

实验：滴定分析基本操作练习

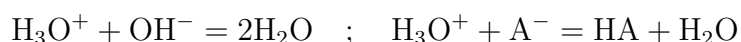
专业名称 姓名 学号 XXXXXXXXXXXXXXXX

20xx 年 xx 月 xx 日

一、实验原理与操作方法

(一) 实验原理

本实验采用酸碱滴定法，以酸碱反应为基础。水溶液中的酸碱反应是中和反应，其离子方程式为：



酸碱中和反应的当等点 $\text{pH}=7.00$ ，在该点附近，微量的酸或碱就可以导致溶液 pH 的突变（即：滴定突越）。于是，若使用变色范围处于滴定突跃范围内的酸碱指示剂，就可以在滴定终点附近见到由于 pH 突变导致的溶液颜色变化。

(二) 操作方法

(1) 准备器材：准备好一支聚四氟乙烯滴定管、三个锥形瓶、两个烧杯、一支移液管，还有用于盛装 NaOH 溶液和 HCl 溶液的瓶子；

(2) 溶液配制：各取 25mL 浓度均为 2mol/L 的 NaOH 溶液和 HCl 溶液，加水稀释至 500mL，盖上盖子备用；

(3) 仪器清洗：用自来水清洗滴定管，然后用纯水润洗滴定管 3 次，再用待加入液体（比如配置好的 NaOH 溶液）润洗 3 次，搁置备用；之后对移液管进行如上操作，但是使用另一种溶液（比如配置好的 HCl 溶液）润洗；

(4) 加注溶液：将对应于滴定管的溶液（比如配置好的 NaOH 溶液）加注进滴定管，排除气泡并将液面调零；用移液管移取 3 次另一种溶液至 3 个锥形瓶中，加入酸碱指示剂（这里使用酚酞）；

(5) 滴定：用滴定管滴加溶液，直至最后半滴落下锥形瓶内溶液恰好变色，垂放滴定管，记录此时滴定管内的液面；

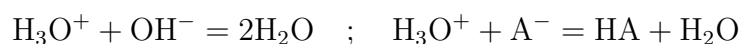
(6) 重复操作：换用另一个锥形瓶，向滴定管中注入溶液并调零之后继续滴定，3 次结束之后，对滴定管、移液管、锥形瓶清洗，并对前两者用纯水润洗，更换溶液后用对应的溶液润洗，更换指示剂（这里换用甲基橙），继续滴定。

（三）实验中测定或标定的数据

(1)NaOH 溶液滴定 HCl 溶液：HCl 溶液的体积 $V_{\text{HCl}}(\text{mL})$ ；滴定所消耗的 NaOH 溶液的体积 $V_{\text{NaOH}}(\text{mL})$ 。

(2)HCl 溶液滴定 NaOH 溶液：NaOH 溶液的体积 $V_{\text{NaOH}}(\text{mL})$ ；滴定所消耗的 HCl 溶液的体积 $V_{\text{HCl}}(\text{mL})$ 。

（四）反应方程式



二、结果与讨论

表 1. NaOH 溶液滴定 HCl 溶液（指示剂：酚酞）

记录与计算	1	2	3
$V_{\text{HCl}}(\text{mL})$	25.00	25.00	25.00
$V_{\text{NaOH}}(\text{mL})$	21.05	21.00	21.02
$\bar{V}_{\text{NaOH}}(\text{mL})$	21.02		
全距 (mL)	0.05		
$\frac{V_{\text{HCl}}(\text{mL})}{\bar{V}_{\text{NaOH}}(\text{mL})}$	1.189		
相对偏差d	0.14%	-0.10%	0.00%
平均相对偏差 \bar{d}	0.08%		

表 2. HCl 溶液滴定 NaOH 溶液（指示剂：甲基橙）

记录与计算	1	2	3
$V_{\text{NaOH}}(\text{mL})$	25.00	25.00	25.00
$V_{\text{HCl}}(\text{mL})$	29.72	29.75	29.70
$\bar{V}_{\text{HCl}}(\text{mL})$	29.72		
全距 (mL)	0.05		
$\frac{V_{\text{NaOH}}(\text{mL})}{\bar{V}_{\text{HCl}}(\text{mL})}$	0.9242		
相对偏差d	0.00%	-0.10%	0.07%
平均相对偏差 \bar{d}	0.06%		

对于 HCl 溶液滴定 NaOH 溶液:

$$\bar{V}_{\text{HCl}} = \frac{1}{3} \sum V_{\text{HCl}} = \frac{1}{3}(29.72 + 29.75 + 29.70)\text{mL} = 29.72\text{mL}$$

$$\text{全距} = 29.75\text{mL} - 29.70\text{mL} = 0.05\text{mL}$$

$$V_{\text{NaOH}}/\bar{V}_{\text{HCl}} = 25.00/29.72 = 0.9242$$

$$d = \frac{V_{\text{HCl}} - \bar{V}_{\text{HCl}}}{\bar{V}_{\text{HCl}}} = \frac{29.72 - 29.72}{29.72} = 0.00\%$$

$$\bar{d} = \frac{1}{3} \sum |d| = \frac{1}{3}(|0.00\%| + |-0.10\%| + |0.07\%|) = 0.06\%$$

对于该组其他相对偏差的计算, 以及 NaOH 溶液滴定 HCl 溶液实验中的数据处理, 参考上面, 同理可得。

三、实验分析与总结

(一) 实验分析

本实验是化学中的经典定量分析实验, 通过该实验, 我们能够充分了解化学实验的魅力。在操作规范的前提下, 误差较小。但是因为操作不规范、读书出现偏差、细节被疏漏等问题, 实验仍有改进之处。

(二) 实验改进

(1) 在量取 25mL 浓度均为 2mol/L 的 NaOH 溶液和 HCl 溶液时, 应当使用测量仪器(如: 吸量管等)进行较为精确地量取;

(2) 稀释溶液时, 需要选择带有刻度线的大容量容器进行稀释, 保证稀释过程的准确;

(3) 在进行滴定操作时, 应当戴上口罩或在通风橱中操作, 避免口中呼出气体里的 CO_2 与 NaOH 反应, 尤其是临近反应终点时;

(4) 在滴定剂滴入时滴定剂滴入处变色, 但是摇晃之后褪色, 就表明即将到达滴定终点, 此时需要缓慢滴加滴定剂甚至半滴半滴加入溶液。

(5) 甲基红的变色范围更加靠近 $\text{pH}=7.00$, 也许在 HCl 溶液滴定 NaOH 溶液时, 可以考虑使用甲基红。

四、思考题

1、配置 NaOH 溶液时，应用何种天平称取试剂？为什么？

答：配置 NaOH 溶液时，应使用精确位数不至于过高的带托盘的天平，比如电子天平，因为 NaOH 具有腐蚀性和吸湿性，要求天平需要拥有托盘，如果精确位数过高，会导致无法读数。

2、在滴定分析中，滴定管为何要用滴定剂润洗几次？滴定中的锥形瓶是否也要用滴定剂润洗呢？为什么？

答：因为在使用纯水润洗之后，滴定管上残留的水珠会降低后续进入滴定管内滴定剂的浓度，引起误差；但是滴定用的锥形瓶不需要被滴定剂润洗，因为移液管加入的滴定剂的量是一定的，这就能够保证锥形瓶中溶质的量无误，其浓度变化对实验没有影响。

3、为了得到 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HCl 标准溶液，量取浓盐酸时应使用吸量管还是量筒，为什么？

答：应当使用吸量管，因为量筒的直径偏大，浓盐酸更易挥发，产生更大的误差，而吸量管开口较小。

4、通常情况下，如何清洗滴定管？

答：先将滴定管内的溶液放干净，再将滴定管取下，用清水清洗，用手封住开口，摇晃滴定管，使其流经管的内壁，以去除残留的液体；可添加洗洁精等，让其在管内停留一段时间之后，用流水彻底冲洗滴定管，保证洗涤剂被全部冲出。

5、用待装入滴定管中的溶液润洗滴定管时，通常需洗几次？每次用量多少？

答：通常需要洗三次，每次需要使用大约 10mL 的待装入溶液。