



国家级实验教学示范中心基础化学实验系列教材
普通高等教育“十二五”规划教材



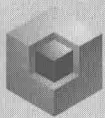
基础化学实验3

分析检测与表征

石志红 魏海英 张红医 主编



化学工业出版社



国家级实验教学示范中心基础化学实验系列教材
普通高等教育“十二五”规划教材

基础化学实验3 分析检测与表征

石志红 魏海英 张红医 主 编
王愈聪 于丽青 王 欢 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

《基础化学实验 3 分析检测与表征》第 2 版是国家级实验教学示范中心基础化学实验系列教材中的一个分册。将化学分析实验与现代仪器分析实验整合到一起,使学生对分析化学实验有较为全面的认识。在保持第一版基本格局的前提下,主要修订内容如下:重新审定了全部实验,修正了第一版中的不妥之处;仪器设备更新换代之后,相应的仪器操作步骤和实验内容均作了调整;大部分章节增加了新的实验项目;色谱和质谱联用技术在补充了新的实验项目的基础上单独设立了一章;增加了第 13 章即计算机软件在分析化学实验中的应用;增设了附录以便于读者查找相关数据。

《基础化学实验 3 分析检测与表征》第 2 版可作为高等学校化学、化工、应化、材化、高分子材料与工程、药学、生命科学、环境科学、环境工程、食品、农林、师范院校等相关专业学生化学分析和仪器分析实验课程的教材,也可作为高校教师及实验技术人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验 3, 分析检测与表征/石志红, 魏海英, 张红医主编. —2 版. —北京: 化学工业出版社, 2015. 11

国家级实验教学示范中心基础化学实验系列教材
普通高等教育“十二五”规划教材
ISBN 978-7-122-25135-0

I. ①基… II. ①石…②魏…③张… III. ①化学实验-高等学校-教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 218017 号

责任编辑: 刘俊之
责任校对: 吴 静

装帧设计: 韩 飞

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
印 装: 三河市万龙印装有限公司
787mm×1092mm 1/16 印张 13 字数 323 千字 2016 年 1 月北京第 2 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 32.00 元

版权所有 违者必究

前 言

《基础化学实验 3 分析检测与表征》于 2009 年 6 月出版发行，迄今已使用了 6 年。随着教学改革深入进行以及教学仪器设备平台的完善，亟须对现有实验教材内容进行修订和更新。在保持第一版基本格局的前提下，本着改进、充实和提高的原则，对教材进行了修改和增删，主要修订内容如下：重新审定了全部实验，修正了第一版中的不妥之处；仪器设备更新换代之后，相应的仪器操作步骤和实验内容均作了调整；大部分章节增加了新的实验项目；色谱和质谱联用技术在补充了新的实验项目的基础上单独设立了一章；增加了第 13 章，计算机软件在分析化学实验中的应用；增设了附录，以便于读者查找相关数据。

《基础化学实验 3 分析检测与表征》第 2 版可作为高等学校化学、化工、应化、材化、高分子材料与工程、药学、生命科学、环境科学、环境工程、食品、农林、师范院校等相关专业学生化学分析和仪器分析实验课程的教材。

由于编者水平所限，第二版教材仍会存在不尽如人意之处，恳请读者批评指正。

编者
2015 年 6 月

第一版前言

根据教育部《关于进一步深化本科教学改革、全面提高教学质量的若干意见》、《高等学校本科教学质量与教学改革工程》、《普通高等学校本科化学专业规范》等相关要求，在知识传授、能力培养、素质提高、协调发展的教育理念和以培养学生创新能力为核心的实验教学观念指导下，在研究化学实验教学与认知规律的基础上，将实验内容整合为基础型实验、综合型实验和研究创新型实验三大模块，形成“基础—综合—研究创新”交叉递进式三阶段实验教学新体系。学生在接受系统的实验基本知识、基本技术、基本操作训练的基础上，进行一些综合性、设计性实验训练，而后通过创新实验进入毕业论文与设计环节，完成实验教学与科研的对接。

《基础化学实验》系列教材是在上述实验教学体系框架下，以强化基础训练为核心，以培养学生良好的科学实验规范为主要教学目标，以化学实验原理、方法、手段、操作技能和仪器使用为主要内容，逐步培养学生文献查阅、科研选题、实验组织、实验实施、实验探索、结果分析与讨论、科研论文的撰写能力，培养学生创新能力，为综合化学实验和研究创新实验打下良好的基础。在实验教学内容上增加现代知识、现代技术容量，充分融合化学实验新设备、新方法、新技术、新手段，将最新科研成果转化为优质实验教学资源，从宏观上本着宽领域、渐进式、交互式、创新式、开放式来编排，将原隶属于《无机化学实验》、《有机化学实验》、《物理化学实验》、《分析化学实验》、《仪器分析实验》和《化工基础实验》的相关内容按照新的实验教学体系框架综合整编为《基础化学实验 1——基础知识与技能》、《基础化学实验 2——物质制备与分离》、《基础化学实验 3——分析检测与表征》、《基础化学实验 4——物性参数与测定》、《基础化学实验 5——综合设计与探索》五个分册，力争实现基础性和先进性的有机结合，教学、科研和应用的结合。

本系列教材可作为高等学校化学、化工、应用化学、材料化学、高分子材料与工程、药学、医学、生命科学、环境科学、环境工程、农林、师范院校等相关专业本科生基础化学实验教材，也可作为有关人员的参考用书。在使用时各校可结合具体的教学计划、教学时数、实验室条件等加以取舍，也可根据实际需要增减内容或提高要求。

本书是《基础化学实验》系列的一个分册，将化学分析实验与现代仪器分析实验整合到一起，使学生对分析化学有一种较为全面的认识；将基本原理下的基础实验和应用面较广的

国家及行业标准结合起来，兼顾了教材的基础性和实用性；将近年来人们广泛关注的涉及食品安全的检测内容收录到本教材的实验中，增加了内容的新颖性。

本书的编写参考了其他院校的相关教材、国家及行业标准、专业期刊和互联网上有关内容，主要参考资料列在每个实验的参考文献部分，在此谨向文献原作者表示衷心的感谢。另外，本书采纳了河北大学仪器分析自编教材的部分内容，在此向石升勋、鲍所言、秦永慧等老教师深表谢意。感谢河北大学化学与环境科学学院和化学工业出版社给予的大力支持。

由于编者水平所限，书中疏漏和欠妥之处在所难免，恳切希望读者批评指正。

编者

2009 年 2 月

目 录

第 1 章 酸碱滴定法	1
实验 1-1 强酸强碱相互滴定实验	1
实验 1-2 食醋中醋酸含量的测定	4
实验 1-3 工业纯碱总碱度的测定	6
实验 1-4 混合碱的含量测定	8
实验 1-5 硫酸铵肥料中含氮量的测定	11
实验 1-6 食用植物油酸值的测定	12
第 2 章 络合滴定法	14
实验 2-1 水的总硬度测定及水中钙、镁含量的分别测定	14
实验 2-2 铋、铅混合液中铋、铅含量的连续测定	17
实验 2-3 络合滴定法测定蛋壳中的 Ca、Mg 含量	19
实验 2-4 明矾中铝含量的测定	20
第 3 章 氧化还原滴定法	23
实验 3-1 高锰酸钾法测定过氧化氢含量	23
实验 3-2 高锰酸钾法测定水的化学耗氧量 (COD)	25
实验 3-3 间接碘量法测定铜合金中铜的含量	28
实验 3-4 直接碘量法测定维生素 C 的含量	30
实验 3-5 间接碘量法测定葡萄糖的含量	32
实验 3-6 溴酸钾法测定苯酚含量	34
实验 3-7 蒸馏后溴化容量法测定水中挥发性酚	36
第 4 章 沉淀滴定法	39
实验 4-1 莫尔法测定生理盐水中 NaCl 含量	39
实验 4-2 佛尔哈德法测定氯化物中氯含量 (有机溶剂包覆法隔离氯化银沉淀)	41
实验 4-3 佛尔哈德法测定调味品中氯化钠的含量 (氯化银沉淀过滤法)	42
实验 4-4 氯化物中氯含量的测定 (法扬司法)	44
第 5 章 重量分析法	47
实验 5-1 硫酸钡晶形沉淀重量法测定二水合氯化钡中钡含量	47
实验 5-2 微波干燥恒重法测定 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡含量	49
第 6 章 紫外可见分光光度法	52
实验 6-1 邻二氮菲分光光度法测定蔬菜中的铁含量	52
实验 6-2 水杨酸溶液紫外吸收光谱的绘制及摩尔吸光系数的测算	55
实验 6-3 高吸光度示差分析法测定硝酸铬的含量	56

实验 6-4	硝酸钴和硝酸铬混合溶液的光度法测定	58
实验 6-5	分光光度法测定水中的亚硝态氮	60
实验 6-6	双硫脲分光光度法测定水中锌	61
第 7 章	分子荧光光谱法	64
实验 7-1	奎宁的荧光特性和含量测定	64
实验 7-2	荧光法测定维生素 B ₂	66
实验 7-3	以 8-羟基喹啉为络合剂荧光法测定铝	67
实验 7-4	荧光光度法测定阿司匹林的含量	68
实验 7-5	荧光法测定水果中总抗坏血酸含量	70
第 8 章	原子光谱分析法	72
实验 8-1	火焰原子吸收光谱法测定水中钙镁含量	72
实验 8-2	火焰原子吸收光谱法测定血清中铜含量	74
实验 8-3	火焰原子吸收分光光度法测定水果中锌的含量	76
实验 8-4	原子吸收光谱法测定饲料中的钴	78
实验 8-5	原子吸收分光光度法测定食物中的铁、镁、锰	79
实验 8-6	石墨炉原子吸收光谱法测定血中的镉	82
实验 8-7	石墨炉原子吸收分光光度法测定食品、饮料中的锆	84
实验 8-8	钢中铬、铜、锰、镍、钛的原子发射光谱定性分析	86
实验 8-9	ICP 光谱法测定水样中的镉	88
第 9 章	电化学分析法	90
实验 9-1	电导池常数的测定及水纯度测定	90
实验 9-2	pH 电位滴定法测定混合碱	92
实验 9-3	电位法测定饮用水中氟离子	94
实验 9-4	离子计法测定水样中钾的含量	96
实验 9-5	库仑滴定法测定工业废水中微量砷	98
实验 9-6	极谱法测定水中的锌	100
实验 9-7	示波极谱法测定血中铅含量	101
实验 9-8	循环伏安法测定铁氰化钾的电极反应过程	103
第 10 章	分离分析法	108
实验 10-1	薄层色谱法分离偶氮苯和对硝基苯胺	108
实验 10-2	薄层色谱法鉴别黄连药材	110
实验 10-3	薄层色谱法测定谷物中赭曲霉毒素 A	112
实验 10-4	气相色谱填充柱的制备	114
实验 10-5	气相色谱定性分析和色谱柱效的测定	116
实验 10-6	白酒中甲醇含量的测定	117
实验 10-7	毛细管气相色谱法测定甘油的含量	118
实验 10-8	气相色谱法测定食品中甜蜜素	120
实验 10-9	反相液相色谱法分离芳香烃	121
实验 10-10	高效液相色谱法测定槐米中芦丁的含量	122
实验 10-11	大黄中蒽醌苷元类化合物的测定	124
实验 10-12	高效液相色谱法测定畜禽肉中己烯雌酚含量	126

实验 10-13	植物油中游离棉酚的测定	127
实验 10-14	饲料中二甲硝咪唑的测定	129
实验 10-15	反相液相色谱法同时检测雷贝拉唑和多潘立酮	131
实验 10-16	高效液相色谱法测定食品中苏丹红	132
实验 10-17	高效液相色谱-荧光检测法测定蜂蜜中苯酚残留量	135
实验 10-18	离子色谱法测定水中无机阴离子	136
实验 10-19	毛细管区带电泳 (CZE) 测定饮料中咖啡因含量	139
实验 10-20	饮用水中阴离子的毛细管电泳定量分析	141
实验 10-21	毛细管电泳法测定制剂中的褪黑激素	143
第 11 章	色谱和质谱联用技术	145
实验 11-1	气相色谱-质谱联用测定塑料制品中邻苯二甲酸二异丁酯	145
实验 11-2	气相色谱-质谱法测定纺织品中多氯联苯	147
实验 11-3	气相色谱-质谱法测定食品中丙烯酰胺的含量	149
实验 11-4	高效液相色谱-离子阱质谱法测定牛奶中四环素类抗生素及其代谢产物 ...	152
实验 11-5	超高效液相色谱-串联质谱法测定环境水中的氨基甲酸酯类农药	154
实验 11-6	液相色谱-串联质谱法测定动物源产品中喹诺酮类药物残留量	157
实验 11-7	液相色谱-串联质谱法测定水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量	160
第 12 章	其他结构鉴定和表征方法	163
实验 12-1	苯甲酸红外光谱解析	163
实验 12-2	薄膜法测定聚苯乙烯的红外吸收光谱	165
实验 12-3	合成橡胶的红外和拉曼光谱测定	166
实验 12-4	圆二色光谱法研究牛血清蛋白与维生素 B ₁₂ 作用后的构象变化	168
实验 12-5	核磁共振波谱法测定乙酰乙酸乙酯互变异构体	169
实验 12-6	乙酰苯胺碳氢氮元素分析	171
实验 12-7	SiO ₂ 自然氧化层超薄膜的 X 射线光电子能谱分析	172
实验 12-8	X 射线衍射光谱法进行多晶体物相分析	174
第 13 章	计算机软件在分析化学实验中的应用	176
实验 13-1	Origin 软件在分析化学实验中的应用	176
实验 13-2	Microsoft Excel 软件在分析化学实验中的应用	177
实验 13-3	PeakMaster 软件计算毛细管电泳缓冲液 pH 和离子强度	179
实验 13-4	DryLab 软件在液相色谱分析实验中的应用	182
附录		187
附录一	分析实验室规则	187
附录二	实验室安全规则	188
附录三	常用酸碱指示剂 (18~25℃)	189
附录四	酸碱混合指示剂	189
附录五	金属离子指示剂	189
附录六	氧化还原指示剂	190
附录七	吸附指示剂	190
附录八	常用缓冲溶液的配制	191
附录九	常用浓酸、浓碱的密度和浓度	191

附录十	常用基准物质及其干燥条件与应用.....	191
附录十一	相对原子质量 (A_r) 表 (IUPAC 1993 年公布)	192
附录十二	常用化合物的相对分子质量表.....	193
附录十三	气相色谱常用固定液.....	195
附录十四	气相色谱中常用的载体 (担体)	195
附录十五	液相色谱常用流动相的性质.....	196
附录十六	反相液相色谱常用固定相.....	196

第 1 章 酸碱滴定法

实验 1-1 强酸强碱相互滴定实验

一、预习要点

1. 滴定分析基本原理；
2. 滴定管的使用与滴定分析基本操作步骤；
3. 容量瓶和移液管的使用。

二、实验目的

1. 学习、掌握滴定分析常用仪器的洗涤和正确使用方法；
2. 通过反复练习，初步掌握甲基橙、酚酞指示剂终点的判断。

三、实验原理

0.1 mol · L⁻¹ HCl 溶液（强酸）和 0.1 mol · L⁻¹ NaOH 溶液（强碱）相互滴定时，化学计量点的 pH 为 7.0，滴定曲线的 pH 突跃范围为 4.3~9.7，选用在突跃范围内变色的指示剂，可保证测定有足够的准确度。甲基橙（MO）的 pH 变色区域是 3.1（红）~4.4（黄），酚酞（pp）的 pH 变色区域是 8.0（无色）~9.6（红）。在指示剂不变的情况下，一定浓度的 HCl 溶液和 NaOH 溶液相互滴定时，所消耗的体积之比 $V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$ 应是一定的，改变被滴定溶液的体积，此体积之比应基本不变。由此可以检验滴定操作技术和判断终点的能力。

四、仪器与试剂

1. 仪器

电子天平（精度 0.01g），酸式滴定管（50mL），碱式滴定管（50mL），锥形瓶（250mL），量筒（10mL），烧杯，试剂瓶等。

2. 试剂

原装浓盐酸，固体 NaOH，甲基橙溶液（1g · L⁻¹），酚酞溶液（2g · L⁻¹ 乙醇溶液）。

五、实验步骤

1. HCl 和 NaOH 溶液的配制

（1）0.1 mol · L⁻¹ HCl 溶液 在通风橱内用洁净的 10mL 量筒量取约 4.5mL 原装浓盐酸，倒入装有 450mL 水的 500mL 带刻度烧杯中，加水稀释至 500mL，倒入试剂瓶中，盖上玻璃塞，摇匀。

（2）0.1 mol · L⁻¹ NaOH 溶液 用洁净的表面皿或小烧杯在电子天平上称取固体 NaOH 2g，置于 500mL 烧杯中，马上加入蒸馏水使之溶解并稀释至 500mL，然后转入试剂瓶中，用橡胶塞塞好瓶口，充分摇匀。

2. 酸碱溶液的相互滴定

(1) 用 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液润洗碱式滴定管 2~3 次, 每次用 5~10mL 溶液。然后将 NaOH 溶液倒入碱式滴定管中, 将滴定管液面调节至 0.00 刻度。

(2) 用 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液润洗酸式滴定管 2~3 次, 每次用 5~10mL 溶液。然后将盐酸溶液倒入酸式滴定管中, 调节液面至 0.00 刻度。

(3) 由碱式滴定管中放出 20~25mL NaOH 溶液于锥形瓶中, 放出时控制每分钟约 10mL 的速度即每秒滴入 3~4 滴溶液, 加入 2 滴甲基橙指示剂, 用 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液滴定至黄色转变为橙色, 记下读数。平行滴定 3 份, 计算体积比 $V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$, 要求相对偏差在 $\pm 0.3\%$ 以内。

(4) 用移液管移取 25.00mL 浓度为 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HCl 溶液于 250mL 锥形瓶中, 加 2~3 滴酚酞指示剂, 用 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液滴定至溶液呈微红色, 此红色保持 30s 不褪色即为终点。平行测定 3 份, 要求三次平行测定之间所消耗 NaOH 溶液体积的最大差值不超过 $\pm 0.04\text{mL}$ 。

六、数据处理

参照表 1-1 和表 1-2 的格式认真记录实验数据并计算实验结果。

表 1-1 HCl 溶液滴定 NaOH 溶液 (指示剂: 甲基橙)

项 目	I	II	III
$V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$			
V_{HCl}/mL			
$V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$			
$\bar{V}_{\text{HCl}}/\bar{V}_{\text{NaOH}}$			
相对偏差/%			
平均相对偏差/%			

表 1-2 NaOH 溶液滴定 HCl 溶液 (指示剂: 酚酞)

项 目	I	II	III
V_{HCl}/mL			
$V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$			
$\bar{V}_{\text{NaOH}}/\text{mL}$			
n 次间 V_{NaOH} 最大绝对差值/mL			

七、注意事项

1. 滴定管一般分为两种: 一种是下端带有玻璃旋塞的称为酸式滴定管, 简称“酸管”, 用于盛放酸性溶液或氧化性溶液。另一种是碱式滴定管, 简称“碱管”, 用于盛放碱性溶液, 不能盛放 KMnO_4 、 I_2 等氧化性溶液。其下端联接一段医用橡皮管, 内放一玻璃珠, 以控制溶液的流速, 橡皮管下端再连接一个尖嘴玻璃管。

2. 清洗滴定管时, 零刻度线以上部位可用毛刷蘸洗涤剂刷洗, 零刻度线以下部位如不干净, 则采用铬酸洗液洗。最后用自来水、蒸馏水洗净。洗净后的滴定管内壁应被水均匀润湿而不挂水珠。

3. 酸式滴定管的玻璃旋塞涂凡士林时, 不要涂的太多, 以免旋塞孔被堵塞, 也不要涂得太少, 否则达不到使旋塞转动灵活和防止漏水之目的。涂凡士林后, 应将旋塞直接插入旋塞套中。插时旋塞的小孔方向应与滴定管平行, 此时旋塞不要转动, 这样可以避免将凡士林挤到旋塞孔中去。然后, 向同一方向不断旋转旋塞, 直至旋塞全部呈透明状为止。旋转时, 应有一定的向旋塞小头方向挤的力, 以免来回移动旋塞而使凡士林堵塞塞孔。最后将橡皮圈

套在旋塞的小头部分沟槽上。涂好凡士林后的滴定管，旋塞应转动灵活，凡士林层中没有纹络，旋塞呈均匀的透明状态。

4. 滴定操作要领：

(1) 滴定剂的装入。将滴定剂装入酸管或碱管之前，应将溶液摇匀，使凝结在瓶内壁上的水珠混入溶液，在天气较热或室温变化较大时，此项操作尤为必要。混匀后的滴定剂应直接倒入滴定管中，不得用其他容器（如烧杯、漏斗等）来转移。先用滴定剂润洗滴定管内壁三次，每次 10~15mL。最后将滴定剂直接倒入滴定管，直至充满至零刻度以上为止。

(2) 管嘴气泡的检查及排除。滴定管充满滴定剂后，应检查管的出口下部尖嘴部分是否充满溶液，是否留有气泡。为了排除碱管中的气泡，可将碱管垂直地夹在滴定管架上，左手拇指和食指捏住玻璃珠，使医用胶管向上弯曲翘起，并捏挤医用胶管，使溶液从管口喷出，即可排除气泡。当发现酸管有气泡时，右手拿滴定管上部无刻度处，并使滴定管倾斜 30°，左手迅速打开旋塞，使溶液冲出管口，反复数次，一般即可排除酸管出口处气泡。如果按上述方法仍无法排除酸管出口处的气泡，可以在出口尖嘴上接一根长约 10cm 的医用乳胶管，然后，按碱管排气的方法进行操作。

(3) 酸管的操作。使用酸管时，左手无名指和小指向手心弯曲，轻轻地贴着滴定管出口尖嘴部分，用其余三指控制旋塞的转动。应使旋塞稍有一点向手心的回力。不要向外用力，以免推出旋塞造成漏液。

(4) 碱管的操作。使用碱管时，左手拇指在前，食指在后，其余三指辅助夹住出口管。用拇指和食指捏住玻璃珠所在部位，向右边挤医用胶管，使玻璃珠移至手心一侧，溶液则从玻璃珠旁边的空隙流出。不要用力捏玻璃珠，也不要使玻璃珠上下移动，不要捏玻璃珠下部胶管，以免空气进入而形成气泡，影响读数。

(5) 滴定时。用右手的拇指、食指和中指拿住锥形瓶，其余两指辅助在下侧，使瓶底离滴定台高约 2~3cm，将滴定管下端伸入瓶口内约 1cm。左手操纵滴定管，边滴加溶液，边用右手摇动锥形瓶。摇瓶时，应微动腕关节，使溶液向同一方向旋转形成漩涡。不能前后振动，以免溶液溅出。左右手要配合好。注意左手不能离开旋塞，而任溶液自流。

滴定时，一定要观察滴落点周围颜色的变化，不要去看滴定管中液面的变化，而不顾滴定反应的进行。一般情况下，开始时滴定速度可稍快，呈“见滴成线”，即 3~4 滴/s。接近终点时，应改为一滴一滴加入，即加一滴摇几下；再加，再摇。最后是每加半滴，摇几下锥形瓶，直至溶液出现明显的颜色变化为止。应扎实地练好加入半滴溶液的方法。用酸管时，可轻轻转动旋塞，使溶液悬挂在出口管嘴上，形成半滴，用锥形瓶内壁将其沾落，再用洗瓶吹洗。对碱管，加半滴溶液时，应先松开拇指与食指，将悬挂的半滴溶液沾在锥形瓶内壁上，再放开无名指和小指，这样可避免出口管尖出现气泡。滴入半滴溶液时，也可采用倾斜锥形瓶的方法，将附于壁上的溶液涮至瓶中。这样可避免吹洗次数太多，造成被滴物稀释。

(6) 滴定管的读数。滴定管读数前，应注意管尖上是否挂着水珠。若在滴定后挂有水珠读数，这时是无法读准确的。读数时应将滴定管从滴定管架上取下，用右手大拇指和食指捏住滴定管上部无刻度处，其他手指从旁辅助，使滴定管保持垂直，然后再读数。由于水的附着力和内聚力的作用，滴定管内的液面呈弯月形，无色和浅色溶液的弯月面比较清晰，读数时，视线应与弯月面下缘实线的最低点相切。对于有色溶液（如 KMnO_4 、 I_2 等），其弯月面是不够清晰的，读数时，视线应与液面两侧的最高点相切，这样才较易读准。读数应记录到 0.01mL。

5. NaOH 溶液腐蚀玻璃，不能使用玻璃塞，否则长久放置，瓶子打不开，应使用橡胶

塞。长期保存的 NaOH 溶液应装入广口瓶中，瓶塞上部装有一碱石灰装置，以防止吸收 CO_2 和水分。

6. 甲基橙由黄色转变为橙色终点不好观察，可用三个锥形瓶比较：1 号锥形瓶中加入 50mL 水，滴入 1 滴甲基橙，显黄色；2 号锥形瓶中加入 50mL 水，滴入 1 滴甲基橙，再滴入半滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HCl 溶液，则为橙色；3 号锥形瓶中加入 50mL 水，滴入 1 滴甲基橙，再滴入 1 滴 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 NaOH 溶液，则呈现深黄色。对三个锥形瓶中的颜色进行比较有助于确定橙色。

八、思考题

1. HCl 和 NaOH 能直接配制成准确浓度的溶液吗？为什么？
2. 在滴定分析实验中，滴定管、移液管为何需要用滴定剂和要移取的溶液润洗几次？滴定中使用的锥形瓶是否也要用滴定剂润洗？为什么？
3. HCl 溶液与 NaOH 溶液定量反应完全后，生成 NaCl 和水，为什么用 HCl 滴定 NaOH 时采用甲基橙作为指示剂，而用 NaOH 滴定 HCl 溶液时使用酚酞（或其他适当的指示剂）？

九、参考文献

武汉大学主编. 分析化学实验. 第四版. 北京: 高等教育出版社. 2005: 119-125, 156-160.

实验 1-2 食醋中醋酸含量的测定

一、预习要点

1. 强碱滴定弱酸的滴定曲线；
2. 碱式滴定管的使用与滴定分析基本操作步骤。

二、实验目的

1. 掌握强碱滴定弱酸的滴定过程、突跃范围及指示剂的选择原理；
2. 了解基准物质邻苯二甲酸氢钾 ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) 的性质及其应用；
3. 掌握 NaOH 标准溶液的配制、标定及保存要点。

三、实验原理

食醋是人们日常生活中不可缺少的调味品，常见的种类有白醋、陈醋、糯米甜醋、自制家醋等。适量地食用食醋，有益于人体健康。食醋中的酸性物质主要是醋酸 (HAc)，此外还含有少量的其他弱酸如乳酸等。醋酸能够杀灭细菌，溶解食物中的钙、铁、磷等元素而使人体容易吸收。醋酸的解离常数 $K_a = 1.8 \times 10^{-5}$ ，可用 NaOH 标准溶液滴定，其反应式为：



反应产物为强碱弱酸盐。用 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 滴定同浓度的 HAc 时，化学计量点的 pH 值为 8.73，滴定突跃在碱性范围内，可选用酚酞等碱性范围变色的指示剂指示终点。滴定终点时溶液由无色变为微红色。测定结果以醋酸 (ρ_{HAc}) 表示，单位为克每百毫升 ($\text{g} \cdot 100\text{mL}^{-1}$)。醋精中醋酸含量大约 $15\text{g} \cdot 100\text{mL}^{-1}$ ，甜醋中醋酸含量大约 $1\text{g} \cdot 100\text{mL}^{-1}$ ，食用白醋、陈醋中醋酸含量大约在 $3.0 \sim 5.0\text{g} \cdot 100\text{mL}^{-1}$ 。

四、仪器与试剂

1. 仪器

分析天平（精度 0.1mg ），电子天平（精度 0.01g ），酸度计，磁力搅拌器，碱式滴定管

(50mL)，锥形瓶（250mL），容量瓶（250mL），移液管（25mL、50mL），烧杯（500mL），试剂瓶（500mL）。

2. 试剂

酚酞指示剂（ $2\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ，乙醇溶液），邻苯二甲酸氢钾($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)基准物质（在 $100\sim 125^\circ\text{C}$ 干燥 1h 后，置于干燥器中备用），食用白醋或其他食醋。

五、实验步骤

1. NaOH 溶液（浓度约为 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ）的配制

用洁净的小烧杯在电子天平上称取 2g 固体 NaOH，加入新鲜的或煮沸除去 CO_2 的蒸馏水，溶解完全后加水稀释至 500mL，转入带橡胶塞的试剂瓶中，充分摇匀。

2. $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH 溶液准确浓度的标定

在称量瓶中以差减法称量 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 3 份，每份 $0.4\sim 0.6\text{g}$ ，分别倒入 250mL 锥形瓶中，加入 $40\sim 50\text{mL}$ 蒸馏水，待试剂完全溶解后，加入 2~3 滴酚酞指示剂，用待标定的 NaOH 溶液滴定至呈微红色并保持半分钟不褪色，即为终点，计算 NaOH 溶液的浓度和各次标定结果的相对偏差。

3. 食醋中醋酸含量的测定

（1）食醋的脱色及过滤 由于很多食醋有较深的颜色，影响借助酸碱指示剂的滴定反应终点的识别，并且食醋中经常可以观察到少许沉淀，因此在滴定开始前需要进行脱色和过滤处理。取适量食醋（约 50mL），倒入洁净干燥的大烧杯中，加入适量活性炭，经玻璃棒充分搅拌后进行过滤，得到较澄清、颜色较浅的试液。如果一次脱色处理后的溶液颜色仍然较深，则需多次脱色处理。一般糯米甜醋的脱色处理较困难，建议采用下面（3）的方法进行醋酸含量的测定。

（2）基于酸碱指示剂确定终点的滴定法 准确移取脱色处理后的食醋 25.00mL，置于 250mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。用 50mL 移液管移取 3 份上述溶液，分别置于 250mL 锥形瓶中，加入酚酞指示剂 2~3 滴，用 NaOH 标准溶液滴定至微红色在 30s 内不褪即为终点。计算每 100mL 食用白醋中含醋酸的质量。

（3）基于酸度计确定终点的滴定法 准确吸取脱色处理后的食醋试样 25.00mL，置于 250mL 容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。用 50mL 移液管移取 3 份上述溶液，分别置于 250mL 锥形瓶中，加入 100mL 水，开动磁力搅拌器，用 NaOH 标准溶液滴至酸度计指示 pH8.2。同时做试剂空白试验。根据 NaOH 标准溶液的用量，计算食醋的总酸含量。

六、数据处理

参照表 1-3 和表 1- 4 的格式认真记录实验数据并计算实验结果。

表 1-3 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH 溶液准确浓度的标定

项 目	I	II	III
$m_{\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4}/\text{g}$			
$V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$			
$c_{\text{NaOH}}/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$			
$\bar{c}_{\text{NaOH}}/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$			
相对偏差/%			
平均相对偏差/%			

表 1-4 食醋中醋酸含量的测定

项 目	I	II	III
$V_{\text{食醋}}/\text{mL}$			
$V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$			
$\rho_{\text{食醋}}/\text{g} \cdot 100\text{mL}^{-1}$			
$\bar{\rho}_{\text{食醋}}/\text{g} \cdot 100\text{mL}^{-1}$			
相对偏差/%			
平均相对偏差/%			

七、注意事项

1. 由于 NaOH 固体易吸收空气中的 CO_2 和水分, 不能直接配制碱标准溶液, 而必须用标定法。

2. 为了除去 NaOH 表面吸收 CO_2 形成的 Na_2CO_3 , 可称取 3g 固体 NaOH, 置于小烧杯中, 用煮沸并冷却后的蒸馏水 5~10mL 迅速洗涤 2~3 次, 以除去 NaOH 表面上少量的 Na_2CO_3 。余下的固体 NaOH, 用水溶解后加水稀释至 500mL。

3. 碱标准溶液侵蚀玻璃, 长期保存最好用塑料瓶贮存, 在一般情况下, 可用玻璃瓶贮存, 但必须用橡胶塞。

八、思考题

1. 标定 NaOH 溶液常用的基准物质有哪几种?
2. 称取 NaOH 及 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ 各用什么天平? 为什么?
3. 已标定的 NaOH 标准溶液在保存时吸收了空气中的 CO_2 , 以它测定 HCl 溶液的浓度, 若用酚酞为指示剂, 对测定结果产生何种影响? 改用甲基橙为指示剂, 结果如何?
4. 测定食用白醋中醋酸含量时, 为什么选用酚酞为指示剂? 能否选用甲基橙或甲基红为指示剂?
5. 酚酞指示剂由无色变为微红时, 溶液的 pH 为多少? 变红的溶液在空气中放置后又变为无色的原因是什么?

九、参考文献

- [1] 武汉大学主编. 分析化学实验. 第四版. 北京: 高等教育出版社, 2005: 164-165.
- [2] GB/T 5009. 41—2003 食醋卫生标准的分析方法.
- [3] 李志林编著. 无机及分析化学实验. 北京: 化学工业出版社, 2007: 156.

实验 1-3 工业纯碱总碱度的测定

一、预习要点

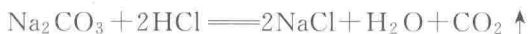
1. 强酸滴定二元弱碱的可行性判断及化学计量点 pH 的计算;
2. 移液管的使用。

二、实验目的

1. 掌握强酸滴定二元弱碱的滴定过程;
2. 掌握滴定突跃范围及指示剂的选择;
3. 掌握盐酸标准溶液的配制和标定过程;
4. 掌握定量转移的基本操作。

三、实验原理

工业纯碱的主要成分是碳酸钠，俗称苏打。其中含少量 NaHCO_3 、 NaCl 、 Na_2SO_4 、 NaOH 等杂质。生产中常用 HCl 标准溶液测定总碱度来衡量产品的质量。滴定反应为：



化学计量点： $\text{pH}=3.8\sim 3.9$ ，可选甲基橙作为指示剂。用 HCl 溶液滴定，溶液由黄色变为橙色即为终点。此时，试样中少量 NaOH 或 NaHCO_3 也被中和。由于工业纯碱容易吸收水分和 CO_2 ，所以通常将试样于 $270\sim 300^\circ\text{C}$ 烘干 2h，以除去吸附水并使 NaHCO_3 转化为 Na_2CO_3 。对于工业纯碱这类试样，很难使其内部各成分分布均匀，并且也很难使其完全匀和。所以，分析时将试样溶解，用容量瓶配成一定浓度的试液，然后再用移液管移取部分试液进行滴定。工业纯碱的总碱度常以 $\omega_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$ 或 $\omega_{\text{Na}_2\text{O}}$ 表示。

四、仪器与试剂

1. 仪器

分析天平（精度 0.1mg ），电子天平（精度 0.01g ），酸式滴定管（ 50mL ），容量瓶（ 250mL ），移液管（ 25mL ），量筒（ 10mL ），试剂瓶（ 500mL ），锥形瓶（ 250mL ），烧杯（ 500mL ），称量瓶等。

2. 试剂

（1）无水 Na_2CO_3 ：于 180°C 干燥 2~3h。也可将 NaHCO_3 置于瓷坩埚内，在 $270\sim 300^\circ\text{C}$ 的烘箱内干燥 2h，使之转变为 Na_2CO_3 。然后放入干燥器内冷却后备用；

（2）硼砂（ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ）：应在盛有 NaCl 和蔗糖饱和溶液的干燥器内保存，以使相对湿度为 60%，防止失去结晶水；

甲基橙指示剂（ $1\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ），甲基红（ $2\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ，60% 的乙醇溶液）。

五、实验步骤

1. $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液的配制

用量筒量取原装浓盐酸约 4.5mL ，倒入烧杯中，加水稀释至 500mL ，充分摇匀，转入试剂瓶中保存。配制时应在通风橱中操作。

2. $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液准确浓度的标定

（1）用无水 Na_2CO_3 基准物质标定 用差减法准确称取 $0.15\sim 0.20\text{g}$ 无水 Na_2CO_3 三份，分别倾入 250mL 锥形瓶中。称量瓶称样时一定要带盖，以免吸湿。然后加入 $20\sim 30\text{mL}$ 水使之完全溶解，再加入 1~2 滴甲基橙指示剂，用待标定的 HCl 溶液滴定至溶液由黄色恰变为橙色即为终点。计算 HCl 溶液的准确浓度。

（2）用硼砂 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 标定 准确称取 $0.4\sim 0.6\text{g}$ 硼砂三份，分别倾入 250mL 锥形瓶中，加入 50mL 水使之溶解。加入 2 滴甲基红指示剂，用 HCl 标准溶液滴定至溶液由黄色恰变为浅红色即为终点。根据硼砂的质量和滴定时所消耗的 HCl 溶液的体积，计算 HCl 溶液的准确浓度。

3. 工业纯碱总碱度的测定

准确称取工业纯碱试样约 2g 倾入烧杯中，加少量水，稍加热使其溶解。冷却后，将溶液定量转移至 250mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，充分摇匀。平行移取试液 25.00mL 三份，分别放入 250mL 锥形瓶中，加水 20mL ，加入 1~2 滴甲基橙指示剂，用 HCl 标准溶液滴定至溶液由黄色恰变为橙色即为终点。计算试样中 Na_2CO_3 或 Na_2O 的质量分数，即为总碱度。测定的各次相对偏差应在 $\pm 0.5\%$ 以内。