



# 2024-2025学年春夏学期《无机及分析化学实验》实验报告

实验名称: 滴定分析基本操作训练 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025 年 3 月 18 日 指导老师/助教: \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_ 第 1 页

## 一、 实验目的

(1) 掌握滴定分析的原理和酸碱滴定

(2) 了解指示剂的作用机理

(3) 练习滴定分析的基本操作

## 二、 实验原理

· 酸碱滴定曲线是以 pH 对滴定剂体积作图。滴定突跃表明化学计量点前后  $\pm 0.1\%$  的急剧 pH 变化。

滴定突跃点和浓度与解离常数有关。

· (1) 有效滴定标准: 滴定误差应小于  $\pm 0.2\%$ , 为此, 滴定的酸或碱的  $cK$  值应大于  $10^{-8}$  ( $cK \geq 10^{-5}$ ).

(2) 分步滴定的标准: 滴定误差小于  $\pm 0.2\% \Rightarrow \frac{K_n}{K_{n+1}} \geq 10^4$

· 酸碱指示剂: 弱的有机酸或碱(有机染料), 酸性或碱性形式表现出与其共轭对不同的颜色

选择: 在与酸碱反应的化学计量点相同的 pH 值下变色, 指示剂 pH 值必须在范围内小于或在滴定跳跃范围内。为了方便观察, 显示从浅色到深色或从无色到有色的颜色变化。

· HCl 与 NaOH 分别为强酸与强碱, 两者反应的化学计量点为 pH=7.0



$$c_{HCl} \times V_{HCl} = c_{NaOH} \times V_{NaOH}$$

用 NaOH 滴定 HCl 时, pH 变色区间为 4.3~9.7 (用酚酞 pH 在 8.3~10.0, 无色  $\rightarrow$  粉红色)。

用 HCl 滴定 NaOH 时, pH 变色区间为 9.7~4.3 (用甲基橙 pH 在 3.1~4.4, 黄色  $\rightarrow$  橙色)。



# 2024-2025学年春夏学期《无机及分析化学实验》实验报告

实验名称: 滴定分析基本操作训练 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025 年 3 月 18 日 指导老师/助教: \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_ 第 2 页

## 三、课前思考题

(1). 简洁地总结一下分析天平、容量瓶、滴管和移液器的基本操作

答: ① 分析天平: i). 增量法 ii). 直接法.

观察天平是否水平, 打开天平两侧门, 用天平刷清扫干净, 去皮, 取样, 称量质量, 读数, 转移, 天平归零关闭, 清扫, 登记使用情况.

② 容量瓶: 检查容量瓶 → 清洗容量瓶 → 溶解或稀释溶质 → 转移溶液 → 洗涤转移工具 → 定容 → 混合均匀 → 贴标签.

③ 滴管: 选择合适的滴管 → 检查滴管 → 清洁滴管 → 吸取 → 转移 → 释放 → 清洗.

④ 移液管: 选择合适移液管 → 检查移液管 → 调整体积 → 吸取 → 移液 → 释放最后一滴液体 → 归位.

(2). 基准物质的定义和特征是什么?

答: 定义: 基准物质是一种高纯度、组成恒定、性质稳定的物质, 其浓度可通过直接称量确定而无需进一步标定

特征: ①. 高纯度 ②. 组成与化学式严格一致 ③. 化学性质稳定

④. 较大摩尔质量

(3). 以邻苯二甲酸氢钾 (KHP) 和氢氧化钠 (NaOH) 为例, 简述制备 100 mL 0.1 mol/L 标准溶液的不同方法.

答: ①. 邻苯二甲酸氢钾可作为基准物质直接法制备标准溶液, 准确称量, 溶解定容

②. NaOH 先配制近似浓度, 再用间接法使用基准物质进行标定



# 2024-2025学年春夏学期《无机及分析化学实验》实验报告

实验名称: 滴定分析基本操作训练 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025 年 3 月 18 日 指导老师/助教: \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_ 第 3 页

## 四、实验步骤

1. 两种溶液的准备: (1). 0.1 mol/L NaOH (2). 0.1 mol/L HCl.

(1). 100 mL 烧杯  $\xrightarrow[1.0\text{ g}]{\text{NaOH}}$   $\xrightarrow[50\text{ mL}]{\text{H}_2\text{O}}$  250 mL 容量瓶  $\xrightarrow[200\text{ mL}]{\text{H}_2\text{O}}$  振荡摇匀

标准化: 150 mL 锥形瓶  $\xrightarrow[0.30\sim0.40\text{ g}]{\text{KH}_2\text{CrO}_4}$   $\xrightarrow[5\text{ mL}]{\text{H}_2\text{O}}$  旋转使固体完全溶解  $\xrightarrow[1\sim2\text{ 滴}]{\text{酚酞}}$

用 NaOH 滴定  $\rightarrow$  由无色变为粉红色 (30s 内无变化)  $\rightarrow$  读取最终体积  $\rightarrow$  重复 2 次以上.

(2). 250 mL 容量瓶  $\xrightarrow[2.48\text{ mL}]{\text{H}_2\text{O}}$   $\xrightarrow[2.4\text{ mL}]{\text{Conc. HCl}}$  振荡摇匀

标准化: 150 mL 锥形瓶  $\xrightarrow[0.10\sim0.12\text{ g}]{\text{Na}_2\text{CO}_3}$   $\xrightarrow[20\sim30\text{ mL}]{\text{H}_2\text{O}}$  旋转使固体完全溶解  $\xrightarrow[1\sim2\text{ 滴}]{\text{酚酞}}$  用 HCl 滴定

$\rightarrow$  由黄变为蓝色 (30s 内无变化)  $\rightarrow$  读取最终体积  $\rightarrow$  重复 2 次以上

2. 容量玻璃器皿的准备.

(1). 清洗并冲洗两个滴管, 为避免混淆, 一根用红色旋塞, 另一根用蓝色旋塞.

(2). 清洁并冲洗一个移液管 (3). 清洗一个容量瓶.

3. 滴定分析基本操作练习.

(1). 用 HCl 滴定 NaOH

150 mL 锥形瓶  $\xrightarrow[20.00\text{ mL}]{0.1\text{ mol/L NaOH}}$   $\xrightarrow[1\sim2\text{ 滴}]{\text{甲基橙}}$   $\xrightarrow[0.1\text{ mol/L HCl}]{\text{用滴定}}$  从黄色变为橙色 (30s 不变色)

$\rightarrow$  记录最终体积  $\rightarrow$  重复至少 2 次.

(2). 用 NaOH 滴定 HCl.

150 mL 锥形瓶  $\xrightarrow[20.00\text{ mL}]{0.1\text{ mol/L HCl}}$   $\xrightarrow[1\sim2\text{ 滴}]{\text{酚酞}}$   $\xrightarrow[0.1\text{ mol/L NaOH 滴定}]{\text{用 0.1 mol/L}}$  从无色到粉红色 (30s 不变色)

$\rightarrow$  记录最终体积  $\rightarrow$  重复 2 次以上实验.

ps. NaOH 标准化过程中不能剧烈振荡锥形瓶, 因为 NaOH 易吸收空气中的 CO<sub>2</sub>. 同时, 一旦达到滴定终点, 不要振荡锥形瓶. 溶液会迅速变为无色.

## 五、关键步骤及注意事项

1. 使用分析天平称量邻苯二甲酸氢钾时, 操作流程应严格按照简介称量法的步骤。
2. 使用滴定管和移液管时一定要提前清洗和用待加入的液体润洗 2~3 次。



# 2024-2025学年春夏学期《无机及分析化学实验》实验报告

实验名称: 滴定分析基本操作训练 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025 年 3 月 18 日 指导老师/助教: \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_ 第 4 页

3. 酸碱滴定过程中选择合适的指示剂, 指示剂变色范围应尽量落在滴定终点突跃的范围。
4. 在邻近滴定终点时应一滴一滴(最好半滴)地加入滴定剂, 仔细观察颜色变化。
5. 用邻苯二甲酸氢钾标准化NaOH时, 不能剧烈振摇锥形瓶, 否则NaOH会吸收空气中CO<sub>2</sub>而导致滴定终点推后。
6. 滴定管读数时应当垂直提起其上部使凹液面相切处与视线水平, 不可坐着、蹲着读数。
7. 使用移液管时应注意规范操作事项, 垂直移液和放液, 尽量移液完全。
8. 使用移液管、容量瓶和滴定管时应确保器皿内壁无气泡附着, 如有气泡应完全除去。

## 六、分析、讨论和总结

### 1. 数据处理

完善实验数据记录表格并计算相对平均偏差如下:

Table 1 Titrate NaOH with HCl

trial	1	2	3
ΔV(NaOH)/mL	20.00	20.00	20.00
V <sub>1</sub> (HCl)/mL	0.20	0.40	1.10
V <sub>2</sub> (HCl)/mL	19.70	19.75	20.58
ΔV(HCl)/mL	19.50	19.35	19.48
ΔV(HCl)/ΔV(NaOH)	0.975	0.968	0.974
[ΔV(HCl)/ΔV(NaOH)]average	0.972		
$\bar{d_r} / \%$	0.3201		

Table 2 Titrate HCl with NaOH

trial	1	2	3
ΔV(HCl)/mL	20.00	20.00	20.00
V <sub>1</sub> (NaOH)/mL	0.12	0.00	0.02
V <sub>2</sub> (NaOH)/mL	20.27	20.04	20.15
ΔV(NaOH)/mL	20.15	20.04	20.13
ΔV(HCl)/ΔV(NaOH)	0.992	0.998	0.994
[ΔV(HCl)/ΔV(NaOH)]average	0.995		
$\bar{d_r} / \%$	0.2213		

Table 3 Standardization of 0.1 mol·L<sup>-1</sup> NaOH solution

trial	1	2	3
m(KHC <sub>8</sub> H <sub>4</sub> O <sub>4</sub> )/g	0.3185	0.3185	0.3185



# 2024-2025学年春夏学期《无机及分析化学实验》实验报告

实验名称: 滴定分析基本操作训练 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025 年 3 月 18 日 指导老师/助教: \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_ 第 5 页

$V_1(\text{NaOH})/\text{mL}$	1.10	0.90	5.60
$V_2(\text{NaOH})/\text{mL}$	15.64	15.48	20.20
$\Delta V(\text{NaOH})/\text{mL}$	14.54	14.58	14.60
$c(\text{NaOH})/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$	0.1072	0.1070	0.1068
$\bar{c}(\text{NaOH})/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$	0.1070		
$d_r / \%$	0.1540		

根据标准化0.1 mol/L NaOH测得结果, 可知: 平均氢氧化钠浓度 $\bar{c}(\text{NaOH}) = 0.1070\text{mol/L}$ , 相对误差

$$\text{差}E = \frac{|\bar{c}-c|}{c} \times 100\% = 0.7000\%, \text{ A类标准不确定度: } u_A = \sqrt{\frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^3 (c_i - \bar{c})^2} = 1.155 \times 10^{-4}$$

因此 $c = \bar{c} \pm u_A = 0.1070 \pm 1.155 \times 10^{-4}\text{mol/L}$ 。在一定误差范围内NaOH的浓度近似于0.1 mol/L。

## 2. 误差分析

由实验1和实验2可知: 本次实验中配制的NaOH溶液浓度比配制的HCl溶液浓度小。

由实验3可知: NaOH溶液的浓度略大于0.1 mol/L。两者出现的可能原因如下:

- 1) 配制NaOH和HCl药品时溶液体积的称量没有精确量取, 使用量筒直接量取液体存在误差。
- 2) 称量NaOH药品时可能已经部分潮解或吸收空气中 $\text{CO}_2$ 而部分变质。
- 3) 使用酚酞作指示剂, NaOH滴定的时候振摇锥形瓶有些剧烈, 导致吸收了部分空气中 $\text{CO}_2$ 。
- 4) 使用的指示剂存在变色范围, 滴定终点落在变色范围以内, 因此记录变色时的体积该方法本身存在系统误差无法避免。
- 5) 肉眼的指示剂微小的变色观察不明显, 导致多加入几滴滴定剂达到滴定终点之后的明显变色。
- 6) 观察凹液面与刻度线是否完全相切时也可能存在读数误差, 从而导致记录的体积存在误差。
- 7) 振摇锥形瓶时有部分液体飞溅到锥形瓶内壁也可能导致加入的液体体积产生误差。

## 3. 讨论与总结

根据误差来源分析, 实验过程中可以尝试进行如下几点改进:

- 1) 选择变色范围更窄, 现象更明显的指示剂。
- 2) 移液管转移溶液时管尖要始终靠在容器内壁, 容器倾斜, 内壁接触, 使移液更完全。
- 3) 可以采用其他标准溶液辅助滴定, 更准确地分析溶液浓度。
- 4) 有条件的情况下, 采用pH计辅助肉眼颜色观察来判断滴定终点。

## 七、课后思考题



# 2024-2025学年春夏学期《无机及分析化学实验》实验报告

实验名称: 滴定分析基本操作训练 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025 年 3 月 18 日 指导老师/助教: \_\_\_\_\_ / \_\_\_\_\_ 第 6 页

(Expt. 9) 如果这两种溶液的浓度相同, 且忽略任何操作误差, 则滴定NaOH与HCl的比例和HCl与NaOH的比例不同。这是为什么呢? 简要解释一下。

答: 理论上等浓度的NaOH与HCl相互滴定的滴定终点溶液pH为7, 而本实验采用指示剂颜色的变化来判断反应终点。NaOH滴定HCl时酚酞作为指示剂, 酚酞的变色范围为8.3~10.0, 因此观察到颜色变化时pH大于7.0, 实际上已经多加入了NaOH。HCl滴定NaOH时甲基橙作为指示剂, 甲基橙的变色范围为3.1~4.4, 因此观察到颜色变化时pH小于7.0, 实际上已经多加入了HCl。

(Expt. 5) 如果在滴定过程中出现以下情况, 以KHP为主要标准, 分析其对氢氧化钠溶液浓度的影响。

- (1) 气泡从滴定管的尖端冒出: 氢氧化钠浓度偏小
- (2) 剧烈地振荡容量瓶: 氢氧化钠浓度无影响
- (3) 从弯月面上方读取滴定管最终体积: 氢氧化钠浓度偏大
- (4) 基准物质略有潮湿: 氢氧化钠浓度偏大
- (5) 忘记使用NaOH溶液润洗滴定管: 氢氧化钠浓度偏小

评分项目	学术规范	书写工整	写作表达	数据结果和分析讨论	课前和课后思考题	总分
分值	30分	10分	10分	30分	20分	100分
得分/分						
评语						