镁盐类的水称为硬水，水的硬度是将水中的 Ca 2+、Mg 2+均折合为CaO或CaCO3的量来计算。水中钙镁离子的含量可以用EDTA配位滴定法测定。由配位滴定的原理和EDTA与Ca 2+、Mg 2+的配位滴定的条件稳定常数可知，取一份水样，在pH=10时，以铬黑T为指示剂，可用EDTA标准溶液直接测定水样中的Ca2+和Mg2+（为使终点颜色变化更为敏锐，可用K-B指示剂，此时用EDTA标准溶液滴定至溶液由酒红色变为蓝绿色，即为终点），这样可求得水样中Ca2+和 Mg 2+ 的总量或水的硬度。另取一份水样，加入 NaOH 调节试液的 pH = 12～13，此时Mg 2+形成Mg(OH) 2沉淀而不再与EDTA标准溶液反应。此时加入Ca指示剂，可用EDTA标准溶液直接滴定Ca 2+，Mg2+因为生成沉淀被掩蔽起来而不干扰测定Ca2+，由此可求得水样中Ca 2+的含量，由Ca 2+和Mg2+的总量减去Ca 2+的含量可求出Mg 2+的含量。

当 pH=12 时　　　　　　　　Mg 2++2OH - = Mg(OH) 2 ↓

Ca 2+ +Y 4- = CaY 2-

而 pH=10 时　　　　　　　　Ca 2+ +HY 3- =CaY 2- +H +

Mg 2+ +HY 3- =Mg 2- =H +

滴定时，Fe 3+、Al 3+等干扰离子可用三乙醇胺（酒石酸钠钾）予以掩蔽；Cu 2+、Pb 2+、Zn 2+等重金属离子干扰离子可用KCN（必须在碱性介质中）、Na 2 S或巯基乙酸来掩蔽，其它重金属离子可用铜试剂（DDTC）等予以掩蔽。

我国目前采用两种方法表示水的硬度：一种德国度（o）计，一德国度表示1L水中含CaO的量为10mg；另一种以ppm计，1ppm表示1L水中含CaCO 3 的量为1mg，通常用德国度来表示水的总硬度。

**三、实验用品**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 浓度 | 体积 | 配制方法 |
| EDTA | 0.01000 mol/L | 500ml/人 | 185gEDTA溶解于50L蒸馏水中(如有沉淀用NaOH加至pH=5) |
| NaOH | 6mol/L | 500mL | 120gNaOH溶解于500ml蒸馏水中 |
| 钙指示剂 | 0.005 | 10ml/人 | 2.5g钙指示剂加50ml三乙醇胺和450ml乙醇,充分搅拌(周六实验,周五配制),分装 |
| 铬黑T | 0.005 | 10ml/人 | 2.5g铬黑T加50ml三乙醇胺和450ml乙醇,充分搅拌(周六实验,周五配制) ,分装 |
| 模拟水样 | 0.004mol/LCa2+0.002mol/LMg2+ | 50L |  8.8g,CaCl2,3.76gMgCl2溶解于20L蒸馏水中 |
| NH3-NH4Cl的缓冲溶液 | pH=10 | 30ml/人 | 70gNH4Cl+570ml NH3水稀释到1L |

**四、实验内容**

1. 水的总硬度测定

用移液管取水样50.0mL 三份分别置于 250mL 锥形瓶中，各加入50ml蒸馏水和5mLpH 值为 10 的缓冲溶液，铬黑 T 指示剂3滴，用 EDTA 标准溶液滴至溶液由酒红色变为纯蓝色。记下消耗的EDTA 体积 V 1 mL 。

2. 水中钙含量测定

用移液管移取水样 100.0 三份分别置于 250mL 锥形瓶中，分别加入 1:2 的三乙醇胺和 5% 酒石酸钾各 5mL ，再加入 10%NaOH 溶液 10mL 和钙指示剂少许，用 EDTA 标准溶液滴至溶液由酒红色变为纯蓝色。记下 EDTA 用量 V 2 mL 。

依据下列公式计算 Ca 2+ ， Mg 2+ 的含量及水的总硬度。





总硬度：**（ CaO mg·L -1 ） =** 德国度 = **CaO(mg /L) /10(mg/L)**

**注**

1.如果水中Mg 2+的含量较大时，可在水中加入 20 - 30mL5% 的糊精溶液 ( 或淀粉 - 甘油、阿拉伯树胶溶液) 。以消除 Mg(OH) 2 沉淀对 Ca 2+ 的吸附。

2. 5% 糊精溶液的配制：将 5 克 糊精用少许蒸馏水调成糊状后，加入 100mL 沸水于糊精中，稍冷，加入 5mL 10%NaOH 溶液，搅拌均匀，加入 3~5 滴K-B指示剂，用EDTA标准溶液滴定至溶液呈蓝色。临时配用，久置后容易变质。

3.K-B指示剂的配制：将1g 酸性铬蓝 K、2g萘酚绿B和40gKCl惰性物质研细混匀，装入小广口瓶中，置于干燥器中备用。

**五、实验结果与讨论**

1.如何用 EDTA 配位滴定法测定水的硬度？

2.用 EDTA 测定水的总硬度时，哪些离子有干扰？如何消除？

3.KCN 试剂消除Cu 2+、Pb2+、Zn2+等干扰离子时为何必须在碱性介质中？

实验八 高锰酸钾标准溶液的配制与标定

**一、目的与要求**

 1．了解高锰酸钾标准溶液的配制方法和保存条件；

 2．掌握以Na2C2O4为基准物标定高锰酸钾溶液浓度的方法原理及滴定条件。

**二、主要试剂**

KMnO4 （固体）、Na2C2O4 基准物质、1mol/L H2SO4溶液。

**三、基本原理**

 市售的高锰酸钾常含有少量杂质，如硫酸盐、硝酸盐及氯化物等，所以不能用准确称量高锰酸钾来直接配制准确浓度的溶液。高锰酸钾是强氧化剂，易与水中的有机物，空气中的尘埃及氮等还原性物质作用；高锰酸钾能自行分解，其分解反应如下：

 

分解速度随溶液的pH值而变化。在中性溶液中分解很慢， 但Mn2+和MnO2能加速KMnO4的分解，见光则分解更快。由此可知，高锰酸钾溶液的浓度容易改变，必须正确地配制和保存。

 配制的KMnO4溶液应呈中性，不含MnO2，这样的溶液浓度就比较稳定，放置数月后浓度大约只降低0.5％，但是如果长期使用仍应定期标定。

 常用草酸钠作基准物来标定KMnO4溶液。Na2C2O4不含结晶水，容易精制。用Na2C2O4标定KMnO4溶液的反应如下：

 

滴定时可利用KMnO4的 MnO—4，本身的颜色指示滴定终点。

**四、测定步骤**

 1．0.02mol/L KMnO4的溶液的配制。称取3.2g溶于适量的水中，加热煮沸20~30min，冷却后在暗处放置7~10天，然后用玻璃砂芯漏斗过滤，除去MnO2等杂质，滤液贮于洁净的玻璃塞标色瓶中，放置暗处保存。如果溶液经煮沸并在水浴上保温1h，冷却后过滤，则不必长期放置，就可以标定其浓度。

 2．KMnO4溶液浓度的标定。准确称取0.15~0.20g Na2C2O4基准物于250mL锥形瓶中，加水约10mL使之溶解，再加30mL 1.0mol/L的H2SO4溶液，并加热至75~85℃，立即用待标定的KMnO4溶液标定，滴至溶液呈淡红色经30 s不褪色，即为终点。

 平行测定2~3次，根据滴定所消耗KMnO4溶液体积和基准物的质量，计算KMnO4溶液的浓度。

备注：

1．KMnO4溶液在加热及放置时均应盖上表面皿，以免尘埃及有机物等落入。

 2．KMnO4作氧化剂通常是在酸性溶液中进行反应的。在滴定过程中若发现棕色混浊这是酸度不足而引起的，应立即加入H2SO4，如已经达到终点，此时加H2SO4无效，故应重做实验。

 3．加热可使反应加速但不应热至沸腾，否则会引起部分草酸分解，滴定时的温度为75~85℃在滴定到终点时温度应不低于60℃。

4．开始滴定时，反应速度较慢，待溶液中产生Mn2+后滴定速度可加快。但不能让KMnO4溶液像流水似地流下去，近终点时更需小心。

**五 注意事项**

1．温度太高，溶液中的H2C2O4 容易分解（Na2C2O4遇酸生成H2C2O4）。

 H2C2O4 === CO2 + CO + H2O

2．KMnO4 滴定的终点是不太稳定的，由于空气中含有还原性气体及尘埃等杂质，落入溶液中能使KMnO4 慢慢分解，而使粉红色消失，所以经过30秒不褪色，即可认为已达终点。

**六 思考题**

1．配制KMnO4溶液时为什么要煮沸？

2．KMnO4溶液为什么要过滤后才能保存？过滤时能否用滤纸？

3．滴定时酸度过高或过低有无影响？溶液的温度过高过低有什么影响？

4．标定时，为什么第一滴KMnO4溶液加如后红色褪去很慢，以后较快？

实验九 过氧化钙的制备与含量分析

一、实验目的

1 掌握制备过氧化钙的原理和方法

2 掌握过氧化钙含量的分析方法

3 巩固无机制备及分析化学的基本操作

二 实验原理

过氧化钙是一种新型的多功能无机精细化工产品，常温下是白色或淡黄色粉末，无臭、无毒，难溶于水，不溶于乙醇、丙酮等有机溶剂。在室温干燥条件下稳定，在湿空气或吸水过程中逐渐分解出氧气，其有效氧含量22.2%。加热至300℃开始分解，400～425℃全部分解成O2和CaO。过氧化钙不仅对紫外线有较强的吸收作用，还具有较强的脱色、杀菌、消毒、防腐、增氧等功能。
　　过氧化钙广泛用于水产养殖、畜牧、农业、环保、食品加工等许多应用领域。在水产养殖方面，主要用作鱼塘增氧剂，过氧化钙不仅可增加水中的溶解氧，而且还具有稳定水质等众多优点；在农业方面，过氧化钙施于土壤中利用其缓慢而长期放氧的性能，改善根系呼吸状况，促进植物新陈代谢，增强植物抗病虫害的能力，可提高农产品质量和产量；在食品方面，可做水果保鲜剂，另外，还可作面包添加剂，生产面包白且松软，口感好，同时可延长面包的保存期；在环保方面，用过氧化钙处理含重金属离子的废水，方法简单可靠，且无二次污染。

三 实验用品

仪器 分析天平，酸式滴定管

试剂 CaCl2.6H2O(S),H2O2(w 0.30)，浓氨水，盐酸（2mol/L），MnSO4（0.05mol/L），KMnO4（标准溶液 0.02mol/L）

四 实验步骤

 1 过氧化钙植被

称取一定量的八水合氯化钙加入10ml蒸馏水，再加入25ml H2O2，边搅拌边加入5ml浓氨水后加入25ml冷水，置冰水中冷却30min。过滤，洗涤得进体，在150度下烘干0.5-1小时，冷却称重。

 2 含量分析

准确称取0.15g左右产物于烧杯中，加入50ml蒸馏水和15ml盐酸溶液，再加入1ml MnSO4（0.05mol/L）用KMnO4（标准溶液 0.02mol/L）滴定。计算结果。

五、结果与讨论

整理数据

清洗仪器

实验十 铁的比色测定（选做）

**1.实验目的**

1. 了解分光光度法的基本原理和方法.

2. 学会使用721型分光光度计.

**2.实验原理**

亚铁离子在pH=3-9条件下与水中的邻菲罗啉生成稳定的红色物质，本实验就是用它来比色测定亚铁含量的。因此控制溶液的pH值对本实验有重大意义。此外，用盐酸羟胺还原溶液中的高铁离子，可以测定总铁含量，或差减法求出高铁离子含量。

**3.器材和药品**

1. 1.       器材

722或752型分光光度计，容量瓶 (50mL，6个)，刻度吸管（10mL 1支，2mL2支）。

2. 药品

NH4Fe(SO4)2溶液，准确称取0.2159左右的 NH4Fe(SO4)2，加入少量水及20mL6mol/L盐酸，转移到容量瓶中，定容至250mL.

**4.实验方法**

一、标准工作曲线的制作

吸取NH4Fe(SO4)2的标准液0.00，2.00，4.00，8.00，16.00mL，分别注入50mL容量瓶中，盐酸羟胺1mL，缓冲液5mL加入邻菲罗啉和各2mL。稀释至刻度，摇匀后显色约15分钟。在所选择的510nm波长下，1cm比色皿，以试剂作空白，测定标准系列的吸光度。以浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准工作曲线。

二、水中Fe2+的测定

吸取水样25mL于50mL容量瓶中，但不加盐酸羟胺,加显色剂和缓冲液各2mL，再稀释至刻度，摇匀，显色后测定。

计算： 

G：从标准工作曲线上查出的γ数。

三、水中Fe3+的测定

吸取25.00mL，其它步骤同标准曲线的制作，测定总铁含量。

**附注**：

① 1γ=1μg=10-6g

② 曲线应光滑均匀，细而清晰。曲线不必通过所有各点，但各点在曲线两旁应均匀分布。

描点时，最常用+号，亦可用×、⊙、△、○等；但用一点来描点是不妥当的，因一则不易看清，二则容易被线遮盖。

③ 磺基水杨酸铁的颜色强度，因溶液的pH值，显色时间、溶液浓度等条件的改变而改变，因此操作须在平行的条件下进行。

**思考题**

1. 为什么以试剂为空白而不以蒸馏水作空白？

2. 工作曲线法和标准对比法分别适用于何种情况？从本实验结果看，能否用标准对比法？

**附录 721型分光光度计使用方法**

1．检查仪器的各开关及旋纽是否都在指定位置，光量调节旋纽应逆时针旋到底。灵敏度选择钮应指“1”位置，此旋纽共有1、2、3、4、5档，一般用“1”档灵敏度最低，但也最稳定。档次愈高，灵敏度愈高，但稳定性愈差。只有在用光量调节旋纽调节时微安计指针达不到T=100%刻度时，才提高灵敏度。

2．检查微安计是否指零，如果指针不指“T=0”刻度，需取下外壳用专用工具调节机械零点。然后接通电源，打开电源开关则指示灯亮。在仪器背面散热孔可看到光源灯亮。旋纽波长选择旋纽，使需要的波长对准波长读数窗口玻璃面上的标线。

3．打开吸收室盖，则光闸自动关闭。调节零点调节旋纽，使微安计指“0”刻度。将吸收池放入空白溶液及标准溶液或样品溶液，依次放入吸收池架格中靠近光源一侧，用弹簧片卡紧。将吸收池架按原方向放回吸收室的定位托板上，使吸收池架底部的孔对准托板上的销钉放平，盖上吸收室盖则光闸自动打开。拉动吸收池定位拉杆，使空白溶液进入光路。调节光量调节旋纽使微安计指针到T=100%（A=0）处，预热20分钟。

4．预热后，打开吸收室盖，用零点调节旋钮重新调节“T=0”(A=∞)，关上吸收盖室，用光量调节旋纽重新调节T=100%（A=0），再检查一遍。关上吸收室盖。

5．用吸收池定位拉杆依次将标准溶液或样品溶液推入光路，在微安计上读出吸光度。

6．测毕，关上电源开关，取下电源插头。打开吸收室盖，取出吸收池冲洗干净，放回盒中。将干燥剂及吸收池架放回吸收室盖好，然后将仪器各旋纽及开关回复至准备位置，罩好仪器。

实验十一 生理盐水中NaCl含量的测定

**一、实验目的与要求：**

1掌握莫尔法测定氯的原理

二、以铬酸钾为指示剂，在中性或弱碱性介质中，用硝酸银标准溶液测定卤素化合物含量。

（1）指示剂作用原理：

Ag+ + Cl-  AgCl↓白 Ksp（AgCl）= 1.8 ×10-9

Ag+ + CrO42- Ag2CrO4↓橙色 Ksp（Ag2CrO4）= 2 ×10-12

因为AgCl和Ag2CrO4的溶度积不同，因而发生分级沉淀，当AgCl沉淀完全后，稍过量的AgNO3标准溶液与K2CrO4指示剂反应生成Ag2CrO4↓砖红色（量少时为橙色）。

平衡时，[Ag+]·[Cl-] = KspAgCl

设溶液中 [Cl-] = [CrO4]2- = 0.1mol/L

 KspAgCl 1.8 ×10-10

 [Ag+]AgCl = = = 1.8×10-9（mol/L）

 [Cl-] 0.1

 Ksp（Ag2CrO4） 2 ×10-12

 [Ag+]Ag2CrO4 =  =  = 4.5×10-6（mol/L）

[CrO42-] 0.1

由此可见：[Ag+][Cl-]首先大于KspAgCl，则AgCl开始沉淀。

 [Cl-]消耗完之后，AgNO3和CrO42-生成Ag2CrO4沉淀。

（2）铬酸钾指示剂的适合用量的计算

根据溶度积原理：

Ag+ + Cl- = AgCl KSP = 1.8×10-10

KspAgCl = [Ag+]·[Cl-]

沉淀平衡时：[Ag+] [Cl-] = KspAgCl = 1.8×10-10

[Ag+] = 1.34 ×10-5mol/L

到达理论终点时：2Ag+ + CrO4- === Ag2CrO4↓砖红色 Ksp = 2×10-12

[Ag+]2[CrO4-] ≥ Ksp（Ag2CrO4） 开始沉淀Ag2CrO4

 Ksp（Ag2CrO4） 2×10-12

 [CrO4-] ≥  =  = 1.1×10-2mol/L

 [Ag+]2 1.8×10-10

实际工作中：最适宜的用量是5%K2CrO4溶液，每次加1～2ml（约0.3mol/L）。

（3）溶液的酸度：

Ag2CrO4易溶于酸：Ag2CrO4 + H+ === 2Ag+ + HCrO4-

所以滴定不能在酸性条件下进行。

碱性太强时：2Ag+ + 2OH- 2AgOH↓

 Ag2O + H2O

通常莫尔法测Cl-的最适宜pH = 6.5 ~ 10.5

当有铵离子时Cl-的最适宜pH = 6.5 ~ 7.2

调节方式：碱性强时：用HNO3调节

 酸性强时：NaHCO3或NaB4O7调节。

注意：[Ag(NH4)2]+ 影响滴定。

三、实验过程与步骤：

1．0.1 mol·L-1 AgNO3溶液的标定

 准确称取0.9g左右NaCl基准物，溶于小烧杯中，定容于100mL容量瓶，移取25mL试样三份，加入1 mL K2CrO4 ，在不断摇晃下，以AgNO3溶液滴定至砖红色为终点。平行测定三份，计算实验结果。

实验设备、工具及材料：

烧杯、滴定管 移液管 容量瓶 锥形瓶 洗耳球。

四、实验结果与分析：

1．AgNO3溶液浓度的测定

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 次 数项 目 | Ⅰ | Ⅱ | Ⅲ |
| 基准NaCl质量 /g |  |  |  |
| VAgNO3 /mL |  |  |  |
| CAgNO3 （mol·L－1） |  |  |  |
| （mol·L－1） |  |  |  |

五、思考题；

 1．本实验中指示剂的浓度的大小对氯离子的测定是否有影响？

 2．如果要测定酸性氯化物中的氯应该采用何种措施？

**实验 十二　　水中溶解氧的测定**

一、碘量法

【原理】

水样中加入硫酸锰和碱性碘化钾，水中溶解氧将低价锰氧化成高价锰，生成四价锰的氢氧化物棕色沉淀。加酸后，氢氧化物沉淀溶解形成可溶性四价锰Mn(SO4)2，Mn(SO4)2与碘离子反应释出与溶解氧量相当的游离碘，以淀粉作指示剂，用硫代硫酸钠滴定释出碘，可计算溶解氧的含量。

【仪器】

1.溶解氧瓶：250～300mL。

2.滴定管：25mL、10mL。

【试剂】

1.硫酸锰溶液：称取480g硫酸锰（MnSO4.4H2O）或364gMnSO4溶于水，用水稀释1000mL。此溶液加至酸化过的碘化钾溶液中，遇淀粉不得产生蓝色。

2.碱性碘化钾溶液：称取500g氢氧化钠溶解于300～400mL水中，另称取150g碘化钾或135g碘化钠溶于200mL水中，待氢氧化钠溶液冷却后，将两溶液合并，混匀，用水稀释至1000mL。如有沉淀，则放置过夜后，倾出上清液，贮于棕色瓶中。用橡皮塞塞紧，避光保存。此溶液酸化后，遇淀粉不得产生蓝色。

3.（1+5）硫酸溶液：将20mL浓硫酸缓缓加入100mL水中。

4.1%淀粉溶液：称取1g可溶性淀粉，用少量水调成糊状，再用刚煮沸的水稀释至100mL，冷却后，加入0.1g水杨酸或氯化锌防腐。

5.重铬酸钾标准溶液（C1/6K2Cr2O7=0.02500mol/L）：称取于105～110℃烘干2h并冷却的重铬酸钾1.2258g，溶于水，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

6.**硫代硫酸钠溶液： 称取6.2g硫代硫酸钠（Na2S2O3.5H2O）溶于煮沸放冷的水中，加入0.2g碳酸钠用水稀释至1000mL，贮于棕色瓶中。在暗处放置7～14d后标定。**

标定：于250mL碘量瓶中，加入100mL水和1g碘化钾，加入10.00mL浓度为0.02500mol/L的重铬酸钾标准溶液， 5mL（1+5）硫酸溶液，密塞，摇匀。于暗处静置5min后， 用待标定的硫代硫酸钠溶液滴定至溶液呈淡黄色，加入1mL淀粉溶液，继续滴定至蓝色刚好褪去为止，记录用量：



式中，C---硫代硫酸钠溶液的浓度，mol/L；

V---滴定时消耗硫代硫酸钠溶液的体积，mL。

7.硫酸：ρ=1.84g/mL

【采样】

应采用溶解氧瓶进行采样，采样时要十分小心，避免曝气，注意不使水样与空气相接触。瓶内需完全充满水样，盖紧瓶塞，瓶塞下不要残留任何气泡。若从管道或水龙头采取水样，可用橡皮管或聚乙烯软管，一端紧接龙头，另一端深入瓶底，任水沿瓶壁注满溢出数分钟后加塞盖紧，不留气泡。从装置或容器采样时宜用虹吸法。

水样采集后，为防止溶解氧因生物活动而发生变化，应立即加入必要的药剂，使氧“固定”于样品中，并存于冷暗处，其余操作可携回实验室进行，但也应尽快完成测定程序。

【测定步骤】

1.溶解氧的固定：用吸管插入溶解氧瓶的液面下，加入1mL硫酸锰溶液、2mL碱性碘化钾溶液，盖好瓶塞，颠倒混合数次，静置。待棕色沉淀物降至瓶内一半时，再颠倒混合一次，待沉淀物下降到瓶底。一般在取样现场固定。

2.析出碘：轻轻打开瓶塞，立即用吸管插入液面下加入2.0mL浓硫酸。小心盖好瓶塞，颠倒混合摇匀，至沉淀物全部溶解为止。

3.样品的测定：吸取100mL上述溶液于250mL锥形瓶中，用硫代硫酸钠溶液滴定至溶液呈淡黄色，加入1mL淀粉溶液，继续滴定至蓝色刚好褪去为止，记录硫代硫酸钠溶液用量（V1）

如果需要精确校正加入试剂后水样原来的体积，则将溶解氧瓶内全部处理过的水样移入500mL锥形瓶内，并用纯水洗涤溶解氧瓶2～3次，合并溶液于锥形瓶内，再按上述方法用硫代硫酸钠标准溶液滴定，记录用量(V2)

【计算】

1.不需要精确校正加入试剂后水样原体积：



2.如需要精确校正加入试剂后水样原体积：



式中,CO2---水中溶解氧的浓度，mg/L；

C ---硫代硫酸钠标准溶液浓度，mol/L；

V3---溶解氧瓶的准确体积，mL。

【精密度和准确度】

经不同海拔高度的4个实验室分析于20℃含饱和溶解氧6.85～9.09 mg/L的蒸馏水，单个实验室的相对标准偏差不超过0.3%；分析含4.73～11.4mg/L溶解氧的地面水，单个实验室的相对标准偏差不超过0.5%。

【注意事项】

如果水样中含有氧化性物质（如游离氯大于0.1mg/L时），应预先于水样中加入硫代硫酸钠去除。即用两个溶解氧瓶各取一瓶水样，在其中一瓶加入5mL（1+5）硫酸溶液和1g

碘化钾，摇匀，此时游离出碘。以淀粉作指示剂，用硫代硫酸钠溶液滴定至蓝色刚褪，记下用量（相当于去除游离氯的量）。在另一瓶水样中，加入同样量的硫代硫酸钠溶液，摇匀后，按操作步骤测定。

二、叠氮化钠修正法

【原理】

水样中含有亚硝酸盐会干扰碘量法测溶解氧，可加入叠氮化钠，使水中亚硝酸盐分解而消除其干扰。在不含其他氧化、还原性物质，水样中含Fe2+达100～200mg/L时，可加入1mL40%氟化钾溶液消除Fe2+的干扰。

【仪器】

同碘量法。

【试剂】

1.碱性碘化钾-叠氮化钠溶液：溶解500g氢氧化钠于300～400mL水中；溶解150g碘化钾（或135g碘化钠）于200mL水中；溶解10g叠氮化钠于40mL水中。将上述三种溶液混合，加水稀释至1000mL，贮于棕色瓶中，用橡皮塞塞紧，避光保存。

2.40%氟化钾溶液：称取40g氟化钾（KF.2H2O）溶于水中。用水稀释至100mL，贮于聚乙烯瓶中。

其他试剂同碘量法。

【测定步骤】

同碘量法，仅将试剂碱性碘化钾改为碱性碘化钾-叠氮化钠溶液。如水样中含有Fe2+干扰测定，则在水样采集后，用吸管插入液面下加入1mL40%氟化钾溶液，1mL硫酸锰溶液和2mL碱性碘化钾-叠氮化钠溶液，盖好瓶盖，混匀。以下步骤同碘量法。

【计算】

同碘量法。

【精密度和准确度】

经不同海拔高度4个实验室分析于20℃含饱和溶解氧6.85～9.09mg/L的蒸馏水，单个实验室相对标准偏差不超过0.4%，分析含溶解氧地面水，单个实验室相对标准偏差不超过1%。

【注意事项】

叠氮化钠是一种剧毒、易爆试剂，不能将碱性碘化钾-叠氮化钠溶液直接酸化，否则可能产生有毒的叠氮酸雾。

三、膜电极法

【原理】

氧敏感薄膜电极由两个与支持电解质相接触的金属电极及选择性薄膜组成。薄膜只能透过氧和其他气体，水和可溶解物质不能透过。透过膜的氧气在电极上还原，产生微弱的扩散电流，在一定温度下其大小和水样溶解氧含量成正比。电极法的测定下限取决于所用的仪器，一般适用于溶解氧大于0.1mg/L的水样。水样有色，含有可和碘反应的有机物时，不宜用碘量法及其修正法测定，可用电极法。但水样中含有氮、二氧化硫、碘、溴的气体或蒸气，可能干扰测定，需要经常更换薄膜或校准电极。

【仪器】

1.溶解氧测定仪：仪器分为原电池式和极谱式（外加电压）两种。

2.温度计：精确至0.5℃。

【试剂】

1.亚硫酸钠。

2.二价钴盐（CoCl2.6H2O）

【步骤】

使用仪器时，按说明书操作。

1.测试前的准备

(1)按仪器说明书装配探头，并加入所需的电解质。使用过的探头，要检查探头膜内是否有气泡或铁锈状物质。必要时，需取下薄膜重新装配。

(2)零点校正：将探头浸入每升含1g亚硫酸钠和1mg钴盐的水中，进行校零。

(3)校准：按仪器说明书要求校准，或取500mL蒸馏水，其中一部分虹吸入溶解氧瓶中，用碘量法测其溶解氧含量。将探头放入该蒸馏水中（防止曝气充氧），调节仪器到碘量法测定数值上。当仪器无法校准时，应更换电解质和敏感膜。

2.水样的测定

按仪器说明书进行，并注意温度补偿。

【精密度与准确度】

经6个实验室分析人员在同一实验室用不同型号的溶解氧测定仪，测定溶解氧含量为4.8～8.3mg/L的5种地面水，每个样品测定值相对标准偏差不超过4.7%；绝对误差（相对于碘量法）小于0.55mg/L。

【注意事项】

1.原电池式仪器接触氧气可自发进行反应，因此在不测定时，电极探头要保存在无氧水中并使其短路，以免消耗电极材料，影响测定。对于极谱式仪器的探头，不使用时，应放潮湿环境中，以防电解质溶液蒸发。

2.不能用手接触探头薄膜表面。

3.更换电解质和膜后，或膜干燥时，要使膜湿润，待读数稳定后再进行校准。

4.如水样中含有藻类、硫化物、碳酸盐等物质，长期与电极接触可能使膜堵塞或损坏。

5.不同温度下水中的饱和溶解氧，如表实2所示。

表实2 不同温度下水中饱和溶解氧（101.3kPa压力下）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 温度（℃） | 溶解氧（mg/L） | 温度（℃） | 溶解氧（mg/L） | 温度（℃） | 溶解氧（mg/L） |
| 0 | 14.60 | 17 | 9.65 | 34 | 7.05 |
| 1 | 14.19 | 18 | 9.45 | 35 | 6.93 |
| 2 | 13.81 | 19 | 9.26 | 36 | 6.82 |
| 3 | 13.44 | 20 | 9.07 | 37 | 6.71 |
| 4 | 13.09 | 21 | 8.90 | 38 | 6.61 |
| 5 | 12.75 | 22 | 8.72 | 39 | 6.51 |
| 6 | 12.43 | 23 | 8.56 | 40 | 6.41 |
| 7 | 12.12 | 24 | 8.40 | 41 | 6.31 |
| 8 | 11.83 | 25 | 8.24 | 42 | 9.22 |
| 9 | 11.55 | 26 | 8.09 | 43 | 6.13 |
| 10 | 11.27 | 27 | 7.95 | 44 | 6.04 |
| 11 | 11.01 | 28 | 7.81 | 45 | 5.95 |
| 12 | 10.76 | 29 | 7.67 | 46 | 5.86 |
| 13 | 10.52 | 30 | 7.54 | 47 | 5.78 |
| 14 | 10.29 | 31 | 7.41 | 48 | 5.70 |
| 15 | 10.07 | 32 | 7.28 | 49 | 5.62 |
| 16 | 9.85 | 33 | 7.16 | 50 | 5.54 |

如果大气压力改变，可按下式计算溶解氧：



式中S’---大气压为P kPa下的溶解氧含量，mg/L；

 S---大气压为101.3kPa下的溶解氧含量，mg/L；

 P---大气压，kPa。



【思考题】

1.如果水样呈强酸或强碱性时，能否直接测定？

2.测定水中溶解氧时采集水样的关键是什么？