



# 中心科学实验

## 实验报告

系 \_\_\_\_\_ 专业 \_\_\_\_\_ 学号 \_\_\_\_\_ 姓名 \_\_\_\_\_

日期 2025.2.21 成绩 \_\_\_\_\_ 指导教师 \_\_\_\_\_

### 水质分析：水硬度/水中盐类总量

#### 1 实验目的

- (1) 利用络合滴定法进行分析实验室自来水硬度
- (2) 利用离子交换-pH 法进行分析实验室自来水中盐类总量分析

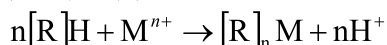
#### 2 实验原理

##### 2.1 络合滴定法分析实验室自来水硬度

水中的硬度来源于可溶性钙盐和镁盐，利用 EDTA 标准溶液和铬黑 T 指示剂滴定可分别测得水样中的钙镁离子含量。

##### 2.2 离子交换-pH 法分析实验室自来水中盐类总量

利用氢离子交换树脂，将水样中全部的金属离子置换为化学计量的  $H^+$ ，然后使用 pH 计测定溶液 pH，从而计算出水样中盐类的总量。该过程可表述为：



其中  $[R]$  代表 H-型离子交换树脂， $M^{n+}$  表示正  $n$  价的金属离子。

#### 3 实验风险评估及预防措施

##### 3.1 化学品危险性评估及应急措施

化学品：盐酸、氯化铵，盐酸为强酸，氯化铵为酸性物质，眼或皮肤接触酸液体时，应立即用清水彻底冲洗；氢氧化钠溶液、浓氨水呈碱性，直接用手接触可能导致化学烧伤。眼或皮肤不慎接触需用大量清水冲洗，并用稀硼酸或醋酸溶液涂抹至接触部位。氢离子交换树脂也为酸性，不应直接与皮肤接触。

##### 3.2 设备危险性评估及应急措施

设备：烘箱、玻璃管、滴定管、移液管、烧杯、容量瓶、玻璃棒。滴定管，移液管，容量瓶，均为长管玻璃仪器，使用不当有碎裂风险，谨防割伤。若不慎打破玻璃仪器，应及时清理碎渣并投入指定垃圾桶。试剂从烘箱中取出时应注意高温，谨防烫伤，若不慎烫伤，应立即用大量水冲洗，并从实验室应急医疗药品箱中取出烫伤膏涂抹至患处。

##### 3.3 操作过程危险性评估及应急措施

操作中涉及使用高温仪器，谨防烫伤。滴定时谨防酸性或碱性液体溅出。

#### 4 实验部分

##### 4.1 EDTA 标准溶液的配制与标定

为配制浓度约为 0.005 M 的 EDTA 标准溶液，称取 0.8 g EDTA 二钠盐，加入约 200 mL 纯水，微热溶解后稀释至 400 mL，贮于聚乙烯塑料瓶中备用。

准确称取 0.05~0.06 g 干燥好的基准  $CaCO_3$  于 100 mL 烧杯中，加数滴水润湿，盖上表面皿。边轻摇晃边缓慢滴入 1:1 的 HCl 溶液至  $CaCO_3$  完全溶解，加 20 mL 水，小火煮沸 2 min，冷却后转移至 100 mL



# 中心科学实验

## 实验报告

\_\_\_\_系\_\_\_\_专业 学号\_\_\_\_ 姓名\_\_\_\_

日期 2025.2.21 成绩\_\_\_\_ 指导教师\_\_\_\_

容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。移取上述溶液 25.00 mL 于锥形瓶中，加 50 mL 纯水及 3 mL Mg-EDTA 溶液，滴定管调零后，从滴定管加约 15 mL EDTA 标准溶液，再加 10 mL pH≈10 的氨性缓冲溶液，使用专用小药勺取用一平勺铬黑 T 指示剂，立即用 EDTA 标准溶液继续滴定至溶液由紫红变为纯蓝色，即为终点。平行滴定三份。计算 EDTA 标准溶液的浓度。

### 4.2 实验室自来水中 $\text{Ca}^{2+}$ 的测定

取实验室自来水水样，并记录采样时间、地点（经纬度）和温度。

移取 100.00 mL 自来水水样于锥形瓶中，加入 2 mL  $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  NaOH 溶液，再使用专用小药勺取一满勺约 30 mg 钙指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由酒红色刚变为纯蓝色，即为终点。平行滴定三份。计算水样中  $\text{Ca}^{2+}$  的含量（以  $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1} \text{CaO}$  表示）。

### 4.3 实验室自来水中 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 含量的测定

移取实验室自来水水样 100.00 mL 于锥形瓶中，加 3 mL Mg-EDTA 溶液、5 mL 氨性缓冲溶液，使用专用小药勺取用一平勺铬黑 T 指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色刚好变为蓝色，即为滴定终点。平行滴定三份。计算水样中  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  的含量（以  $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1} \text{CaO}$  表示，即为总硬度）。由滴定  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  含量和滴定  $\text{Ca}^{2+}$  量所消耗 EDTA 的体积之差，便可求出水样中  $\text{Mg}^{2+}$  的含量（以  $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1} \text{MgO}$  表示）。

### 4.4 离子交换树脂的造型

出厂的树脂为钠型（R—Na 型），使用之前需将树脂用酸处理，使它转变为氢型（R—H 型）。 $\text{R}-\text{Na}+\text{H}^+ \rightarrow \text{R}-\text{H}+\text{Na}^+$  将 20g 交换树脂置于烧杯中，注入 150 mL  $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  HCl 溶液，搅拌，浸泡 1~2 天，倾出上层 HCl 溶液，换以新鲜的  $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  HCl 溶液，再浸泡 1~2 天，不时加以搅拌，再倾出 HCl 溶液。用蒸馏水浸漂树脂数次，然后再用蒸馏水浸没树脂，备用。

### 4.5 交换柱的制备

将 H-型交换树脂装入交换柱或酸式滴定管。交换柱的底部先放入一小团洁净的玻璃纤维，注入蒸馏水检查流速，然后加蒸馏水至柱的一半，小心将树脂的悬浮液通过小漏斗流入柱内，当水满时，开启滴定管的旋塞，让水部分流出，但仍使液面在树脂的上面，再继续装树脂。注意勿使空气进入树脂层中，并使树脂时刻保持在水面以下。树脂层高度为 22~25 cm。用蒸馏水流过交换柱以淋洗树脂，直到流出液为中性为止。此时柱内已完全去除余酸。

### 4.6 水样测定

将水样以每分钟 8~10 mL 流速通过前面已装好的交换柱，弃去 100 mL 以上的初段流出液。取一干净小烧杯，接收柱子流出液，先润洗 3 次，再接收约 50 mL 流出液。另取一干净小烧杯，按同样方法接收约 50 mL 流出液。用 pH 计分别测定上述两份流出液的 pH 值。

空白测定：取自来水水样，测 pH 值。重复一次。

### 4.7 树脂的再生

将树脂从交换柱中倒入烧杯，用  $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的 HCl 溶液浸泡，处理数次后用蒸馏水洗至中性。也可以用  $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的 HCl 溶液通过交换柱，直接把树脂在柱上再生。

## 5 数据记录和处理



# 中心科学实验

## 实验报告

系 \_\_\_\_\_ 专业 \_\_\_\_\_ 学号 \_\_\_\_\_ 姓名 \_\_\_\_\_

日期 2025.2.21 成绩 \_\_\_\_\_ 指导教师 \_\_\_\_\_

基准物名称	CaCO <sub>3</sub>		
m 基准物/g	0.0535		
定容体积/mL	100		
移取体积/mL	25.00	25.00	25.00
V <sub>edta</sub> /mL	24.40	24.55	24.62
c <sub>edta</sub> /mol·L <sup>-1</sup>	5.482 × 10 <sup>-3</sup>	5.448 × 10 <sup>-3</sup>	5.433 × 10 <sup>-3</sup>
EDTA 浓度平均值/mol·L <sup>-1</sup>	5.454 × 10 <sup>-3</sup>		
相对偏差%	+0.51	-0.11	-0.38
平均相对偏差%	0.33		

### 测定

总硬度测定	V 水样/mL	100.00	100.00	100.00
	V 总, EDTA/mL	12.34	11.70	12.00
	总硬度 (CaO,mg·L <sup>-1</sup> )	37.6	35.7	36.7
	总硬度平均值 (CaO,mg·L <sup>-1</sup> )	36.7		
	相对偏差%	+2.45	-2.72	0.00
	平均相对偏差%	1.72		
钙硬度测定	V 水样/mL	100	100	100
	V <sub>1</sub> , EDTA/mL	9.70	9.72	9.50
	钙硬度 (CaO,mg·L <sup>-1</sup> )	29.6	29.7	29.0
	钙硬度 (CaO,mg·L <sup>-1</sup> ) 平均值	29.4		
	相对偏差%	+0.68	+1.02	-1.36
	平均相对偏差%	1.02		

## 6 结果与讨论

由数据得知,实验室中自来水的硬度按德国标度计算在 3.67°dH,属于软水,其中钙为 2.94°dH,镁为 0.73°dH。三组滴定实验造成这些误差的主要原因有:

- 1.滴定实验中操作不熟练;



# 中心科学实验

## 实验报告

系 \_\_\_\_\_ 专业 \_\_\_\_\_ 学号 \_\_\_\_\_ 姓名 \_\_\_\_\_

日期 2025.2.21 成绩 \_\_\_\_\_ 指导教师 \_\_\_\_\_

2.对滴定终点的判断有一定主观性，实际上不需要滴到变为纯蓝色，而加至蓝紫色并等待数秒后也会变为纯蓝色，使滴定结果整体偏大；

3.三组平行滴定时，由于盛样品的大烧杯容量有限，取得的样品并不是同一时间从实验室水龙头获取的，可能存在一定偏差。

## 7 思考题

### 7.1 水硬度的测定思考题

1 用  $\text{CaCO}_3$  基准物质标定 EDTA 或水样中  $\text{Mg}^{2+}$  含量较少而进行  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  的含量的滴定（用铬黑 T 为指示剂）时，为什么滴定前需加入 Mg-EDTA 溶液？为什么配制 Mg-EDTA 溶液时，两者量的比例一定要恰好 1 : 1？

滴定前加入 1 : 1 的 Mg-EDTA 溶液，并使用铬黑 T 作为指示剂，保证溶液体系恰好处于滴定终点附近，此时样品中微量的金属离子即可使指示剂变色，实验现象更明显。

2  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  与 EDTA 的配合物哪个稳定？为什么滴定  $\text{Mg}^{2+}$  时要控制  $\text{pH}=10$ ，而滴定  $\text{Ca}^{2+}$  时则需  $\text{pH}=12$ ？

$\text{Mg}^{2+}$  滴定在  $\text{pH}=10$  时， $\text{Mg}^{2+}$  与 EDTA 的配合物稳定，且指示剂（如铬黑 T）能够清晰指示终点。在滴定  $\text{Ca}^{2+}$  时， $\text{pH}=12$  时， $\text{Mg}^{2+}$  发生沉淀， $\text{Ca}^{2+}$  与 EDTA 的反应不受干扰，且钙指示剂能够清晰指示终点。

3 用  $\text{Ca}^{2+}$  标准溶液标定 EDTA 及测定水的硬度时，通常要求加入氨性缓冲溶液后立即滴定，为什么？用  $\text{Ca}^{2+}$  标定 EDTA 时，加入氨性缓冲溶液前，要先加入一部分 EDTA 溶液，为什么？

EDTA 二钠可视为二元酸，需要一定碱性中和氢离子后才能与钙离子形成稳定的配合物，而若一开始便加入氨性缓冲溶液，溶液碱性过强，钙离子与 EDTA 反应速率较慢，不利于把握滴定终点。

4 测定钙硬度中，若  $\text{pH}$  大于 13.5 时，将会产生什么结果？

碱性过强，钙离子开始形成氢氧化钙沉淀，同时钙指示剂和 EDTA 均为有机物，在强碱性条件下可能无法正常工作，导致变色不明显或不准确，对最终测定结果造成影响。

### 7.2 水中盐类总量思考题

1 阳离子交换树脂如没经过 HCl 处理造型为 H 型，能否用本法测定盐类总量？

不可以，离子交换前后没有明显的  $\text{pH}$  变化。

2 树脂层如混入空气，对交换及测定有何影响？如何防止树脂层混入空气？如果混入空气应如何处理？

气泡会阻碍液体流动，交换速率将受到影响。在柱子安装过程中应缓慢安装，使液体缓慢进入柱子。可以轻敲柱壁赶出气泡，或用铁丝轻轻搅动赶出气泡。

3 收集分析用的流出液为什么要有适宜的流速？太快或太慢有什么影响？

流速太快，可能存在交换不完全的现象，使得  $\text{pH}$  测定结果偏小；流速太慢，所耗时间太长。

4 为什么必须收集流出曲线 abcd 范围内的流出液进行滴定？前后两段的流出液为什么不能用来滴定？

前端流出液混杂了安装时加入的稀释水，流出水中氢离子含量偏低；后端流出液中，树脂内的氢



# 中心科学实验 实验报告

\_\_\_\_系 \_\_\_\_专业 学号\_\_\_\_ 姓名 \_\_\_\_

日期 2025.2.21 成绩 \_\_\_\_\_ 指导教师 \_\_\_\_\_

---

离子被消耗殆尽，氢离子含量同样偏低。