|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 实验名称：EDTA标准溶液配制标定及自来水硬度的测定 | | | |
| 成绩： | | | |
| 班级： | 姓名： | 学号： | 指导教师： |
| 实验时间：2023.6.9 | | 同组人： | |
| 1.实验目的 2.实验原理 3.实验仪器与材料 4.实验步骤 5.实验记录与结果 6.实验总结   1. **实验目的**   (1) 掌握配位滴定的原理，了解配位滴定的特点；  (2) 掌握标定 EDTA 的基本原理及方法；  (3) 了解缓冲溶液的应用；  (4) 了解水的硬度测定意义和常用硬度表示方法；  (5) 掌握 EDTA 法测定水的硬度的原理、方法和计算；  (6) 掌握络合滴定指示剂的应用，了解金属指示剂的特点；  (7) 熟练掌握吸管和容量瓶的基本操作。   1. **实验原理**   乙二胺四乙酸二钠盐简称EDTA，由于EDTA与大多数金属离子形成稳定的1:1型螯合物，故常用作配位滴定的标准溶液。标定EDTA溶液的基准物有Zn，ZnO，CaCO3，Cu，Bi，MgSO4·7H2O，Ni，Pb等。通常选用的标定条件应尽可能与测定条件一致，以免引起系统误差，如果用被测元素的纯金属或化合物作基准物质，就更为理想。常见用纯金属锌作基准物标定EDTA，可以用铬黑T作指示剂，用氨缓冲溶液，在pH=10进行标定。也可用钙指示剂、二甲酚橙作指示剂，用六亚甲基四胺调节酸度，在pH=5～6进行标定。  本实验中采用CaCO3作为基准物，用HCl把CaCO3溶解制成钙标准溶液，用K-B指示剂（由酸性铬蓝K和萘酚绿B两种指示剂复配而成，可以使颜色变化更明显）指示滴定终点。在氨性缓冲溶液（pH=10）中用EDTA溶液滴定至溶液由紫红色变成蓝绿色为终点。  滴定前 Ca2+ + In ＝ CaIn  纯蓝色酒红色  滴定开始  至终点前 Ca2+ + Y ＝ CaY  终点时 CaIn + Y ＝ CaY + In  酒红色纯蓝色  水的硬度主要是指水中含有的钙盐和镁盐，其他金属离子如铁、铝、锰、锌等离子也形成硬度，但一般含量甚少，测定工业用水总硬度时可忽略不计。测定水的硬度常采用配位滴定法，用乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA)溶液滴定水中Ca、Mg总量，然后换算为相应的硬度单位。若水样中存在Fe3+、Al3+等微量杂质时，可用三乙醇胺进行掩蔽，Cu2+、Pb2+、Zn2+等重金属离子可用Na2S或KCN掩蔽。  水的硬度常以氧化钙的量来表示。各国对水的硬度表示不同，我国沿用的硬度表示方法有两种：一种以度(°)计，1硬度单位表示十万份水中含1份CaO(即每升水中含10mg CaO)，即1°=10mg·L-1CaO；另一种以CaO mmol·L-1表示。  在与标定EDTA标准溶液相同的实验条件下，用已知准确浓度的EDTA溶液滴定水样,计算水样中Ca2+，Mg2+的总含量。如需分别得到Ca含量和Mg含量，可以用同等分的水样调节pH=12-13，使镁离子沉淀下来再去同样滴定出Ca含量，两者差减即可得到Mg含量。   1. **实验仪器与材料**   仪器：酸式滴定管(50mL)。台秤、分析天平、酸式滴定管、锥形瓶、移液管(25mL)、容量瓶(250mL)、烧杯、试剂瓶、量筒(100mL)、表面皿。  材料：乙二胺四乙酸二钠(Na2H2Y·2H2O，S，AR，Mr=372.24)；CaCO3(S，AR)，Mr=100.09；K-B指示剂；1:1的盐酸(V:V)；1:1氨水；NH3·H2O–NH4Cl缓冲溶液(pH≈10，称取固体氯化铵67g，溶于少量水中，加浓氨水570mL，用水稀释至1L)。   1. **实验步骤**   (1) 0.01mol·L-1EDTA标准溶液的配制  称取1.8～2.0g分析纯的乙二胺四乙酸二钠溶于100mL温水中，再加入400mL水，摇匀。  如需久贮，最好贮存于聚乙烯塑料瓶中为佳。  (2) 0.01mol/L CaCO3标准溶液的配制  准确称量0.26～0.30g CaCO3，置于100mL烧杯中，慢慢滴加1:1 HCl 5mL使CaCO3完全溶解（必要时可以在小烧杯顶部倒扣一个表面皿，微微加热），定量转移到250.0mL容量瓶中，三次洗涤烧杯的水都要转入，定容到250.0mL。  (3) EDTA 溶液浓度的标定  准确量取20.00或25.00mL钙标准溶液于锥形瓶中，加入10mL氨性缓冲溶液（pH10），再加入4-5滴K-B指示剂，用EDTA溶液(装在酸式滴定管中)滴定，滴定至溶液颜色由紫红色恰变为蓝绿色。至少平行测定三次，至相对平均偏差小于0.2%为止。  (4) 水样中Ca2+、Mg2+总量的测定  移取25.00ml（精确）人工水样于250ml容量瓶中，定容后，再移取上述稀释水样25.00ml，加5mL NH3·H2O-NH4Cl 缓冲溶液，再加4-5滴K-B混合指示剂，用EDTA溶液(装在酸式滴定管中)滴定，滴定至溶液颜色由紫红色恰变为蓝绿色。至少平行测定三次，注意接近终点时应慢滴多摇，至相对平均偏差小于0.2%为止。  注：本实验为人工水样不含杂质，因此可以不加入掩蔽剂，如果测定实际水样需加入5mL 1:1三乙醇胺，若水样中含有重金属离子，则加入1mL 2% Na2S溶液掩蔽。 | | | |

(1.2.3.4 在做实验之前完成,5.6 在实验完成之后填写) 本报告共 页 第 页