

实验二 容量分析操作练习(二)

The Operation Exercise of Volume
Analysis (2)



一 实验目的

- 掌握酸式和碱式滴定管的排气法和使用方法。
- 练习移液管使用。
- 练习滴定操作。
- 学会滴定终点的判断。
- 掌握有效数字、精密度和准确度的概念。

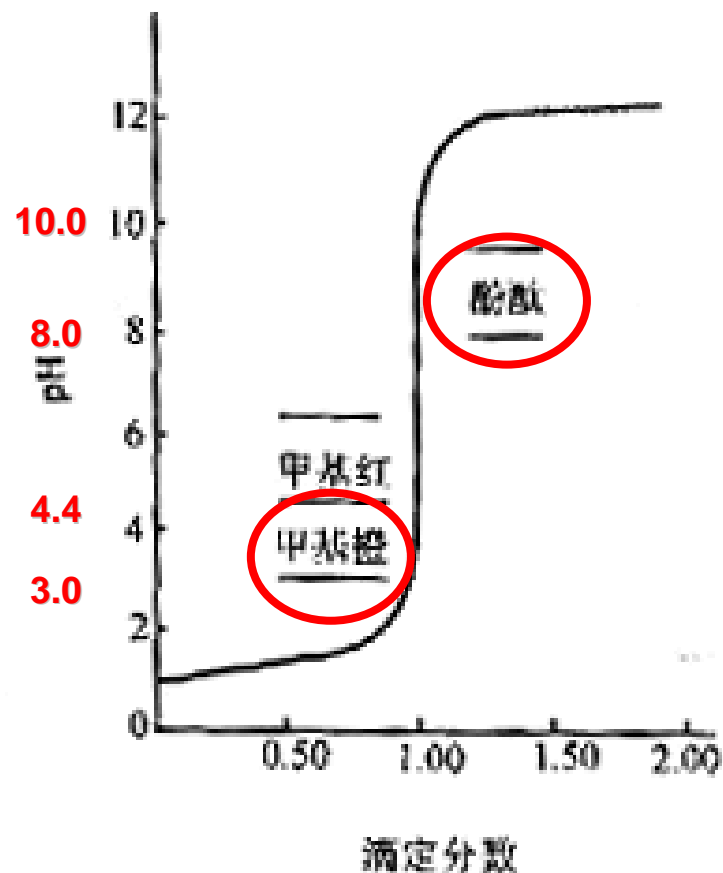


二 所需试剂

- **$0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸（自配）**
- **$0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液（自配）**
- 酚酞指示剂：**0.5%乙醇溶液**
- 甲基橙指示剂：**0.1%水溶液**



三 实验原理

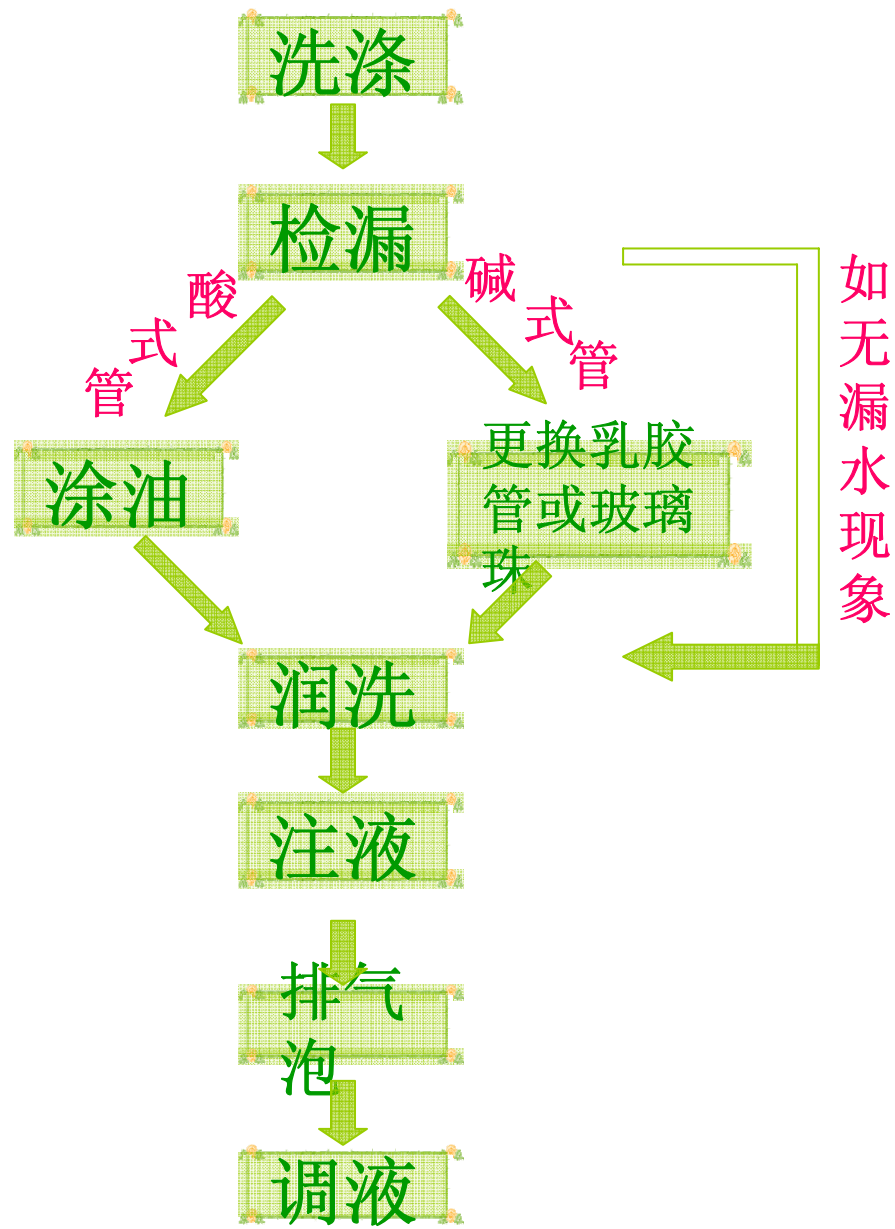


- 盐酸与氢氧化钠反应的实质是：
$$\text{H}^+ + \text{OH}^- = \text{H}_2\text{O}$$
$$c(\text{HCl}) V(\text{HCl}) = c(\text{NaOH}) V(\text{NaOH})$$
- 用NaOH溶液滴定HCl溶液：
酚酞指示剂，终点时溶液由
无色→粉红色
- 用HCl溶液滴定NaOH溶液：
甲基橙指示剂，终点时溶液由
黄色→橙色

图 2 - 8 $0.1000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH 滴定
 $0.1000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 的滴定曲线



滴定管的准备



四 实验内容



润洗与装液

- 洗净的滴定管在试液装入滴定管之前，应将试剂瓶中**试液摇匀**。
- 试液应由试剂瓶**直接倒入滴定管**（不需经过其它器皿如漏斗）。
- 在正式装入之前，先用待装试液将滴定管**内壁洗涤三次**（每次倒入 5~10 mL）。
 - 洗涤时，双手横持滴定管并缓慢转动，使试液洗遍全管内壁，直立滴定管，然后转动活塞，放净残留液。
- 倒入试液，直到充满“0”刻度以上为止。



四 实验内容



排气泡与调液

- **排气泡**:装好溶液后, 滴定管在使用前必须检查有无气泡, 如有气泡, 应将其排出.**方法**:
 - ✓ **酸式滴定管**: ①打开活塞迅速放出液流, 把气泡带走。
②可用右手拿住滴定管,使滴定管出口倾斜约 30° ,左手迅速打开活塞,使溶液冲出,赶出气泡。
 - ✓ **碱式滴定管**:可把橡皮管向上弯曲,再用左手挤玻璃珠上方的橡皮管,使气泡全排出。
- **调液**:将排除气泡后的滴定管补加操作溶液到零刻度以上,然后再调整至零刻度线位置。

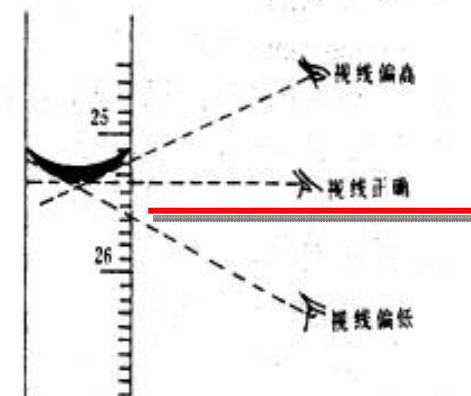


四 实验内容



读数

- 读数前，滴定管应垂直静置**1 min**。读数时，管内壁应无液珠，管出口的尖嘴内应无气泡，尖嘴外应不挂液滴，否则读数不准。
- 读数方法是：取下滴定管用右手大拇指和食指捏住滴定管上部无刻度处，使滴定管保持垂直，并使**自己的视线与所读的液面处于同一水平上**（如图）。
- 一般滴定管应读取**弯月面最低点**所对应的刻度。对深色溶液，则一律按液面两侧最高点相切处读取。

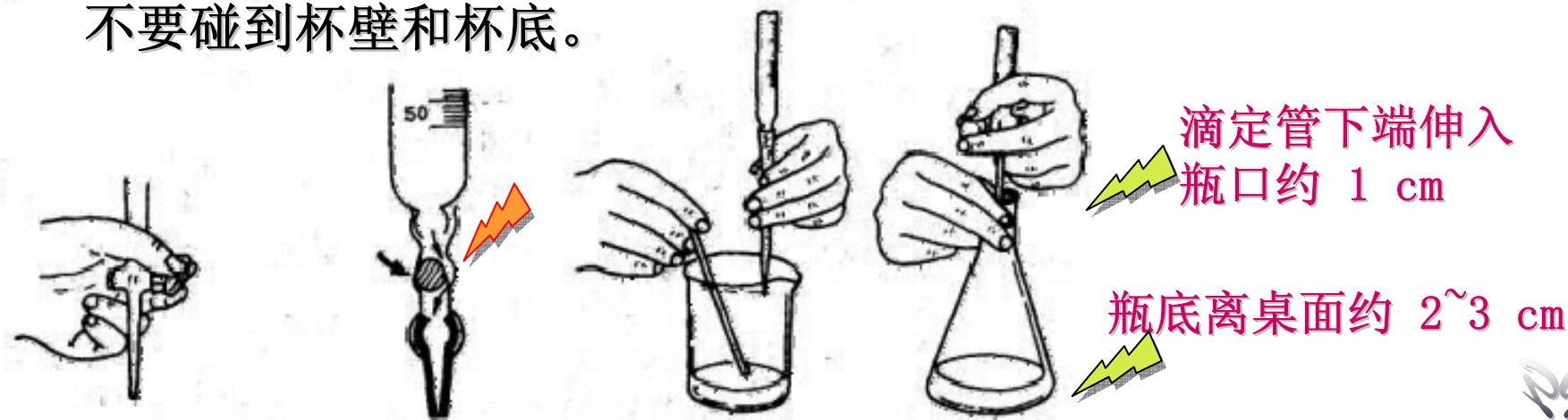


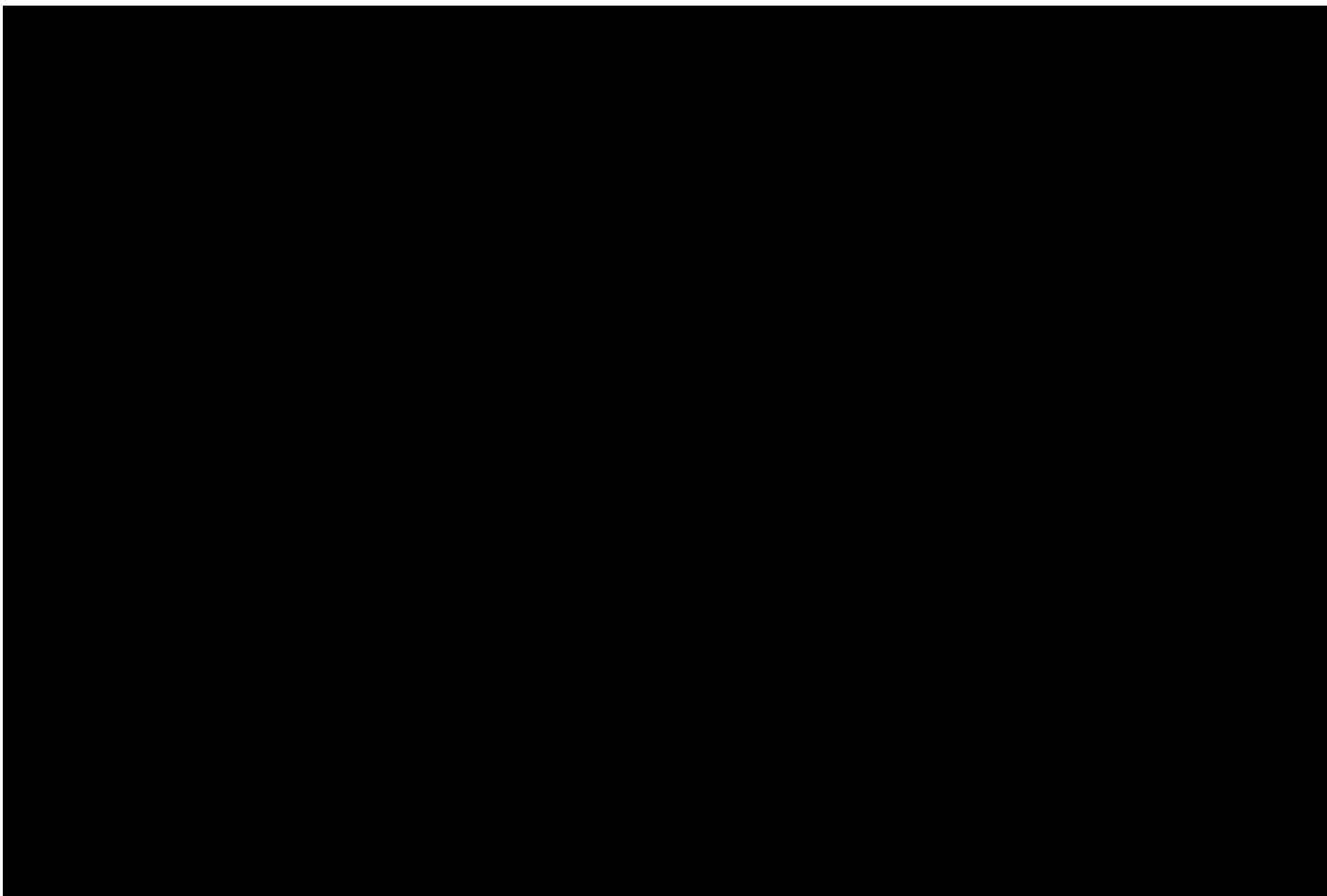
四 实验内容



操作方法

- **酸式滴定管:**左手拇指与食指跨握滴定管的活塞处,与中指一起控制活塞的转动。**注意:**不要过于紧张、手心用力,以免将活塞从大头推出造成漏水,而应将三手指略向手心回力,以塞紧活塞。
- **碱式滴定管:**用左手的拇指与食指捏住玻璃珠外侧的乳胶管向外捏,形成一条缝隙,溶液即可流出。**注意:**不能使玻璃珠上下移动,更不能捏玻璃珠下部的乳胶管以免产生气泡。
- 滴定时,左手控制流速,右手拿住锥形瓶颈,单方向旋转溶液;若用烧杯滴定,则右手持玻璃棒作圆周搅拌溶液,注意玻璃棒不要碰到杯壁和杯底。





四 实验内容



滴定速度

- 滴定时速度的控制一般是：**开始时** $10 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$ 左右；**接近终点时**，每加一滴摇匀一次；**最后**，每加半滴摇匀一次（加半滴操作，是使溶液悬而不滴，让其沿器壁流入容器，再用少量去离子水冲洗内壁，并摇匀）。
- **掌握三种加液方法：**
 - (1) 逐滴连续滴加；
 - (2) 只加一滴；
 - (3) 使液滴悬而未落，即加半滴。

注意：在滴定过程中左手不应离开滴定管，以防流速失控。

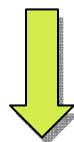


四 实验内容

5. 在**酸式滴定管**中装入 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 盐酸，调节至0.00mL刻度。
6. 在**碱式滴定管**中装入 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH溶液，调节至0.00mL刻度。

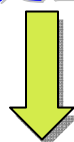


放20.00mL的NaOH溶液至250mL锥形瓶中

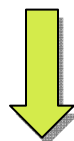


1滴甲基橙指示剂

用 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl溶液滴定至溶液由黄变橙，记下读数



放出2.00mL NaOH溶液



用HCl溶液（不要重新装入 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl溶液）滴定至橙色，记下读数。



编号 项目	1	2	3	4	5	...
NaOH V/mL	20.00	2.00	2.00	2.00	2.00	
HCl V/mL						
$V_{\text{HCl}} / V_{\text{NaOH}}$						

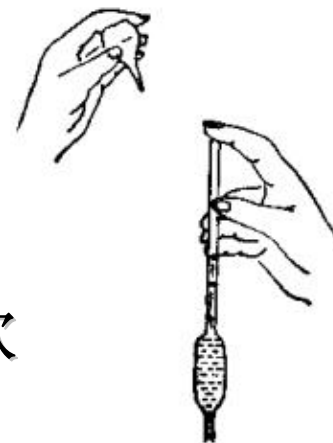


7. 用移液管吸取25.00mL、 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl溶液于250mL锥形瓶中，加入4滴酚酞指示剂，用 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH溶液滴定至粉红色刚刚出现为止（半分钟内不褪色即为终点），记下读数。平行滴定三份，计算 $V_{\text{HCl}} / V_{\text{NaOH}}$ ，相对偏差应不超过2%。

- 移液管的使用



移液管及其使用



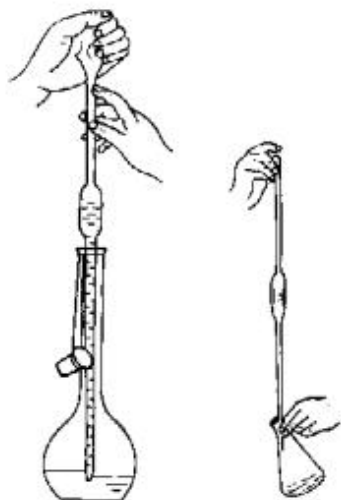
洗涤



润洗



移液



洗液→自来水→去离子水清洗2~3次

- 用吸水纸吸净尖端内、外的残留水→用待取液润洗2~3次。
- 注意:勿使溶液回流,以免稀释溶液。润洗后将溶液从下端放出。
- 插入待取溶液的液面下约1~2 cm处
- 右手的拇指与中指拿住移液管标线以上部分,左手拿洗耳球
- 将接受容器倾斜45°角,小心把移液管移入接受溶液的容器,使移液管的下端与容器内壁上方接触(见图)。松开食指,让溶液自由流下,当溶液流尽后,再停15s,并将移液管向左右转动一下,取出移液管。



考核内容：移取未知溶液 5.00 mL 至 300 mL 锥形瓶中。

学号		
姓名		
移液管的使用	移液管未用蒸馏水洗涤	扣 1 分
	润洗液未从下管口排出	扣 2 分
	润洗后未吹干	扣 1 分
	润洗不足 3 次，润洗时回流	扣 2 分
	经 3 次吸液未将溶液吸至移液管刻度线以上	扣 2 分
	吸液过程中将溶液吸入到吸耳球中	扣 1 分
	吸取溶液时移液管接触容器底	扣 1 分
	移液过程中操作手势不正确	扣 2 分
	调整刻度时移液管尖端离开容量瓶，或未离开液面	扣 2 分
	双手拿移液管	扣 2 分
	未能准确调液	扣 2 分
	移液管末端挂液滴	扣 2 分
	放液时移液管未竖直，尖端未靠在瓶内壁，接收器未倾斜适当角度	扣 3 分
	放出溶液后未停留，最后一滴“吹”出	扣 2 分
其他	扣 5 分	



第二章 实验记录及结果表达

1.1 实验记录与有效数字

1. 实验记录

每个学生进实验室之前都应准备专用的化学实验记录本，标上页码，不得随意的撕去任何一页。严禁用单页纸作实验记录，决不允许将实验记录写在书上或随意的一小片纸上。实验预习报告可写在实验记录本。

化学实验过程中观察到现象和测得实验数据，要用通顺的语句认真、如实的记录专用实验记录本上。文字记录应字迹清楚，简明扼要；数据记录应事实求实，准确无误。不应夹杂任何主观因素，更不能随意拼凑或伪造数据。

实验过程中记录的每个数据，都代表一个测量结果，因此要注意具体情况下有效数字的应用以及重复观察中完全相同数据的记录。关于有效数字及其运算规则将在下一个问题中讨论。

实验过程中涉及的特殊试剂的配制及其使用，特殊仪器的型号，标准溶液的浓度等也要及时的记录下来。如果发现确实记录有误或计算错误时，应用一横线划去原来记录，在其上或附近把正确的结果记录下来，不允许在记录本上随意乱写。



2. 有效数字

有效数字就是实际上能测到的数字。在实验中对任一物理量测定的准确度是有一定限度的，不同的测定方法及测定仪器所测得结果的准确度也是有差别。例如某物质在台秤上称的质量为 3.43g，因为台秤能准确称量到 0.1g；3.4g 准确读得，最后一位是估计的，有效数字为 3 位。而在分析天平上称量，则为 3.4118g，前 4 位是准确读得的，最后一位是估计的，有效数字为 5 位。因此分析天平比台秤的测得的结果要准确。一般根据不同仪器获得的有效数据中，最后一位数字是不甚准确的，称其为可疑数据，其它各数据都是确定的。

数字 1, 2, 3, ..., 9 都可作有效数字，而数字“0”出现在数字中间或数字后面时，表示一定的数量，是有效数字；当出现在数字前面时，只表示小数点的位置，不表示有效数字。以对数形式出现的数据其有效数字位数与其真数有效数字位数相同。在实验过程中要依据实验仪器的准确程度正确的记录实验数据。



3. 有效数字的运算规则

有效数字的修约规则是“四舍六入五成双”即当尾数 ≤ 4 时则舍；尾数 ≥ 6 时则入，尾数等于5而后面数为0时，“5”前面为偶数则舍，为奇数则入；当5后面还有不是零的任何数时，无论5前面是偶数或奇数皆入。例如将下列数据修约为4位有效数字。

1. 5234 \rightarrow 1. 523; 1. 5236 \rightarrow 1. 524; 1. 52350 \rightarrow 1. 524; 1. 52450 \rightarrow 1. 524;

1. 52452 \rightarrow 1. 525



(1) **加减法** 在进行加减法时是各个数值的绝对误差的传递，因此，它们的和或差的有效数字的保留，应依小数点后位数最少的为根据，即结果的绝对误差与各数中绝对误差最大的那个数相适应。例如： $28.1 + 15.46 + 1.04643 = ?$ 相加的结果是 44.60643 ，根据上面的规则小数点后只能保留一位，故其值为 44.6 。也可以小数点后位数最少的数 28.1 为准，将其它各数修约为带一位小数的数， $15.46 \rightarrow 15.5$ ； $1.04643 \rightarrow 1.0$ ，再相加求和为 44.6 ，结果相同。 28.1 是三个数中绝对误差最大的，为 ± 0.1 ，现计算结果为 44.6 ，绝对误差仍保持 ± 0.1 。



(2) 乘除法 在进行乘除法时是各个数值相对误差的传递，因此，所得结果的有效数字可按有效数字最少的那个数来保留，即结果的相对误差应与各数相对误差最大的那个数相适应。例如：

$$\frac{0.0234 \times 17.854}{128.6} = 0.0032487$$

在上述的3个数中0.0234是有效数字最少的，是3位有效数字。因此计算结果也相应取3位有效数字，为0.00325。



	1	2	3	4	5	6	7	8
NaOH V/ml	20.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00
HCl 读数 /ml	24.69	27.04	29.32	31.62	33.93	36.21	38.51	40.81
HCl V/ml	24.69	2.35	2.28	2.30	2.31	2.28	2.30	2.30
VHCl/VNaOH	1.235	1.18	1.14	1.15	1.155	1.14	1.15	1.15



V_{HCl}/ml	25.00	25.00	25.00
$V_{\text{NaOH}}/\text{ml}$	24.15	24.39	24.50
$V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$	1.035	1.025	1.020

