**滴定分析基本操作之酸碱互滴练习**

**一、实验目的**

1、掌握滴定管和移液管的准备及使用方法。

2、掌握滴定分析中的数据记录以及计算规范。

3、初步学会甲基橙、酚酞指示剂终点的确定。

**二、实验原理**

0.1mol·L-1NaOH标准溶液（强碱）和0.1mol·L-1HCl标准溶液（强酸）相互滴定时，化学计量点时的pH为7.0，滴定的突跃范围为4.3～9.7，选用在突跃范围内变色的指示剂，可保证测定有足够的准确度，甲基橙（简写为MO）的pH变色区域是3.1（红）～4.4（黄），酚酞（简写为PP）的pH变色区域是8.0（无色）～9.6（红）。

指示剂的选择原则如下：1）指示剂的变色范围越窄越好；2）指示剂的变色范围与滴定突跃范围有部分重合；3）颜色变化灵敏度高，颜色最好由浅到深。另外，指示剂用量常用2—3滴，因指示剂本身也是弱酸或弱碱。若用量过多，会使滴定时酸或碱的消耗量增加。在酸碱中和滴定的实验中，不用石蕊作指示剂，主要原因是：石蕊的的颜色变化不够灵敏，不利于及时、准确地作出判断。

HCl有挥发性，其浓度不确定；NaOH的纯度也不确定，而且易吸收CO2和水份，因此不能直接配制准确浓度的标准溶液，通常先将它们配制成近似浓度的溶液，然后用基准物质或比较滴定来确定它们的准确浓度。

在指示剂不变的情况下，一定浓度的HCl溶液和NaOH溶液相互滴定时，所消耗的体积之比值VHCl / VNaOH应是一定的，改变被滴定溶液的体积，此体积之比应基本不变，因此，只要标定其中任何一种溶液的浓度，就可以由比较滴定的结果算出另一种溶液的浓度。

注：酸碱滴定的滴定突跃是指滴定过程中滴定剂从不足0.1%到过量0.1%所引起的pH值变化。

**三、实验仪器与试剂**

1、仪器：50mL酸式滴定管各一支；50mL滴定管一支；250mL锥形瓶三个；洗瓶一个。

2、试剂： 0.1mol·L-1NaOH；0.1mol·L-1 HCl；0.2%酚酞乙醇溶液；0.1%甲基橙水溶液。

**四、实验内容**

1、滴定管和移液管的准备（两人一组，一位同学先酸滴定碱，另一位同学碱滴定酸，做完后交换位置再操作）

用0.1mol·L-1NaOH或HCl溶液润洗已经洗净的滴定管两到三次，每次5-10mL;然后装满滴定管，赶去管尖的气泡，并除去管尖悬挂的液滴。调节滴定管内的弯月面在“0”刻度附近，管内溶液静置1-2min后观察滴定管是否漏液，并进行调节，然后准确读数并记录初读数（估计到小数点后的第二位）

用0.1mol·L-1NaOH或HCl溶液润洗已经洗净的移液管两到三次，每次约5mL，待用。

2、滴定操作练习

（1）用HCl溶液滴定NaOH溶液（以甲基橙作指示剂）

用移液管准确移取25.00mL的NaOH溶液于锥形瓶中，加入1-2滴甲基橙指示剂，用HCl标准溶液滴定，不停地旋摇锥形瓶，使溶液混合均匀，滴定开始时滴入速度可快一些，但应逐滴加入，仔细观察溶液颜色的变化，当接近终点时（滴入HCl后红色消失较慢），则必须一滴一滴（甚至半滴半滴）加入，仔细观察溶液颜色的变化直到溶液由黄色变为橙色即为终点，然后准确读数并记录终读数。（平行三次）

（2）用NaOH溶液滴定HCl溶液（以酚酞作指示剂）

用移液管准确移取25.00mL的HCl溶液于锥形瓶中，加入1-2滴酚酞指示剂，用NaOH溶液滴定，不停地旋摇锥形瓶，使溶液混合均匀，滴定开始时滴入速度可快一些，但应逐滴加入，仔细观察溶液颜色的变化，当接近终点时（滴入NaOH后红色消失较慢），则必须一滴一滴（甚至半滴半滴）加入，仔细观察溶液颜色的变化直到溶液由无色变为微红色(30s不褪)即为终点，然后准确读数并记录终读数。（平行三次）

注意：旋摇锥形瓶时不宜用力过猛速度过快，以防CO2溶入NaOH溶液，使终点延后。

**五、数据记录及处理**

表1 HCl溶液滴定NaOH溶液

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | Ⅰ | Ⅱ | Ⅲ |
| HCl初读数（mL） |  |  |  |
| HCl终读数（mL） |  |  |  |
| VHCl（mL） |  |  |  |
| VHCl/VNaOH |  |  |  |
| 平均值 |  | | |
| 相对平均偏差 |  | | |

表2 NaOH溶液滴定HCl溶液

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | Ⅰ | Ⅱ | Ⅲ |
| NaOHl初读数（mL） |  |  |  |
| NaOHl终读数（mL） |  |  |  |
| VNaOH（mL） |  |  |  |
| **VHCl/VNaOH** |  |  |  |
| 平均值 |  | | |
| 相对平均偏差 |  | | |

**六、思考题**

1、为什么HCl溶液滴定NaOH溶液以甲基橙作指示剂而不用酚酞？同问为什么NaOH溶液滴定HCl溶液以酚酞作指示剂而不用甲基橙？

2、为什么每次滴定在“0”刻度附近开始？