

实验 5 氯离子的测定

1. 目的要求

- (1) 掌握莫尔法测定氯离子的原理、方法扩计算；
- (2) 学会用基准NaCl标定AgNO₃溶液的方法。

2. 仪器与试剂

- (1) 仪器 棕色滴定管，锥形瓶，量筒，移液管等。
- (2) 试剂

① 10%K₂CrO₄

② $c_{\text{NaCl}}=0.01411\text{mol/L}$ NaCl 标准溶液

③ $c_{\text{AgNO}_3}=0.014\text{mol/L}$ AgNO₃标准溶液：用不含Cl⁻的蒸馏水粗略配制近似浓度的溶液，用上述NaCl标准溶液标定其准确浓度。步骤如下：吸取 20.00mL置于干净的锥形瓶中，加水 30mL，加入 10%K₂CrO₄ 0.5mL(约 10 滴)，在不断摇动下用待标定的AgNO₃溶液滴定至溶液橙红色刚刚出现为终点，记录消耗AgNO₃标准溶液的体积 V_{AgNO_3} 。同时吸取 50.00mL蒸馏水于锥形瓶中，按上述方法做空白试验，消耗AgNO₃溶液的体积为 V'_{AgNO_3} 。

取平行操作 3 份的数据，分别计算AgNO₃溶液的浓度，求其平均值及相对偏差。

3. 实验步骤

(1) 取 100mL水样(若Cl⁻含量高，可取适量水样用蒸馏水稀释至 100 毫升)置于干净的锥形瓶中，另取一锥形瓶加 100mL蒸馏水做空白试验。

(2) 如果水样的pH值在 6.5~10.5 范围时，可直接滴定，超出此范围的水样应以酚酞作指示剂，用稀HNO₃或稀NaHCO₃溶液调节至pH值 8 左右。

(3) 加入 1mL10%K₂CrO₄溶液，在不断摇动下用AgNO₃标准溶液滴定至溶液橙红色刚刚出现为终点。记录消耗AgNO₃标准溶液的体积 V_{AgNO_3} 。同时吸取 100mL

蒸馏水于锥形瓶中，按上述方法做空白试验，消耗 AgNO_3 溶液的体积为 V'_{AgNO_3} 。

取平行操作 3 份的数据，分别计算 AgNO_3 溶液的浓度，求其平均值及相对偏差。

注意事项：

参阅教材，注意滴定条件，一般天然水的 pH 值在 7 左右，故勿需调 pH 值。如果水样浑浊或色度较深，应进行水样的预处理。

思考题

1. 莫尔法测定水中 Cl^- 含量时，溶液pH值应控制在什么范围？为什么？若有 NH_4^+ 存在，其控制的pH范围是否需要改变？
2. 为什么要控制 K_2CrO_4 指示剂的加入量？
3. 什么是空白试验？为什么要做空白试验？