



# 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: 三种磷酸钠盐水合物的制备及测定 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025年4月15/22日 指导老师/助教: / \_\_\_\_\_ 第1页

## 一、 实验目的

- (1) 掌握多元酸碱滴定的原理.
- (2) 学习三种磷酸钠盐水合物的特征及制备方法.
- (3) 设计检验产品纯度的流程.

## 二、 实验原理

- (1).  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  在  $55\text{--}65^\circ\text{C}$  时变为十水合物，在  $60\text{--}100^\circ\text{C}$  时变成六水合物， $100^\circ\text{C}$  以上变为一水合物， $212^\circ\text{C}$  以上变为无水合物，溶液  $\text{pH}=12$ .
- (2).  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  在  $35.1^\circ\text{C}$  时变为七水合物， $100^\circ\text{C}$  以上变为无水合物，在  $34^\circ\text{C}$  仔细干燥后转为二水合物（白色粉末），弱碱性  $\text{pH}$  为  $8.0\text{--}11.0$
- (3).  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  在  $100^\circ\text{C}$  以上变为无水， $190\text{--}210^\circ\text{C}$  变为焦磷酸盐， $280\text{--}300^\circ\text{C}$  为偏磷酸盐。水溶液为弱酸性， $\text{pH}$  在 4.5 左右。

实验中  $\text{PO}_4^{3-}$  来源为  $\text{H}_3\text{PO}_4$  或  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，可制备三种类型水合磷酸钠  
调节  $\text{pH}$  用:  $\text{NaOH}$  与  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

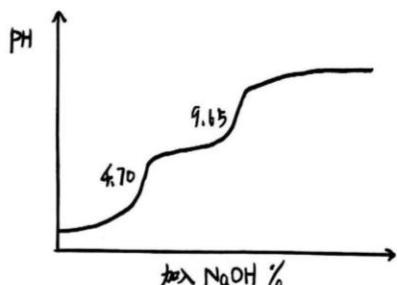
由于在水中溶解度大，用乙醇使产品沉淀。

有效滴定:  $cK \geq 10^{-8}$  if  $E_T \leq (\pm 0.2\%)$   $cK \geq 10^{-7}$  ( $E_T \leq \pm 1\%$ ).

分布滴定:  $K_{\text{d}}/K_{\text{a1}} \geq 10^4$

$\text{H}_3\text{PO}_4$  为弱酸，滴定曲线只有两个化学计量点

$\text{pK}_{\text{a1}}=2.15$   $\text{pK}_{\text{a2}}=7.20$ ,  $\text{pK}_{\text{a3}}=12.35$



产品纯度可由传统的酸碱滴定和  
电位滴定法测定。



# 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: 三种磷酸钠盐水合物的制备及测定 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025年4月15/22日 指导老师/助教: / \_\_\_\_\_ 第2页

## 三、课前思考题

(1). 简要解释为什么在制备三种产品时准确控制酸度很重要?

答: 由于磷酸为三元弱酸, 在不同酸度条件下会反应生成不同的磷酸盐

如在 pH 为 12 左右时生成的是  $\text{Na}_3\text{PO}_4$ , 而在 pH 弱碱性 8~11 时生成  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$

在 pH 为 弱酸性下生成  $\text{Na}_3\text{H}_2\text{PO}_4$ 。因此酸度对制备的磷酸盐类型很重要。

此外酸度不同可能还会使溶液中一些金属离子生成不溶性磷酸盐影响产率。

(2). 简要描述一下多元酸碱滴定的原理。

答: 由于多元酸为分步电离, 有  $K_{a1} > K_{a2} > K_{a3}$ , 用强碱滴定多元酸时随着加入  $\text{OH}^-$  增加与多元酸的  $\text{H}^+$  结合, 溶液中  $\text{c}(\text{H}^+)$  逐渐降低, 相邻两步电离常数的比值足够大 ( $K_{a_n} / K_{a_{n+1}} \geq 10^4$ ) 即可认为可以分步滴定

(3). 简要总结一下自动电位计的基本操作。

答: 首先设置参数: 设置滴定管 (根据滴定管上的滴定管容量和滴定管系数)

其次校准电极: 使用标准缓冲液重新校准 (两个缓冲液进行校准)

接着准备待滴定液, 再使用滴定剂润洗管路, 使其充满整个管路, 完成后使用滴定模式进行滴定 (初次滴定可选择“预滴定”) 再进行自动滴定

完成后清洗仪器管路。

## 四、实验步骤

1. 制备  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

250mL 烧杯  $\xrightarrow[3g]{\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} \xrightarrow{35\text{mL H}_2\text{O}} \xrightarrow{\text{搅拌}} \xrightarrow[13g + 25\text{mL H}_2\text{O}]{\text{Na}_2\text{H}_3 \text{sln.}} \xrightarrow{\text{边搅拌边慢加}} \text{pH 8}$

$\xrightarrow{\text{搅拌 5 min}} \xrightarrow{\text{热水浴 10 min}} \xrightarrow{\text{抽滤的滤液}} \xrightarrow{\text{移到蒸发皿}} \xrightarrow{\text{煮沸}} \xrightarrow[8.5\text{mL}]{6\text{ mol/L NaOH}} \xrightarrow{\text{逐滴加}}$

$\xrightarrow{\text{加热至 40~50mL}} \xrightarrow{\text{冷至室温冰水浴}} \xrightarrow[30\text{mL}]{\text{乙醇}} \xrightarrow{\text{搅拌产生白色晶体}} \xrightarrow{\text{抽滤}} \xrightarrow{\text{称重}}$



# 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: 三种磷酸钠盐水合物的制备及测定 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025年4月15/22日 指导老师/助教: / \_\_\_\_\_ 第3页

ps. (热水浴) 陈化时, 不要搅拌溶液 (陈化  $\text{Ca(OH)}_2$ ).

## 2. 制备 $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ .

150mL 烧杯  $\xrightarrow[15\text{mL}]{6\text{mol/L H}_3\text{PO}_4}$   $\xrightarrow[5\text{mL}]{\text{H}_2\text{O}}$  搅拌  $\xrightarrow[25-30\text{mL}]{6\text{mol/L NaOH}}$  调 pH 到 8  $\xrightarrow[2\text{mol/L NaOH}]{}$   
逐滴加到 pH 9.2  $\rightarrow$  转移到蒸发皿  $\rightarrow$  沸水浴至晶膜产生  $\rightarrow$  间歇冰水浴  
 $\rightarrow$  用不锈钢刮勺不断搅拌至出现白晶  $\rightarrow$  抽滤  $\rightarrow$  称量.

ps. 间歇式冰浴冷却并不停搅拌, 不能冷却过快以防板结.

快速摩擦蒸发皿内壁可以促使结晶.

## 3. 制备 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .

### I. $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 调节酸度.

150mL 烧杯  $\xrightarrow[25\text{mL}]{6\text{mol/L H}_3\text{PO}_4}$   $\xrightarrow[10\text{mL}]{\text{H}_2\text{O}}$   $\xrightarrow[\text{circa 8.5g}]{\text{Na}_2\text{CO}_3}$  边加边搅拌 pH 至 4.2~4.6  $\rightarrow$   
转移至蒸发皿  $\rightarrow$  沸水浴至晶膜出现  $\rightarrow$  冰水浴冷却  $\rightarrow$   
不锈钢刮勺搅拌至细小糊状物出现  $\xrightarrow[15-20\text{mL}]{\text{乙醇}}$  继续搅拌至形成厚的白色  
糊状物  $\xrightarrow[15-20\text{mL}]{\text{乙醇}}$  搅拌至白色晶体出现  $\rightarrow$  抽滤  $\rightarrow$  称重.

ps. 大部分  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  粉末加完后检测 pH.

### II. $\text{NaOH}$ 调节酸度.

150mL 烧杯  $\xrightarrow[25\text{mL}]{6\text{mol/L H}_3\text{PO}_4}$   $\xrightarrow[27-30\text{mL}]{6\text{mol/L NaOH}}$  缓慢滴加搅拌到 pH 4.2~5.0  $\rightarrow$   
转移至蒸发皿  $\rightarrow$  热水浴至出现晶膜  $\rightarrow$  冰水浴  $\rightarrow$  搅拌到  
糊状出现  $\xrightarrow[15-20\text{mL}]{\text{乙醇}}$  搅拌至厚的白色糊状物  $\xrightarrow[15-20\text{mL}]{\text{乙醇}}$  搅拌至出现  
白色晶体  $\rightarrow$  抽滤  $\rightarrow$  称重.

## 4. 测定 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 纯度.

将产品置于锥形瓶中, 加入适量去离子水溶解, 滴加几滴酚酞溶液  
再用 6mol/L NaOH 滴定至溶液呈浅粉红色, 记录数据, 由此计算实际  
的产品物质的量, 进一步算得产率.



# 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: 三种磷酸钠盐水合物的制备及测定 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025年4月15/22日 指导老师/助教: / \_\_\_\_\_ 第4页

## 产品纯度测定:

### 一、用pH计的电位滴定法.

(1). 准确称量产品的质量 (或准确地移液容量瓶配制的样品液)

(2). 加水溶解. (3). 将烧杯置于磁力搅拌器上, 插入电极和放入搅拌子, 确定初始pH. (4). 计算达到化学计量点所需的0.1mol/L HCl体积

(5). 样品液中加5~6mL HCl (需要20mL的滴定剂) 或 2~3mL (需10mL滴定剂). 直到预期的化学计量点前1mL. 记录每次加入后的pH, 然后将HCl的增量减少到0.2~0.3mL (6). 继续滴定, 记录pH, 直到1mL超过预期化学计量点  $\Rightarrow$  绘制曲线, 找到化学计量点.,

### 二、自动电位滴定仪测产品纯度.

(1). 设置参数, 打开开关后 F2 设置滴定管 (滴定管容量与系数)

(2). 校准电极 (指示电极-玻璃电极; 参比电极-饱和甘汞电极)  
清洗电极后标定电极, 再清洗电极.

(3). 准备待滴定液 (移取NaOH)

(4). 润洗管路和排气泡: 导管插入HCl溶液中, F4清洗.

(5). 导管中有气泡应轻弹导管以排除气泡.

(5). 滴定: 电极插入反应液中, F5滴定模式

(6). 清洗.

## 五、数据记录表

表1 磷酸钠盐产品的制备

产品名称	称量 NaOH/g	实用 NaOH/g	6mol/L H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	产量 /g	理论产 量/g	产品外观
Na <sub>2</sub> H <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ·2H <sub>2</sub> O	8.51	8.41	25mL	23.34	23.40	白色细小粉末.

备注: 因每种产品所需原料或者合成方法不同, 请在表格中填写原料及其单位 (g 或 mL)



# 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: 三种磷酸钠盐水合物的制备及测定 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025年4月15/22日 指导老师/助教: / \_\_\_\_\_ 第5页

表2 产品纯度的测定(酸碱滴定法)

	1	2	3
产品/g	3.9386		
$V_{\text{初}}(\text{NaOH})/\text{mL}$	0.20	8.13	16.15
$V_{\text{终}}(\text{NaOH})/\text{mL}$	8.13	16.15	24.00
$\Delta V(\text{NaOH})/\text{mL}$	7.93	8.02	7.85

备注: 鉴于产品测定可能采用 NaOH 或者 HCl 标准溶液, 请自行在表格中( )内填写标准溶液的名称。

1. 曹.

表3 产品纯度的测定(采用酸度计的电位滴定法)(自行设计完成)

滴定剂 mL	0.00	2.00	3.09	3.99	4.64	
pH	5.98	3.12	2.91	2.73	2.65	
滴定剂 mL	0.00	2.02	4.07	5.07	6.02	6.52
pH	5.96	6.65	7.07	7.28	7.50	7.64
滴定剂 mL	7.03	7.27	7.58	7.65	7.77	7.92
pH	7.83	7.92	8.09	8.22	8.30	8.52
	8.17	8.32	8.50	8.72		8.06
	9.20	9.63	9.77	10.26		8.78

表4 产品纯度的测定(采用自动电位滴定仪)(自行设计完成)

用0.1mol/L的~~NaOH~~滴定~~NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>~~溶液

滴定终点 8.286 mL 9.24 pH

曹.

## 六、关键步骤及注意事项

- 制备磷酸钠热水浴陈化 $\text{CaCO}_3$ 时不要搅拌溶液, 使其沉淀完全。
- 制备磷酸氢二钠时应当间歇式冰水浴并不断搅拌, 避免冷却过快产品板结。
- 为了使产品更加容易析出, 应当使用钢勺快速摩擦蒸发皿内壁。
- 使用 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 调节酸度制备磷酸氢二钠时应当分批加入, 注意控制溶液pH。



# 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: 三种磷酸钠盐水合物的制备及测定 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025年4月15/22日 指导老师/助教: / 第6页

5. 整个实验操作过程中要注意控制加入溶液的总体积, 避免体积过大导致蒸发时间延长。
6. 称量所制得的 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 时应当充分干燥、快速称量, 避免产品潮解影响产率。
7. 用两种电位分法测定所制得产品纯度时要规范操作pH计和自动电位滴定仪, 注意仪器操作事项。
8. 纯度测量时要考慮待测产品的理化性质, 再根据此来确定滴定剂和指示剂。

## 七、分析、讨论和总结

### 1. 数据处理

#### 1) 磷酸钠盐产品的制备

本次实验我选取的是用 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 调节pH的方法制备 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 数据记录如下(表1)

表1 磷酸钠盐产品的制备

产品名称	$\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{g}$	6mol/L $\text{H}_3\text{PO}_4$	产量/g	理论产量 /g	产率/%	产品外观
$\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	8.41	25.00mL	23.34	23.40	99.7	白色细小粉末

$$\text{理论产量: } m_{\text{理论}} = \frac{c(\text{H}_3\text{PO}_4) \cdot V(\text{H}_3\text{PO}_4)}{M(\text{H}_3\text{PO}_4)} \cdot M(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{6 \times 25.00}{98} \times 156 = 23.40\text{g.}$$

$$\text{因此, 产率为 } w = \frac{m_{\text{实际}}}{m_{\text{理论}}} \times 100\% = \frac{23.34}{23.40} \times 100\% = 99.7\%$$

#### 2) 产品纯度测定(酸碱滴定法)

根据磷酸的滴定曲线, 选取浓度为0.1057 mol/L的 $\text{NaOH}$ 来滴定, 酚酞作为指示剂, 实验数据记录如下(表2)。所取用的产品用250mL容量瓶进行配液, 每次测定取10mL溶液。

表2 产品纯度的测定(酸碱滴定法)

	1	2	3
产品/g		3.9386	
$V_{\text{初}}(\text{NaOH})/\text{mL}$	0.20	8.13	16.15
$V_{\text{终}}(\text{NaOH})/\text{mL}$	8.13	16.15	24.00
$\Delta V(\text{NaOH})/\text{mL}$	7.93	8.02	7.85
$w(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})\%$	1.31	1.32	1.29
$\bar{w}(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})\%$		1.31	
相对平均偏差/%		0.582	



# 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: 三种磷酸钠盐水合物的制备及测定 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025年4月15/22日 指导老师/助教: / 第7页

$w(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})/\%$ (理论含量)	1.58
$\rho$ (产品纯度)/%	83.0

质量分数(每次取液10.00mL, 溶液总质量近似为10.00g):

$$\text{第一次: } w_1 = \frac{c(N_a\text{OH}) \cdot \Delta V(N_a\text{OH}) \cdot M(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})}{10.00} \times 100\% = \frac{0.1057 \times 7.93 \times 10^{-3} \times 156}{10.00} \times 100\% = 1.31\%$$

$$\text{第二次: } w_2 = \frac{c(N_a\text{OH}) \cdot \Delta V(N_a\text{OH}) \cdot M(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})}{10.00} \times 100\% = \frac{0.1057 \times 8.02 \times 10^{-3} \times 156}{10.00} \times 100\% = 1.32\%$$

$$\text{第三次: } w_3 = \frac{c(N_a\text{OH}) \cdot \Delta V(N_a\text{OH}) \cdot M(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})}{10.00} \times 100\% = \frac{0.1057 \times 7.85 \times 10^{-3} \times 156}{10.00} \times 100\% = 1.29\%$$

$$\text{平均值: } \bar{w} = \frac{w_1 + w_2 + w_3}{3} = \frac{1.31\% + 1.32\% + 1.29\%}{3} = 1.31\%; \text{ 平均偏差 } \bar{d} = \frac{\left| \frac{w_1 - \bar{w}}{\bar{w}} \right| + \left| \frac{w_2 - \bar{w}}{\bar{w}} \right| + \left| \frac{w_3 - \bar{w}}{\bar{w}} \right|}{3} =$$

$$7.63 \times 10^{-5}; \text{ 相对平均偏差 } \bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{w}} \times 100\% = 0.582\%$$

$$\text{理论含量 } w(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{3.9386}{25 \times 10} \times 100\% = 1.58\%$$

$$\text{由 } \Delta \bar{V} = \frac{\Delta V_1 + \Delta V_2 + \Delta V_3}{3} = 7.93 \text{ mL; 产品纯度: } \rho = c(N_a\text{OH}) \cdot \Delta V(N_a\text{OH}) \cdot M(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot$$

$$\frac{25}{m} \cdot 100\% = 0.1057 \times 7.93 \times 10^{-3} \times 156 \times \frac{25}{3.9386} \times 100\% = 83.0\%.$$

### 3) 产品纯度测定(酸度计的电位滴定法)

根据滴定过程pH变化与加入的NaOH体积数据, 列出表格(表3)如下, 同时可以绘制滴定剂加入体积与pH变化关系图(图一)。根据滴定曲线可判断滴定终点分布在8.06~8.50 mL之间, 此时pH值发生突变。此处选择8.17 mL作为最大突变时的计入滴定剂体积来计算产品纯度知:

$$\rho = c(N_a\text{OH}) \cdot V(N_a\text{OH}) \cdot M(\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot \frac{25}{m} \cdot 100\% = 0.1057 \times 8.17 \times 10^{-3} \times 156 \times \frac{25}{3.9386} \times 100\% = 85.5\%$$

表3 滴定剂加入体积与pH值的关系

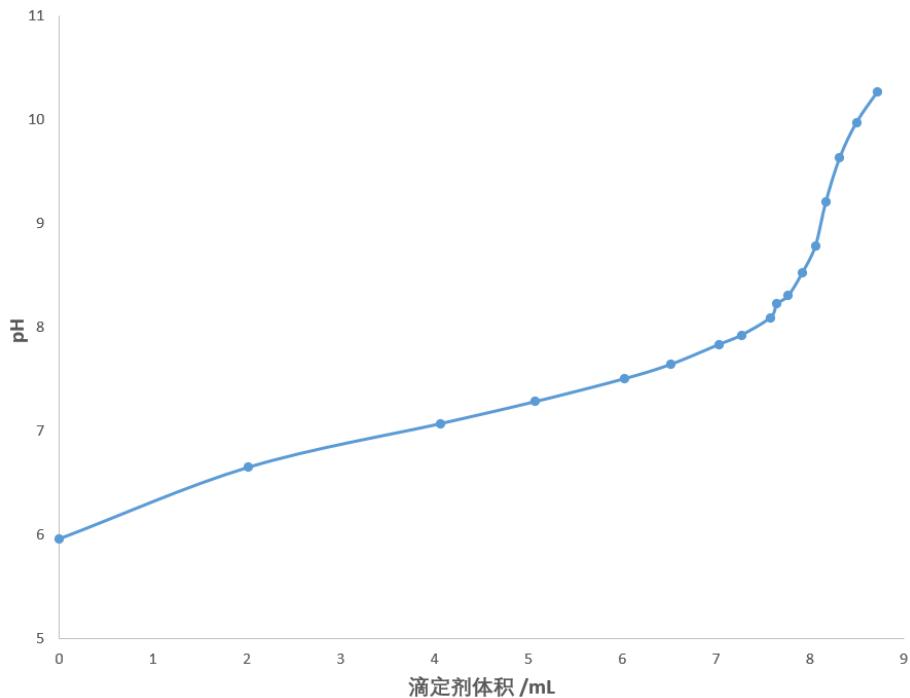
NaOH /mL	0.00	2.02	4.07	5.07	6.02	6.52	7.03	7.27	7.58
pH	5.96	6.65	7.07	7.28	7.50	7.64	7.83	7.92	8.09
NaOH /mL	7.65	7.77	7.92	8.06	8.17	8.32	8.50	8.72	
pH	8.22	8.30	8.52	8.78	9.20	9.63	9.97	10.26	



# 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: 三种磷酸钠盐水合物的制备及测定 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025 年 4 月 15/22 日 指导老师/助教:    第 8 页



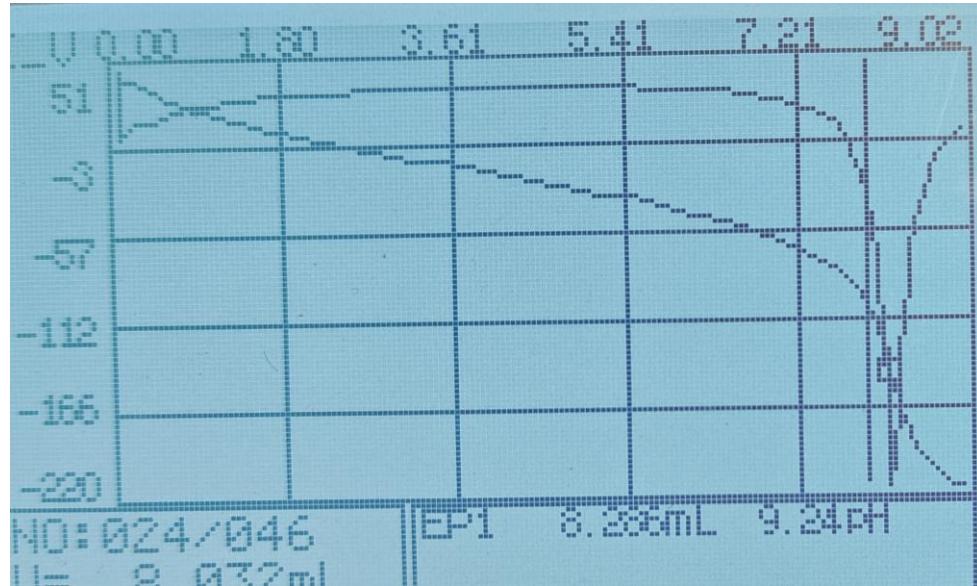
图一 滴定剂体积与pH变化曲线

## 4) 产品纯度测定 (自动电位滴定仪)

通过使用自动电位滴定仪来自动滴定分析用NaOH滴定待测溶液, 由自动分析曲线图 (图二)

可知滴定终点时所用体积为8.286 mL. 计算产品纯度知:  $\rho = c(NaOH) \cdot V(NaOH) \cdot$

$$M(NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O) \cdot \frac{25}{m} \cdot 100\% = 0.1057 \times 8.286 \times 10^{-3} \times 156 \times \frac{25}{3.9386} \times 100\% = 86.7\%$$



图二 滴定液体积与电位变化曲线



# 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: 三种磷酸钠盐水合物的制备及测定 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025 年 4 月 15/22 日 指导老师/助教: \_\_\_\_\_ 第 9 页

## 2. 误差分析

根据上述实验数据和计算所得的 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 配制的溶液浓度比预期值偏小, 所制备的 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 产品产率又过偏高, 现对误差来源分析如下:

- 1) 由于 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 极易潮解, 制得的产品含有大量水, 导致称量所得的产品质量偏大, 进而导致产率偏大。
- 2) 由于配制 $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ 标准溶液时称量的产品含有大量水, 从而导致实际上产品中所包含的 $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ 含量较少, 制备所得的溶液浓度偏小, 滴定所用的 $\text{NaOH}$ 减少。
- 3) 使用酸碱滴定分析时选取的指示剂为酚酞, 其变色时pH约为8.3, 而从后续仪器操作中可知pH突变时pH在9.20左右, 因此刚观察到变色就停止滴定导致了该方法滴定剂使用体积减少。
- 4) 使用pH计测定与加入滴定剂之间的关系图时, 滴定突变处较大, 但滴定剂加入的量难以精准控制, 导致滴定突跃左右的数据较少, 分析滴定剂体积时存在误差。
- 5) 每次使用pH计时可能未完全清洗并擦干, 导致再次测定pH时溶液浓度存在微小变化。
- 6) 配制的 $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ 标准溶液放置一周后使用可能含磷酸根的物质分布含量发生改变。
- 7) 自动电位滴定仪所选取的滴定终点范围读数模式为“中”, 可能使得所测得的滴定终点选取范围较大, 溶液体积选取也存在一定的不确定度。

## 3. 讨论与总结

根据三种纯度鉴定方法至所加入的 $\text{NaOH}$ 体积都在8.00~8.30 mL左右, 实验中有原本配制的浓度偏低有关, 同时可以通过一下几点改进提升实验结果的准确度:

- 1) 采用百里酚酞此类在pH约为9.00左右变色的指示剂, 可以让滴定终点的pH更靠近变色范围, 滴定剂的体积更加准确。
- 2) 使用自动电位滴定仪时选择滴定终点范围选择“窄”模式, 这样仪器对滴定终点的选择更加准确。
- 3) 使用pH计测定邻近滴定终点时, 可以选取更加精密的仪器, 如使用500  $\mu\text{L}$ 的移液枪, 这样可以尽可能得到分布在滴定终点的点。

思考: 通过直接观察pH与滴定剂体积的曲线关系判断滴定终点并不准确, 可以尝试像自动电位滴定仪一样对滴定曲线进一步进行分析。选取滴定突跃点周围的点, 相邻两点通过做差相除处理得数据(表4), 再由此尝试粗略地进行曲线的一阶导数图像(图三)。通过表4数据再相邻两点通过做差相除处理得数据(表5), 绘制出粗略的二阶导数图像(图四)。



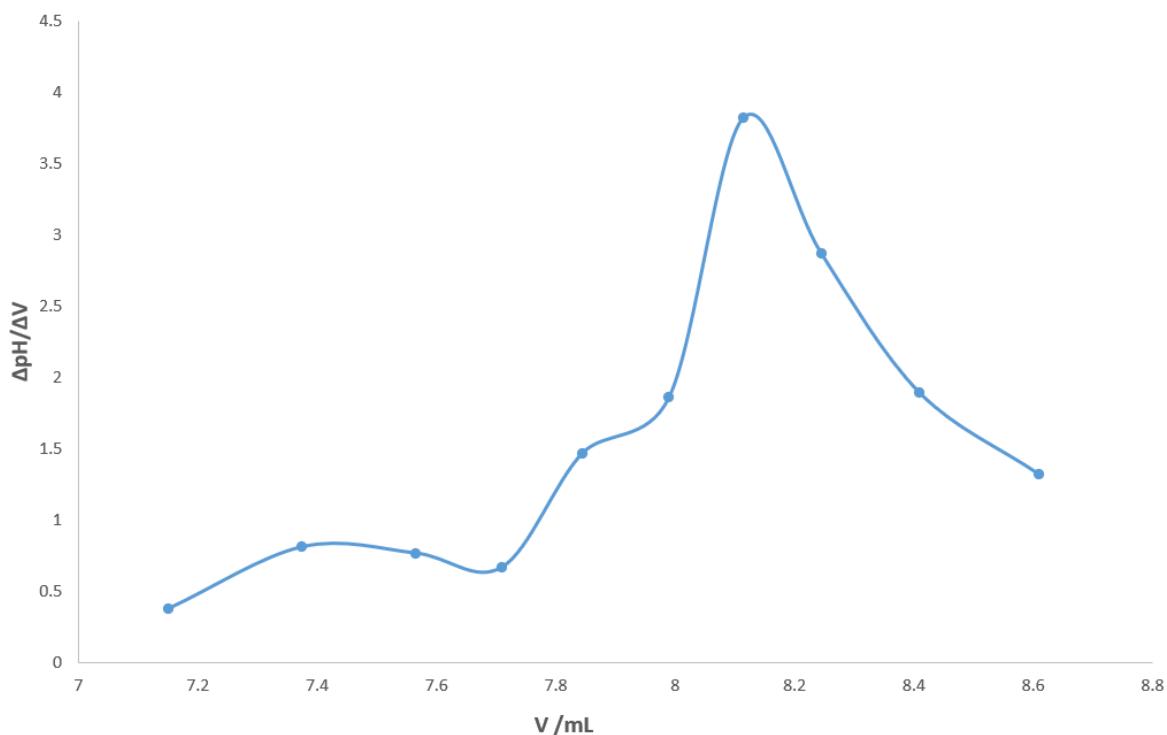
# 2024-2025学年春夏学期《无机及分析化学实验》实验报告

实验名称: 三种磷酸钠盐水合物的制备及测定 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025 年 4 月 15/22 日 指导老师/助教: / 第 10 页

表4  $\bar{V}$  与  $\frac{\Delta pH}{\Delta V}$  关系变化

$\bar{V}$ /mL	7.15	7.38	7.56	7.71	7.84	7.99	8.12	8.24	8.41	8.61
$\frac{\Delta pH}{\Delta V}$	0.375	0.810	0.765	0.667	1.47	1.86	3.82	2.87	1.89	1.32



图三  $\bar{V}$  与  $\frac{\Delta pH}{\Delta V}$  关系变化曲线图

表5  $\bar{V}$  与  $\frac{\Delta^2 pH}{\Delta V^2}$  关系变化

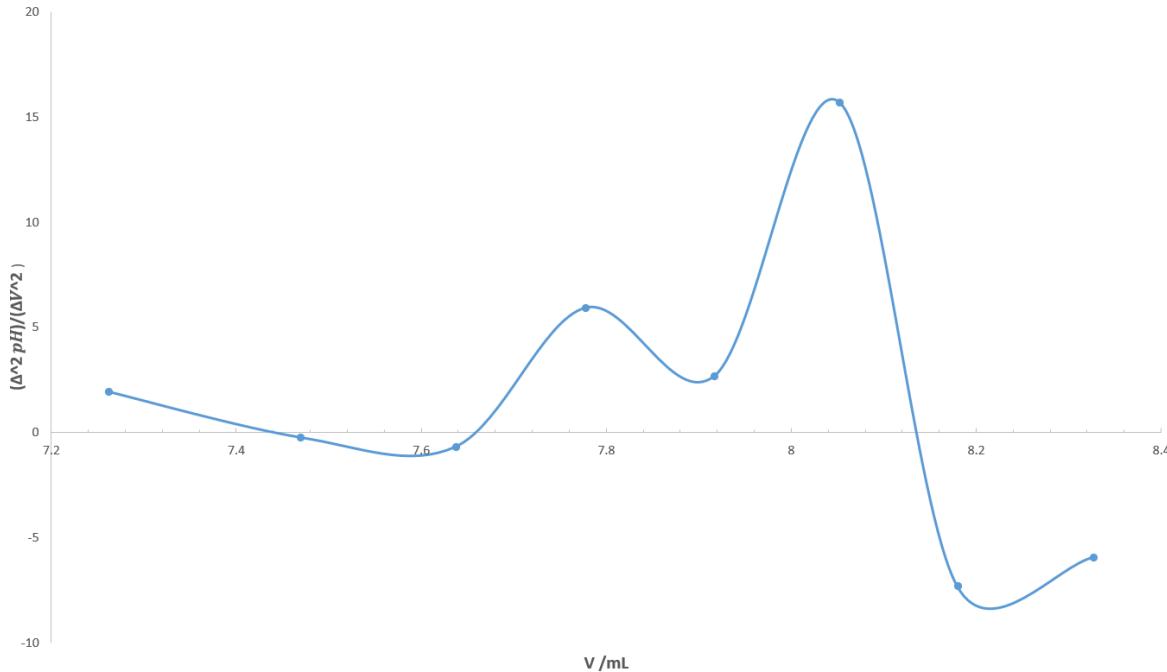
$\bar{V}$ /mL	7.26	7.47	7.64	7.78	7.92	8.05	8.18	8.33	8.51
$\frac{\Delta^2 pH}{\Delta V^2}$	1.93	-0.234	-0.676	5.92	2.69	15.7	-7.32	-5.93	-2.86



# 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: 三种磷酸钠盐水合物的制备及测定 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025 年 4 月 15/22 日 指导老师/助教: \_\_\_\_\_ 第 11 页



图四  $\bar{V}$  与  $\frac{\Delta^2 pH}{\Delta V^2}$  关系变化曲线

根据二阶导数图像观察可知右半段基本符合理论图像, 其与横坐标的交点读出体积约为8.14mL, 由此再次计算产品纯度知:  $\rho = c(NaOH) \cdot V(NaOH) \cdot M(NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O) \cdot \frac{25}{m} \cdot 100\% = 0.1057 \times 8.14 \times 10^{-3} \times 156 \times \frac{25}{3.9386} \times 100\% = 85.2\%$ . 但由于滴定突跃处选取的点间隔较大, 导数曲线也较为粗略, 这也反映了实验中应该对数据收集的精细化。

## 八、 课后思考题

如果有一个装满白色混合物的袋子, 它是以下化学品的一种(几种), 如何确定该化学品的含量和成分? ( $NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$ 、 $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ 、 $Na_3PO_4 \cdot 12H_2O$ )

答: 首先取适量的白色混合物溶于水, 用pH计测量溶液pH值, 初步确定溶液中大量存在的物质。再像混合物溶液中加入过量氯化钙, 将含磷酸根全部转化为磷酸钙沉淀, 通过测定磷酸钙含量测定出总的含磷酸成分的含量。最后通过酸碱滴定来确定各成分的含量。氢氧化钠滴定, 酚酞为指示剂可以滴定  $NaH_2PO_4$  的含量, 再以甲基橙为指示剂用盐酸溶液滴定, 可以确定  $Na_3PO_4$  的含量。由此可以确定3种物质的含量。

## 九、 附录



# 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: 三种磷酸钠盐水合物的制备及测定 姓名/同组同学: \_\_\_\_\_

实验时间: 2025 年 4 月 15/22 日 指导老师/助教: \_\_\_\_\_ 第 12 页

以下为制备  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  过程中逐渐产生晶体实验现象的图片 (图五)



图五 依次为逐渐出现晶膜, 溶液变浑浊和加入乙醇后析出大量晶体的过程

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						