

EXPERIMENTS OF ANALYTICAL  
AND PHYSICAL CHEMISTRY



# 分析化学与 物理化学实验

赵祖志 主编



中国科学技术大学出版社

EXPERIMENTS OF ANALYTICAL  
AND PHYSICAL CHEMISTRY

# 分析化学与 物理化学实验

赵祖志 主编



中国科学技术大学出版社

## 内 容 简 介

本书是在原有《分析化学实验》和《物理化学实验》讲义基础上重新进行整理与组合而成的一本实验教材,既保留了分析化学和物理化学实验中经典、重要的实验内容,又吸收了近年来的化学进展和实验教学改革的最新成果。全书由 20 个精选实验组成,内容包括滴定法、分光光度法、电化学、色谱、原子吸收、胶体、黏度、吸附及反应速率测定等分析化学定量基础实验、分析化学定量综合实验和物理化学实验。

本书适用于高等医学院校药学、生命科学、环境、农学、食品等专业,也可作为相关院校的分析化学与物理化学实验教材和参考书。

## 图书在版编目(CIP)数据

分析化学与物理化学实验/赵祖志主编. —合肥:中国科学技术大学出版社, 2019.8

ISBN 978-7-312-04779-4

I. 分… II. 赵… III. ①分析化学—化学实验—高等学校—教材 ②物理化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①O65-33 ②O64-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2019)第 I69603 号

出版 中国科学技术大学出版社  
安徽省合肥市金寨路 96 号,230026  
<http://press.ustc.edu.cn>  
<https://zgkxjdxcs.tmall.com>  
印刷 合肥华苑印刷包装有限公司  
发行 中国科学技术大学出版社  
经销 全国新华书店  
开本 710 mm×1000 mm 1/16  
印张 9.25  
字数 176 千  
版次 2019 年 8 月第 1 版  
印次 2019 年 8 月第 1 次印刷  
定价 30.00 元

# 前 言

随着新理论、新技术、新方法的大量涌现,分析化学与物理化学实验有了较大的发展。在这种背景下,我们编写了本书,以适应新的发展需求。

本书既参考了科技发展新成果在实验教学中的应用,又考虑了基础知识在实验教学中的重要性,重点在于培养学生的动手能力、综合解决问题的能力、接受新知识的能力。我们对原使用讲义中的大部分内容予以保留,去除了部分陈旧且不适应新要求的实验,减少了传统内容的篇幅,增添了新知识,使本书难易适中,既自成一体,又与理论课有良好的衔接,既具备科学性、先进性,又突出了医学院校实验教学的特点,能满足多方需求。

参加本书编写的人员有安徽医科大学老师洪石(实验一、实验十、实验十八)、汪显阳(实验二、实验四)、徐小岚(实验三、实验七)、解永岩(实验五、实验十四)、赵婷婷(实验六、实验八)、吴允凯和郭荷民(实验九)、陶梅(实验十一、实验十三)、郭荷民(实验十二)、赵祖志(实验十五)、杨帆(实验十六)、刘睿(实验十七)、赵慧卿(实验十九、实验二十)、韦文美(实验二十)、杨雪(分析化学实验仪器部分)、高志燕(物理化学实验仪器部分)。全书由赵祖志统稿。

由于各位作者都是在繁忙的日常工作中抽时间进行书稿编写的,疏漏、不足之处在所难免,恳请读者提出宝贵意见。

编 者  
2019年6月

# 目 录

前言 .....	( i )
实验一 酸碱滴定法 .....	( 1 )
实验二 氧化还原滴定法 .....	( 6 )
实验三 水的硬度测定(配合滴定法) .....	( 17 )
实验四 磷酸的电位滴定 .....	( 22 )
实验五 伏安分析法 .....	( 28 )
实验六 氟离子选择电极测定自来水中的氟 .....	( 35 )
实验七 邻二氮菲分光光度法测定铁——实验条件的研究 .....	( 40 )
实验八 安钠咖注射液中苯甲酸钠和咖啡因的含量测定 .....	( 45 )
实验九 分光光度法分析水样中亚硝酸盐氮和硝酸盐氮 .....	( 53 )
实验十 分子荧光 .....	( 59 )
实验十一 原子吸收光谱法 .....	( 67 )
实验十二 色谱法 .....	( 74 )
实验十三 气相色谱法 .....	( 83 )
实验十四 高效液相色谱法 .....	( 87 )
实验十五 原电池电动势的测定 .....	( 93 )

实验十六	蔗糖转化速率的测定 .....	(105)
实验十七	电导法测定乙酸乙酯皂化反应的速率常数 .....	(112)
实验十八	胶体的性质与胶体电泳速度的测定 .....	(124)
实验十九	黏度法测定水溶性高聚物相对分子质量 .....	(130)
实验二十	活性炭对染料亚甲基蓝的吸附实验 .....	(135)
参考文献	.....	(140)

# 实验一 酸碱滴定法

## 一、盐酸标准溶液的配制与滴定

### 【实验目的】

- (1) 掌握以  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  为基准物质标定  $\text{HCl}$  溶液的原理和方法。
- (2) 掌握容量瓶、移液管和吸量管的使用方法。
- (3) 掌握减重法称量和滴定操作。

### 【实验原理】

用以直接配制标准溶液或标定标准溶液浓度的物质称为基准物质。配制标准溶液的方法有两种：直接法和间接法。碱标准溶液一般用  $\text{NaOH}$  配制，酸标准溶液一般用  $\text{HCl}$  配制，浓度一般为  $0.01\sim 1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ，最常用的浓度是  $0.1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 。由于  $\text{NaOH}$  易吸收空气中的水分和  $\text{CO}_2$ ，而浓  $\text{HCl}$  易挥发，因此均不能采用直接配制法来配制其标准溶液，需采用间接配置法，即先配制成近似浓度的溶液，然后用基准物质或标准溶液标定其准确浓度。经标定后的  $\text{NaOH}$  和  $\text{HCl}$  溶液可用来测定样品中酸性或碱性物质的含量。

最常用来标定  $\text{HCl}$  溶液的物质是无水  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 。 $\text{Na}_2\text{CO}_3$  与  $\text{HCl}$  溶液反应如下：



在达到化学计量点时：

$$n(2\text{HCl}) = n(\text{Na}_2\text{CO}_3)$$

即

$$\frac{1}{2}c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}) = c(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{CO}_3)$$

则

$$c(\text{HCl}) = \frac{2c(\text{Na}_2\text{CO}_3) \cdot V(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{V(\text{HCl})}$$

由于  $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  HCl 溶液滴定  $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液, 达到化学计量点时的 pH 为 3.9, 滴定突跃为 3.5~5, 故可选用甲基橙为指示剂。

## 【仪器材料】

酸式滴定管 1 支、移液管(25 mL)1 支、容量瓶(250 mL)1 个、锥形瓶(250 mL) 2 个、称量瓶 1 个、电子天平 1 台、铁架台 1 个、洗瓶、烧杯、滤纸、凡士林、玻璃棒等。

## 【试剂药品】

无水碳酸钠、0.05% 甲基橙指示剂、浓盐酸。

## 【实验步骤】

### 1. 配制近似 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 溶液 1 000 mL

(1) 计算所需市售浓盐酸的体积。

(2) 用量筒量取所需浓盐酸, 倒入盛有 20 mL 蒸馏水的烧杯中, 然后将烧杯中的溶液倒入 1 000 mL 量筒内, 用蒸馏水洗涤烧杯 2~3 次, 洗涤液一同转入量筒中, 再加蒸馏水稀释到 1 000 mL, 贮存于试剂瓶中, 摇匀, 备用。

### 2. $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 溶液的配制

在电子天平上, 用减重法准确称取干燥过的基准试剂无水  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  1.2~1.4 g, 置于 50 mL 烧杯中, 加蒸馏水 20~30 mL, 用玻璃棒轻轻搅动使之完全溶解, 然后将此溶液转移到容量瓶中, 并用少量蒸馏水洗涤烧杯数次, 洗涤液也完全倒入容量瓶中, 加蒸馏水至标线, 摇匀, 备用。

### 3. HCl 溶液的标定

(1) 取滴定管 1 支,用待标定的 HCl 溶液润洗后,装入 HCl 溶液,记录滴定管的初始读数  $V_1$ 。

(2) 取 25 mL 移液管 1 支,用配制好的  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液润洗后,吸取 25.00 mL  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液放入锥形瓶中,滴入甲基橙指示剂 2~3 滴,溶液呈黄色。

(3) 从滴定管中将 HCl 溶液逐滴加入锥形瓶中,边滴边摇锥形瓶。临近终点时,加入少量蒸馏水将溅在瓶壁上的溶液冲下,继续滴加 HCl 溶液,直至锥形瓶中的溶液由黄色恰好变为橙色且半分钟内不褪色,即为滴定终点,记录滴定管读数  $V_2$ ,前后两次读数之差,即为中和  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  所消耗 HCl 溶液的体积。

按上述方法平行测定 3 次。

### 【数据记录和处理】

计算 HCl 溶液的浓度:  $c(\text{HCl}) = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , 三次测定的结果相对偏差不应大于 0.2%。

### 【思考题】

(1) 移液管和量筒都是量取液体的玻璃仪器,它们能否互相代替使用? 为什么?

(2) “指示剂加入量越多,终点变化越明显。”这种看法是否正确?

(3) 该实验可否用酚酞作为指示剂?

(4) 移液管在使用前是否需要润洗?

(5) 用于滴定的锥形瓶在滴定前是否需要干燥? 是否需要润洗?

## 二、医用硼砂含量的测定

### 【实验目的】

- (1) 测定医用硼砂含量,了解酸碱滴定法的实际应用。
- (2) 进一步掌握滴定分析基本操作。

### 【实验原理】

硼砂是弱酸与强碱所组成的盐,可利用酸碱滴定法直接测定其含量。用盐酸溶液滴定时发生以下反应:



达到化学计量点时:

$$n(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = n(2\text{HCl})$$

$$\frac{1}{2}c(\text{HCl})V(\text{HCl}) = \frac{W(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})}{M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})}$$

则硼砂的质量分数可由下式计算:

$$w(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = \frac{\frac{1}{2}c(\text{HCl})V(\text{HCl})M(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})}{W_{\text{sample}}} \times 100\%$$

式中  $V$  的单位为 L。

用  $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  盐酸滴定  $20.00 \text{ mL}$  的硼砂溶液,在达到化学计量点时的 pH 为 5.1,突跃范围为 4.3~5.6,因此用甲基红作指示剂指示滴定终点。

### 【仪器材料】

酸式滴定管 1 支、移液管(25 mL)1 支、容量瓶(250 mL)1 个、电子天平、烧杯、酒精灯、玻璃棒等。

## 【试剂药品】

医用硼砂样品、 $0.1000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  HCl 标准溶液、0.1% 甲基红指示剂。

## 【实验步骤】

(1) 在电子天平上准确称取硼砂样品 5 g, 置于小烧杯中, 加蒸馏水 50 mL, 加热搅拌至完全溶解。冷却后, 小心沿玻璃棒转入 250 mL 容量瓶中, 烧杯再用少量蒸馏水冲洗 2~4 次, 冲洗液全部转入容量瓶中, 加蒸馏水至标线, 定容, 备用。

(2) 用移液管取上述硼砂溶液 25.00 mL 放入 250 mL 锥形瓶中, 加甲基红试剂 2~3 滴, 溶液呈黄色, 用  $0.1000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的盐酸标准溶液滴定到溶液由黄色变为橙色且半分钟内不褪色, 即为滴定终点, 记录结果。

按上述方法平行测定 3 次。

## 【数据记录和处理】

计算硼砂的质量分数:  $w = \underline{\hspace{2cm}}$ 。

## 【思考题】

(1) 通过酸碱滴定法的两个实验, 总结滴定分析的操作程序可分为哪几个部分, 在实验操作中应注意哪些问题。

(2) 每次滴定时, 酸碱标准液消耗 20~30 mL, 为什么控制在这个范围? 少用或多用有什么影响?

(3) 硼砂滴定中能否改用酚酞作指示剂? 为什么?

(4) 有少量硼砂样品失去结晶水, 对测定结果有什么影响?

(洪 石)

## 实验二 氧化还原滴定法

氧化还原滴定法是以氧化还原反应为基础的滴定分析法,是滴定分析中应用较广泛的分析方法之一,可用于直接或间接地测定氧化性或还原性物质的含量,广泛应用于水质分析和食品、药品等样品的常量分析中。由于使用不同的氧化剂和还原剂作标准溶液,氧化还原滴定法可分为高锰酸钾法、碘量法、重铬酸钾法、溴酸钾法、铈量法等。

氧化还原反应的特点是溶液中氧化剂与还原剂之间发生电子转移的反应,反应进行的过程比较复杂,而且往往是分步进行的,需要一定时间才能完成。此外,氧化还原反应除了主反应外,还可能发生副反应或因条件不同而生成不同的产物。因此需要考虑适当的反应条件,使之符合滴定分析的基本要求,并控制滴定速度,使之与反应速率相适应。为使反应能迅速完成,常采取升高反应温度、加催化剂以及调整溶液酸度和提高反应物浓度等措施。

氧化还原滴定法与酸碱滴定法一样,都用指示剂来指示滴定终点。氧化还原滴定法的指示剂有以下几类:① 氧化还原指示剂;② 自身指示剂;③ 专属指示剂。

### 一、高锰酸钾法——药用 $\text{KMnO}_4$ 的含量测定

#### 【实验目的】

- (1) 了解高锰酸钾标准溶液的配制、标定及保存方法。
- (2) 熟悉高锰酸钾与草酸钠的反应条件,正确判断滴定的等量点。

## 【实验原理】

高锰酸钾法是以强氧化剂  $\text{KMnO}_4$  作为标准溶液进行滴定的氧化还原滴定法。高锰酸钾的氧化能力与溶液的酸度有关。高锰酸钾法既可以在酸性条件下使用,也可以在中性、弱碱性或中等碱性条件下使用。在强酸性溶液中,氧化还原半反应为



通常,滴定在  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液中进行,适宜酸度为  $0.5 \sim 1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。酸度的调节以硫酸为宜,是因为硝酸有氧化性,而盐酸中的  $\text{Cl}^-$  具有还原性,可被  $\text{KMnO}_4$  氧化,发生副反应。

高锰酸钾法的优点是  $\text{KMnO}_4$  氧化能力强,应用广泛,不需另加指示剂。其主要缺点是  $\text{KMnO}_4$  标准溶液常含有少量杂质,能自行分解,使溶液不稳定,因此  $\text{KMnO}_4$  标准溶液的配制不能用直接配制法,须采用间接配制法,并保存于暗处。

$\text{KMnO}_4$  溶液的准确浓度常用  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  等一级标准物质来标定, $\text{KMnO}_4$  在酸性溶液中和  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  的反应为



上述标定反应要在酸性且溶液预热至  $75 \sim 85 \text{ }^\circ\text{C}$  条件下进行。滴定开始时,反应很慢, $\text{KMnO}_4$  溶液必须逐滴加入,如果滴加过快, $\text{KMnO}_4$  在热溶液中会部分分解而造成误差:



在滴定过程中,溶液中逐渐有  $\text{Mn}^{2+}$  的生成, $\text{Mn}^{2+}$  对滴定反应有催化作用,使反应速率逐渐加快,所以滴定速度可稍加快些。

可以用作标定  $\text{KMnO}_4$  溶液浓度的基准物质有  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、 $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、 $\text{As}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Fe}_2\text{SO}_4$  和纯铁丝等,其中以  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  最常用。根据等物质的量规则, $\text{KMnO}_4$  溶液的浓度为

$$c(\text{KMnO}_4) = \frac{2m(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)}{5M(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)V(\text{KMnO}_4)}$$

## 【仪器材料】

台秤、分析天平、移液管(2 mL、25 mL)、量筒(10 mL、100 mL)、锥形瓶(150 mL)、烧杯(250 mL、500 mL)、砂芯漏斗、酸式滴定管(50 mL)、容量瓶(250 mL)、洗瓶。

## 【试剂药品】

$\text{H}_2\text{SO}_4$  ( $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ )、固体  $\text{KMnO}_4$  (分析纯)、固体  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  (分析纯)。

## 【实验步骤】

### 1. $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液的配制

精密称取  $0.32 \sim 0.34 \text{ g}$  干燥至恒重的分析纯  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  (精确至  $0.1 \text{ mg}$ )，置于洁净的小烧杯中，先加入少量蒸馏水使其溶解，然后小心地移入  $250 \text{ mL}$  容量瓶中，并用少量蒸馏水洗涤烧杯  $2 \sim 3$  次，洗涤液一并移入容量瓶中，稀释至标线，摇匀，备用。

### 2. $\text{KMnO}_4$ 溶液的配制及含量测定

(1) 用表面皿在台秤上称取  $0.35 \text{ g}$  固体  $\text{KMnO}_4$  (分析纯)，置于  $250 \text{ mL}$  洁净的烧杯中，用沸水分数次溶解，充分搅拌，将上层清液转入洁净的试剂瓶中，直至  $\text{KMnO}_4$  完全溶解，再用煮沸后放冷的蒸馏水稀释至  $500 \text{ mL}$ 。为使  $\text{KMnO}_4$  溶液浓度较快达到稳定，常将配好的溶液加热至沸腾，并保持微沸  $1$  小时，放置  $2 \sim 3$  天。然后用砂芯漏斗或玻璃棉过滤，滤液移入另一洁净的棕色瓶中贮存备用。

(2) 用移液管吸取  $25 \text{ mL}$   $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  一级标准物质溶液置于  $250 \text{ mL}$  锥形瓶中，加入  $5 \text{ mL}$   $3 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$   $\text{H}_2\text{SO}_4$  酸化。加热溶液至有蒸气冒出 ( $75 \sim 85 \text{ }^\circ\text{C}$ )，但不要煮沸<sup>①</sup>。将待标定的  $\text{KMnO}_4$  溶液装入酸式滴定管中，排出气泡，调整液面在零刻度附近，记下  $\text{KMnO}_4$  溶液的初读数 ( $\text{KMnO}_4$  溶液颜色深，不易看见溶液弯月面的最低点，因此，应该按液面的最高边读数)，趁热对  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  溶液进行滴定。小心滴加  $\text{KMnO}_4$  溶液，充分振摇，待第一滴紫红色褪去，再滴加第二滴<sup>②</sup>。此后滴定速

① 在滴定过程中，加热可使反应加快，但不应加热至沸腾，更不能直接用火加热，因为高于  $90 \text{ }^\circ\text{C}$  会引起  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  的分解：



滴定终点时，滴定溶液的温度应不低于  $55 \text{ }^\circ\text{C}$ ，否则，会因反应速率较慢而影响终点的观察与准确性。

② 由于  $\text{KMnO}_4$  与  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  之间的反应较慢，故开始滴定时加入  $\text{KMnO}_4$  溶液的紫红色不能立即褪去，一旦滴定溶液中有  $\text{Mn}^{2+}$  生成， $\text{Mn}^{2+}$  对滴定反应就有催化作用，反应速率加快。这种由于反应产物引起的催化作用称为自动催化。

度控制在每秒 2~3 滴为宜<sup>①</sup>。接近终点时,紫红色褪去很慢,应减慢滴定速度,同时充分摇匀,直至溶液所呈淡红色在 30 秒钟内不消失,即为滴定终点<sup>②</sup>。记下终点时的读数。

按上述方法重复标定 2 次。计算  $\text{KMnO}_4$  溶液的准确浓度及相对平均偏差。

## 【数据记录和处理】

(1)  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  溶液的配制:  $V(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) = \underline{\hspace{2cm}}$  mL。

(2)  $\text{KMnO}_4$  溶液的配制及含量测定:  $c(\text{KMnO}_4) = \underline{\hspace{2cm}}$   $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

## 【思考题】

(1) 在高锰酸钾法中,滴定溶液的酸度用  $\text{HCl}$  和  $\text{HNO}_3$  调节可以吗? 为什么?

(2) 在高锰酸钾法中,如果  $\text{H}_2\text{SO}_4$  的用量不足,对测定结果有何影响?

(3)  $\text{KMnO}_4$  标准溶液在放置一段时间后,是否可以不经重新标定而直接用于滴定分析? 为什么?

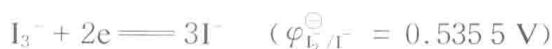
(4) 有些物质和高锰酸钾在常温下反应较慢,为加快其反应速率,可在滴定前加热以使反应速率加快。高锰酸钾法测定含亚铁盐或过氧化氢等物质能加热吗?

## 二、碘量法

碘量法是以碘作为氧化剂或以碘化钾作为还原剂的氧化还原滴定法,也是常用的氧化还原滴定方法之一。其氧化还原半反应为



$\text{I}_2$  在水中的溶解度很小(25℃时为  $0.0018 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ),为增大其溶解度,通常将  $\text{I}_2$  溶解在  $\text{KI}$  溶液中,使  $\text{I}_2$  以  $\text{I}_3^-$  配离子形式存在,其半反应式为



①  $\text{KMnO}_4$  溶液的滴加速度不可忽视,开始要慢,并充分振摇。

② 高锰酸钾法的滴定终点是不太稳定的,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  $\text{KMnO}_4$  慢慢分解,而使淡红色消失,所以经过 30 秒钟不褪色即可认为达到滴定终点。

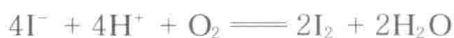
由于两者的标准电位相差很小,为了简便,习惯上仍以前者表示。

碘量法分为直接碘量法(又称碘滴定法)、剩余碘滴定法、置换滴定法。剩余碘滴定法和置换滴定法统称为间接碘量法(又称滴定碘法)。

在使用间接碘量法时,为获得准确的结果,必须注意以下两点:

(1) 控制溶液的酸度。

$I_2$  和  $Na_2S_2O_3$  的反应必须在中性和弱碱性溶液中进行,因为存在副反应:



因此,用  $Na_2S_2O_3$  滴定  $I_2$  之前,应将溶液的酸度调至中性或弱酸性。

(2) 防止  $I_2$  挥发及  $I^-$  被空气中的氧氧化,以减少测定结果的误差。

碘量法的终点常用淀粉指示剂来指示。在有少量  $I^-$  存在时,  $I_2$  与淀粉反应形成蓝色吸附络合物,根据蓝色的出现和消失即可指示滴定终点。淀粉溶液应现用现配,若放置太久,则与碘形成的络合物不呈蓝色而呈紫色或红色。这种红紫色络合物使滴定时退色慢,终点标定不灵敏。

## (一) 维生素 C 的含量测定(直接碘量法)

### 【实验目的】

- (1) 通过维生素 C 的含量测定了解直接碘量法的原理和过程。
- (2) 学会硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定。

### 【实验原理】

维生素 C(VC)又叫抗坏血酸,分子式为  $C_6H_8O_6$ 。维生素 C 是强还原性物质,可以用  $I_2$  标准溶液直接测定。在弱酸性溶液中<sup>①</sup>,维生素 C 分子中的烯二醇结构

<sup>①</sup> 由于维生素 C 的还原性相当强,在碱性溶液中易被空气氧化,所以加稀 HAc 使它保持在酸性溶液中,以减少维生素 C 受  $I_2$  以外的氧化剂作用的影响。

维生素 C 在有水或潮湿的情况下易分解成糠醛。

