

# 实验四 永停滴定法标定 亚硝酸钠和 测定磺胺嘧啶

2017.3.27

实验目的与要求

实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题

# *Experimental purposes and requirements*

1. 掌握永停滴定法在重氮化滴定中的原理。
2. 掌握永停滴定法的操作。
3. 熟悉滴定管的使用。

实验目的与要求

实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题

# *Experimental Principle*

永停滴定法是将两支完全相同的铂电极插入待测液中，在两电极间外加一小电压（**10-200 mV**），根据可逆电对有电流产生，不可逆电对无电流产生的现象，通过观察滴定过程中电流变化情况确定滴定终点的方法。

实验目的与要求

实验原理

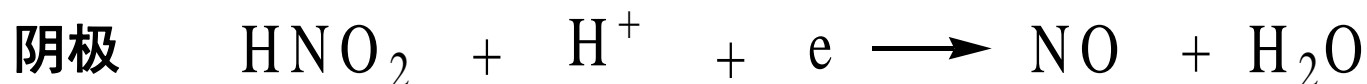
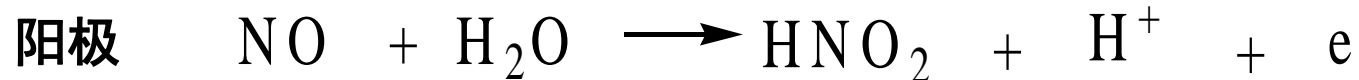
实验操作

仪器与注意事项

思考题

# Experimental Principle

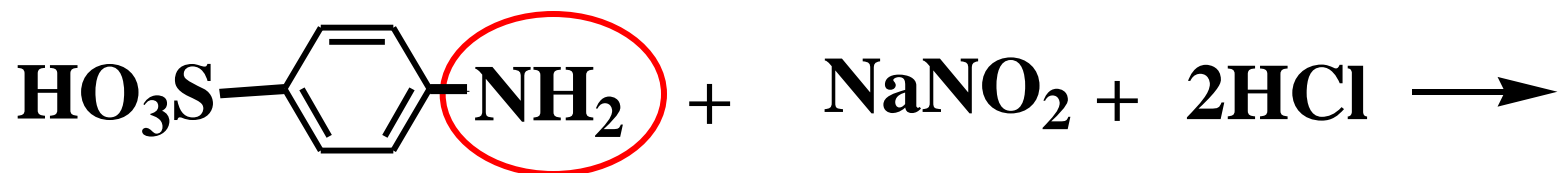
计量点前，溶液中无可逆电对，无电流产生，电流指示针处于零位（或接近零位）。化学计量点后稍有过量的 $\text{NaNO}_2$ ，使溶液中有 $\text{HNO}_2$ 及其分解产物 $\text{NO}$ 的可逆电对存在，此时在有外加小电压的两个铂电极上有如下电极反应：



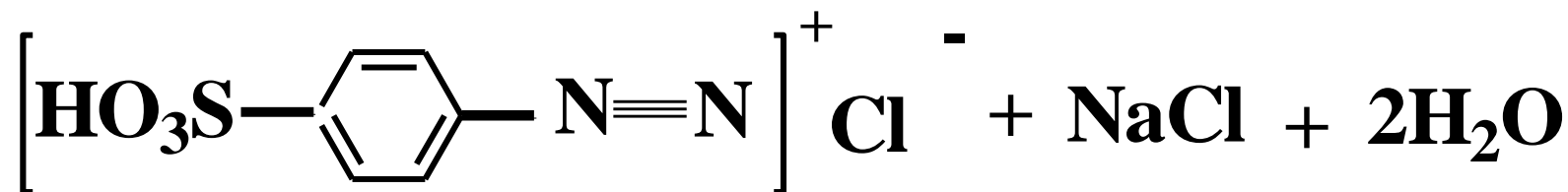
因此，在化学计量点时，电路由原来的无电流通过变为有电流通过，检流计指针偏转不回零。

# Experimental Principle

标定反应方程式:



对氨基苯磺酸



实验目的与要求

实验原理

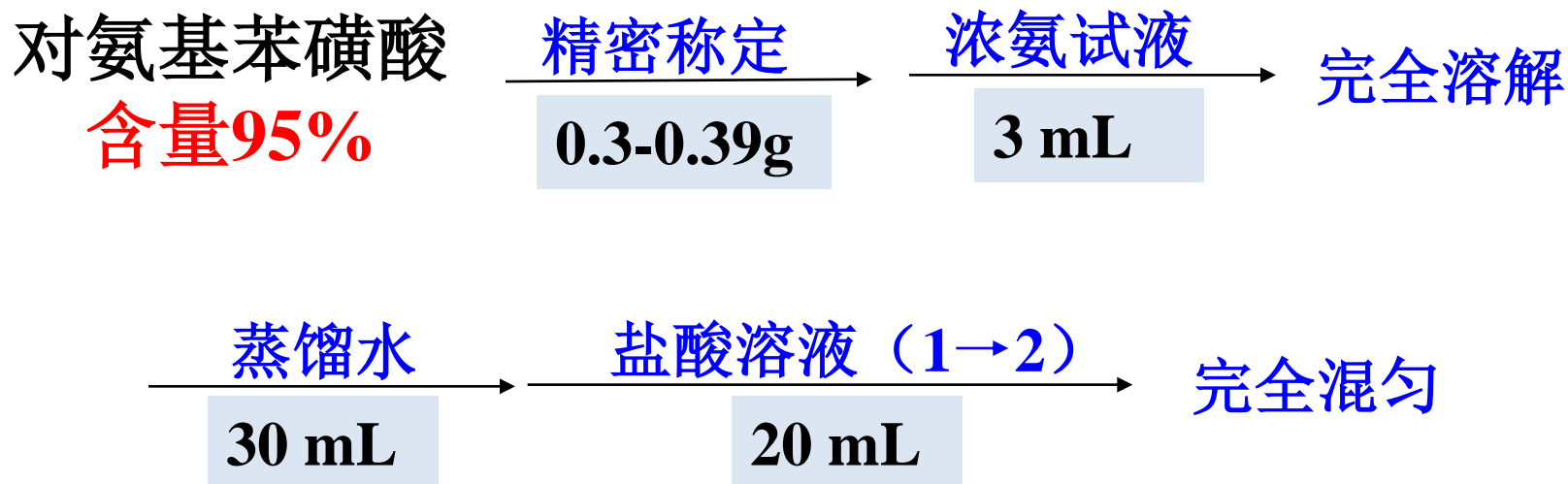
实验操作

仪器与注意事项

思考题

# Procedures and methods

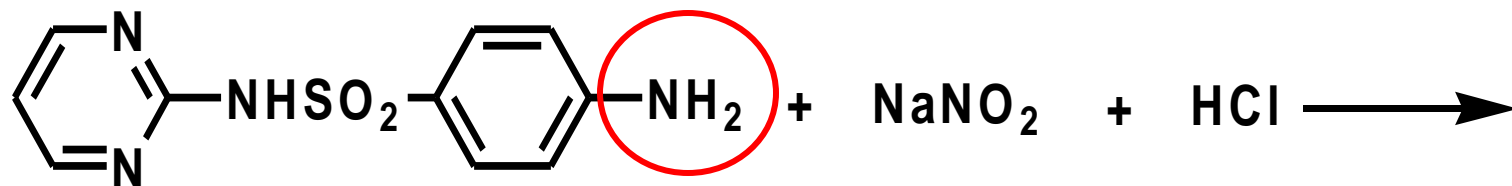
## 亚硝酸钠溶液标定



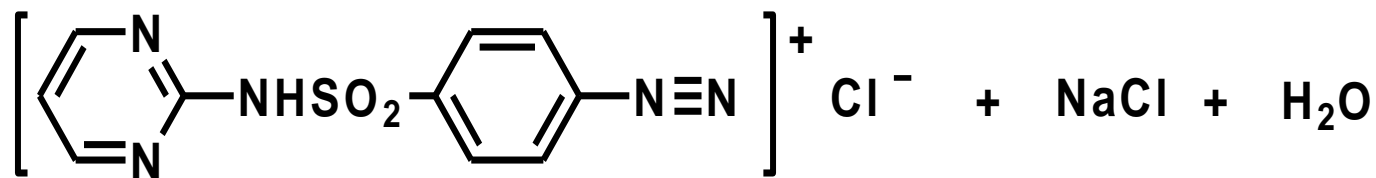
在电磁搅拌下用0.1 mol/L  $\text{NaNO}_2$ 溶液滴定。平均操作3次。

# Experimental Principle

含量测定反应方程式:



磺胺咪啉



实验目的与要求

实验原理

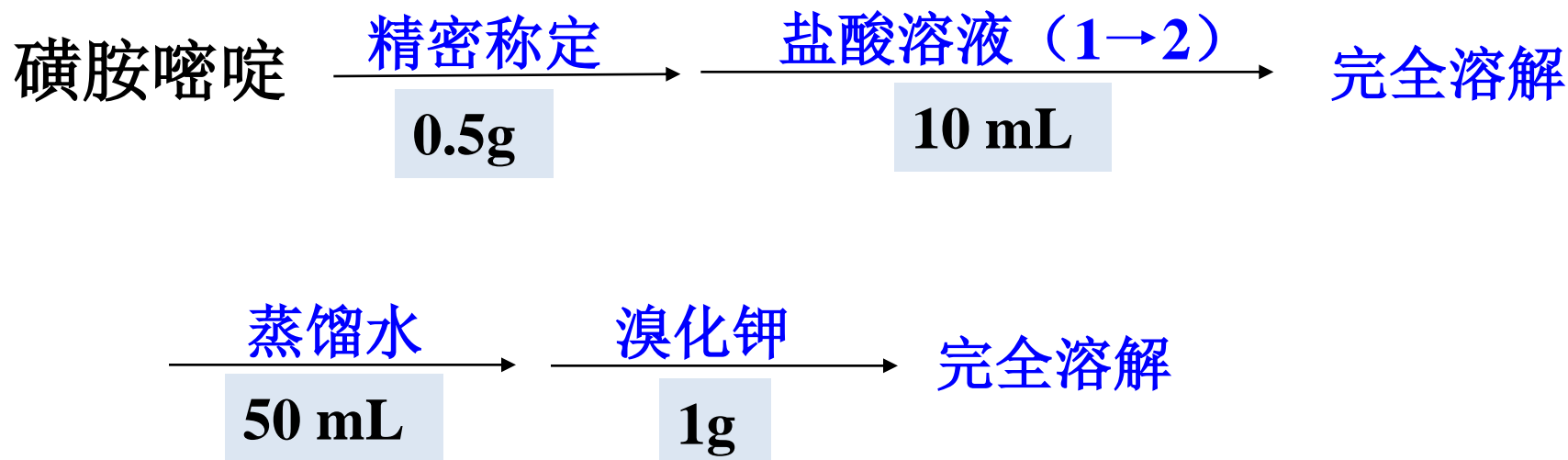
实验操作

仪器与注意事项

思考题

# Procedures and methods

## 磺胺嘧啶含量测定



在电磁搅拌下用0.1 mol/L NaNO<sub>2</sub>溶液滴定。平均操作2次。



# Equation (计算公式)

$$C_{\text{NaNO}_2} = \frac{m_{\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_3\text{NS}} \times 1000}{(V_1 - V_0)_{\text{NaNO}_2} \times M_{\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_3\text{NS}}}$$

$$M_{\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_3\text{NS}} = 173.2$$

$$W_{\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}} = \frac{C_{\text{NaNO}_2} \times (V_1 - V_0)_{\text{NaNO}_2} \times M_{\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}}}{m_{\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}}} \times 100\%$$

$$M_{\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_4\text{O}_2\text{S}} = 250.3$$

实验目的与要求

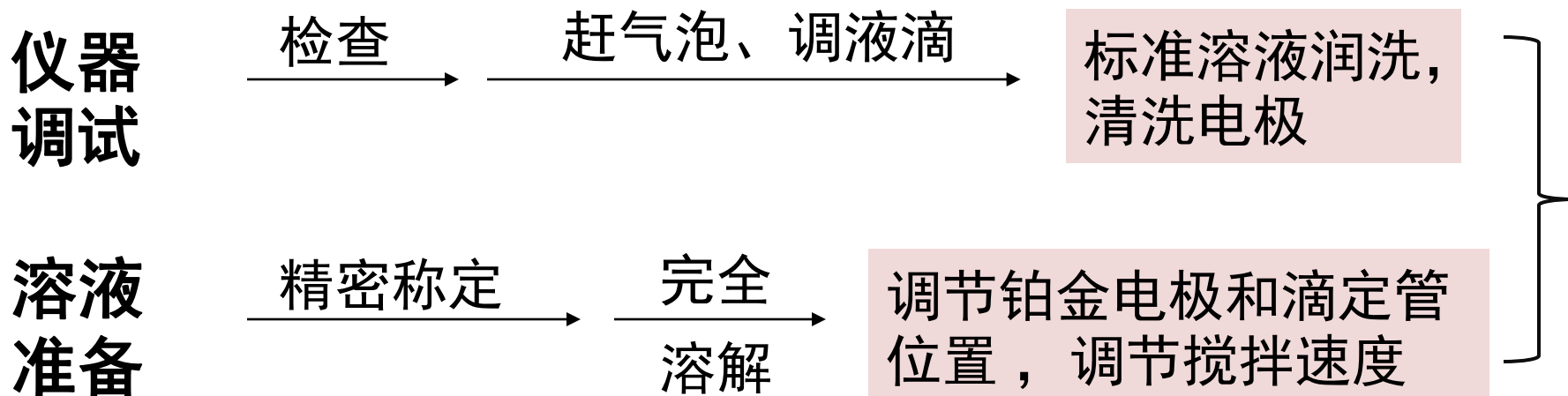
实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题

# Procedures and methods



自动滴定

终点：蜂鸣声和灯亮。仪器现场讲解。

实验目的与要求

实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题

# *Apparatus - Electronic balance* (电子天平)



清扫

置称量用具

归零

实验目的与要求

实验原理

实验操作

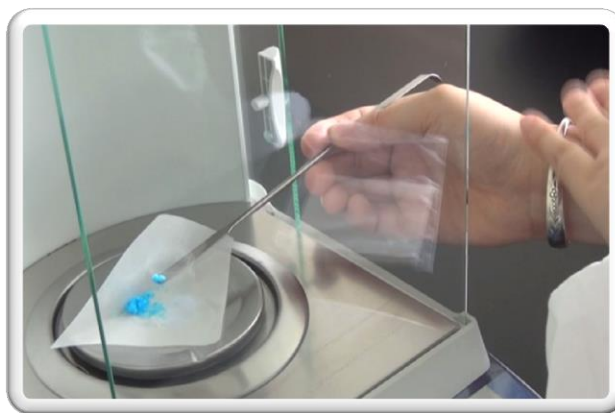
仪器与注意事项

思考题

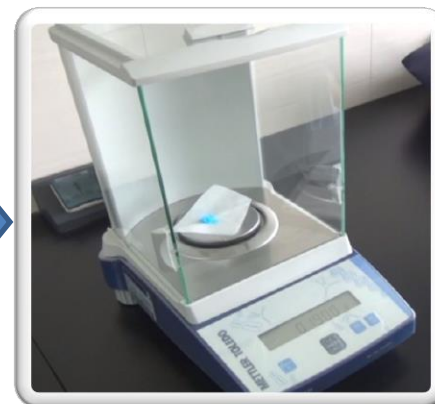
# *Apparatus - Electronic balance* (电子天平)



开启侧门，称  
量药品



近称量要求时，  
轻敲手腕



关闭侧门，读  
数，注意天平  
和台面清洁

实验目的与要求

实验原理

实验操作

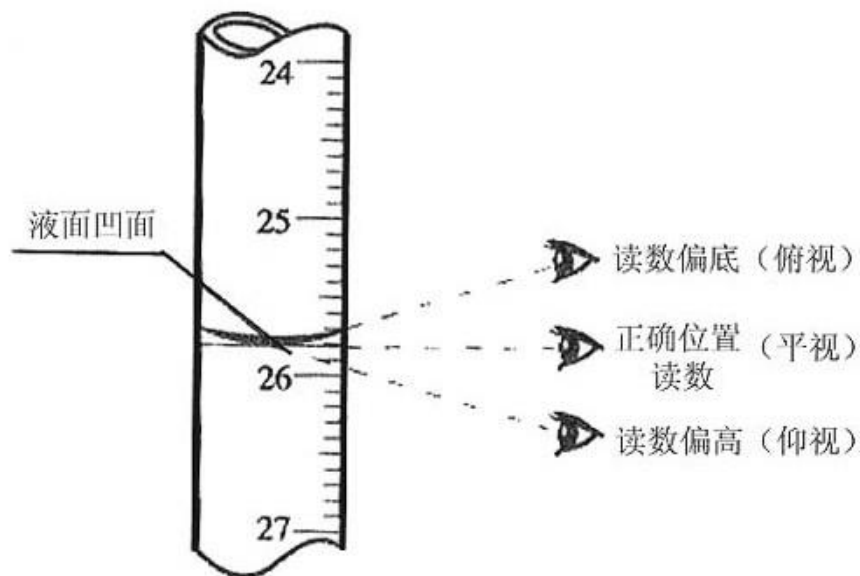
仪器与注意事项

思考题

# Apparatus - Basic burette (碱式滴定管)

## 滴定前

### 读数时拿法



实验目的与要求

实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题

# Attention

- 溶解的顺序，完全溶解才能进行下一步操作；
- 滴定顺序，最好按质量顺序；
- 有效数字要求。
- 实验室废液的处理



实验目的与要求

实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题

# Attention

数据格式

永停滴定仪编号:			
操作	内容	1	2
称重	直接称重		
滴定	滴定终读数/mL ( $V_{1,}$ )		
	滴定初读数/mL ( $V_{0,}$ )		
	消耗/mL ( $V = V_{1,} - V_{0,}$ )		
计算	$C_{\text{亚硝酸钠}}$ (mol/L)		
	含量%		
结果	平均含量%		

实验目的与要求

实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题

# Questions

1.  $\text{NaNO}_2$ 标准溶液（ $0.1\text{mol/L}$ ）的配置方法？是否在标定中可以采用10%的氨溶液替代浓氨水加蒸馏水稀释的操作？
2. 盐酸（1→2）溶液与盐酸（1:2）溶液有什么区别？
3. 中国药典（2015）所收载的亚硝酸钠滴定法中指示终点的方法？
4. 亚硝酸钠滴定法中，加KBr的目的是什么？

实验目的与要求

实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题



# 谢谢大家!



实验目的与要求

实验原理

实验操作

仪器与注意事项

思考题