

## 实验二 酸碱溶液的配制和比较滴定、滴定管的使用

### 一 实验目的

- 1 练习滴定操作，初步掌握滴定管的使用方法。
- 2 了解酸碱溶液的配制和浓度的比较滴定。
- 3 熟悉甲基橙和酚酞指示剂的使用和滴定终点的颜色变化。初步掌握酸碱指示剂的选择方法，练习正确判断终点。
- 4 学会准确、简明地记录实验原始数据，学会正确运用有效数字。

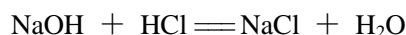
### 二 实验原理

在酸碱滴定法中，常用 HCl 溶液作标准酸溶液，用 NaOH 溶液作标准碱溶液。酸碱溶液的浓度一般在  $0.01\sim 1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$  之间，通常配制  $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$  的溶液。

HCl 有挥发性，其浓度不确定；NaOH 的纯度也不确定，而且易吸收二氧化碳和水，因此，不能直接配制准确浓度的标准酸碱溶液。通常用间接配制法，即先将它们配制近似  $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$  浓度的溶液，然后通过比较滴定或标定的方法来确定它们的准确浓度。

NaOH 溶液的配制用溶解法。HCl 溶液的配制用稀释法。

NaOH 与 HCl 的滴定反应为



二者反应的物质的量比为 1:1，所以酸碱反应达到化学计量点时：

$$C_{\text{HCl}} \cdot V_{\text{HCl}} = C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}}$$
$$\frac{C_{\text{HCl}}}{C_{\text{NaOH}}} = \frac{V_{\text{NaOH}}}{V_{\text{HCl}}}$$

通过酸碱溶液的比较滴定，可以确定完全反应时两者的体积比，也就是它们浓度的比。

$0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HCl}$  和  $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{NaOH}$  的比较滴定是强酸和强碱的滴定，突跃范围 pH 为 4.3-9.7。

选择指示剂的原则：指示剂的变色范围全部或部分落在滴定突跃范围之内；颜色变化由浅到深，且颜色变化明显。

因此，凡是变色范围部分或全部落在滴定突跃范围内的指示剂如甲基红、甲基橙、酚酞、甲基红与溴甲酚绿混合指示剂等都可用来指示终点。实验时用甲基橙和酚酞做指示剂。

用 NaOH 来滴定 HCl，用酚酞作指示剂，终点时溶液由无色变红色。用 HCl 来滴定 NaOH，用甲基橙作指示剂，终点时溶液由黄色变橙色。

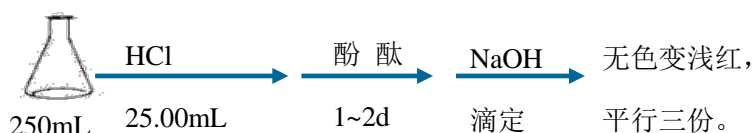
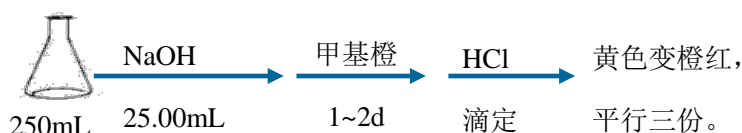
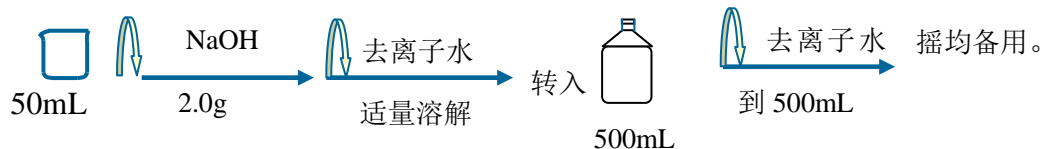
### 三、实验步骤

#### 1 滴定管的使用

准备、检漏→清洗（洗液、自来水、去离子水润洗三遍、待装液润洗三遍）、排气泡（酸管，快速放液；碱管，弯曲橡皮管使滴管尖朝上放液）、调整液面、初读数（取下滴定管，食指和拇指拿住，悬垂，视线与凹月面相切的刻度对齐）→滴定（酸碱管的手法，滴定速度：快速，成滴不成线；1滴；半滴，悬而未落，摇瓶使溶液成漩涡）→读数→复原（用去离子水清洗干净滴定管，倒置于滴定管架上）。

2.0.1mol·L<sup>-1</sup>HCl、0.1mol·L<sup>-1</sup>NaOH 溶液的配制

## 3. 酸碱溶液的比较滴定



## 四、数据记录和处理

项目 \ 次数		I (甲基橙)			II (酚酞)		
		I (甲基橙)	II (甲基橙)	III (甲基橙)	I (酚酞)	II (酚酞)	III (酚酞)
HCl /mL	终读数	25.20	26.20	25.36	25.40	25.20	25.30
	初读数	0.10	0.12	0.00	0.10	0.12	0.10
	V <sub>HCl</sub>	25.10	26.08	25.36	25.30	25.08	25.20
NaOH /mL	终读数	25.00	26.10	25.22	25.68	25.48	25.58
	初读数	0.00	0.00	0.00	0.10	0.00	0.00
	V <sub>NaOH</sub>	25.00	26.10	25.24	25.58	25.48	25.58
V <sub>HC</sub> / V <sub>INaOH</sub>		1.004	1.004	1.005	0.9891	0.9890	0.9891
平均值 V <sub>HC</sub> / V <sub>INaOH</sub>		1.004			0.9891		
相对平均偏差		0.3%			0.3%		

## 五、分析和讨论

初次使用滴定管，很多方面只是初步熟悉，还不够熟练。左手握滴定管，开始很不适应。慢慢好点了。滴定剂的装入要从试剂瓶直接倒入滴定管；滴定管要用待装液润洗三次；开始滴定时，注意要赶气泡。滴定管的读数时要把滴定管取下读。第一次练习半滴很困难；滴定时，一手摇瓶，一手控制滴定管，还不熟练。下次再做时，这些要重点练习。

## 六、思考题（可以先做在预习报告上）

1. 用 HCl 溶液滴定 NaOH 溶液，有哪些指示剂可以用？

答：用 HCl 溶液滴定 NaOH 溶液，滴定突跃范围较大 pH4.3~9.7。因此，凡是变色范围部分或全部落在滴定突跃范围内的指示剂如甲基红、甲基橙、酚酞、甲基红与溴甲酚绿混合指示剂等

都可用来指示终点。

2. NaOH 溶液如放置时间太长会有何影响？长时间放置后用 HCl 滴定，以酚酞作指示剂和甲基橙作指示剂有何不同？

答：NaOH 溶液如放置时间太长，NaOH 溶液会吸收空气中的  $\text{CO}_2$ ，因而溶液中存在  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 。此时用 HCl 滴定用酚酞作指示剂和甲基橙作指示剂的结果不同，用甲基橙作指示剂无影响，用酚酞作指示剂只滴定到  $\text{NaHCO}_3$ ，结果偏低。

3. 滴定管在装满标准溶液前为什么要用此溶液润洗内壁 2~3 次？用于滴定的锥形瓶或烧杯是否需要干燥？要不要用标准溶液润洗？为什么？

答：滴定管洗净后含水，若不用所装溶液润洗，溶液将被稀释。润洗 2~3 次已润洗干净，次数再多浪费试剂。用于滴定的锥形瓶或烧杯不需干燥，也不得用标准溶液润洗。因为滴定反应仅滴定剂与被滴定物之间的反应，锥形瓶或烧杯中的水不影响滴定反应；锥形瓶或烧杯若用标准溶液润洗，标准溶液的量就增加了，无法定量。

4. 用 HCl 溶液滴定 NaOH 标准溶液时是否可用酚酞作指示剂？

答：理论上只要在滴定终点有明显颜色变化的指示剂都可使用。但在实际滴定分析中要考虑人眼对颜色变化的敏锐程度。通常选择颜色变化由浅到深，且颜色变化明显的指示剂。如用酚酞作指示剂，常用 NaOH 来滴定 HCl，这样终点时溶液由无色变红色，易于观察。用 HCl 溶液滴定 NaOH 标准溶液时若用酚酞作指示剂，终点时溶液由红色变无色，终点过后再滴加 HCl 溶液，仍然无色不易于观察，易出差错，所以一般不用。

5. 在每次滴定完成后，为什么要将标准溶液加至滴定管零点或接近零点，然后进行第二次滴定？

答：每次滴定前把滴定管的液面调整在零刻度附近，以减小滴定管粗细不均匀引起的误差（习称管差）。

6. 如何正确使用碱式滴定管？

答：左手握管，拇指在前，食指在后，捏于稍高于玻璃球的近旁向右边挤医用胶管，使玻璃珠移向手心一侧，溶液可从玻璃珠旁的空隙流出，其他三指辅助夹住出口管。

7. 化学类实验有四个等级的化学试剂，纯度最高的是哪种？大学化学实验 G 中常用什么规格？

答：一级品即优级纯 G.R.、二级品即分析纯 A.R.、三级品即化学纯 C.P.、四级品即实验纯 L.R.。纯度最高的是 G.R.。大学化学实验 G 中最常用的规格 A.R.和 C.P.。

8. 玻璃仪器洗净的标准是什么？

答：装满水倒置时，水均匀流下，形成水膜，不挂水珠。

9. 定量分析实验常用的容量器皿中，使用前需经待装液润洗的有哪些？

答：滴定管；移液管。

10. 什么是平行试验？

答：一组试验，实验的仪器、试剂、条件完全一样，同一人完成，一般为 3~6 次。