# 专题十六 定量实验操作分析及相关计算

角度1　滴定实验的操作分析与计算

**真题例析**

**例1**[山东2023·8～10]阅读下列材料，完成1～3题。

一定条件下，乙酸酐[(CH3CO)2O]醇解反应[(CH3CO)2O＋ROH=== CH3COOR＋CH3COOH]可进行完全，利用此反应定量测定有机醇(ROH)中的羟基含量，实验过程中酯的水解可忽略。实验步骤如下：

①配制一定浓度的乙酸酐－苯溶液。

②量取一定体积乙酸酐－苯溶液置于锥形瓶中，加入*m* g ROH样品，充分反应后，加适量水使剩余乙酸酐完全水解：(CH3CO)2O＋H2O=== 2CH3COOH。

③加指示剂并用*c* mol·L－1 NaOH－甲醇标准溶液滴定至终点，消耗标准溶液*V*1 mL。

④在相同条件下，量取相同体积的乙酸酐－苯溶液，只加适量水使乙酸酐完全水解；加指示剂并用*c* mol·L－1 NaOH－甲醇标准溶液滴定至终点，消耗标准溶液*V*2 mL。

1．对于上述实验，下列做法正确的是(　　)

A．进行容量瓶检漏时，倒置一次即可

B．滴入半滴标准溶液，锥形瓶中溶液变色，即可判定达滴定终点

C．滴定读数时，应单手持滴定管上端并保持其自然垂直

D．滴定读数时，应双手一上一下持滴定管

2．ROH样品中羟基含量(质量分数)计算正确的是(　　)

A.×100%

B.×100%

C.×100%

D.×100%

3．根据上述实验原理，下列说法正确的是(　　)

A．可以用乙酸代替乙酸酐进行上述实验

B．若因甲醇挥发造成标准溶液浓度发生变化，将导致测定结果偏小

C．步骤③滴定时，不慎将锥形瓶内溶液溅出，将导致测定结果偏小

D．步骤④中，若加水量不足，将导致测定结果偏大

**解析** 1．检验容量瓶是否漏水，应向容量瓶中注入适量水，左手托住瓶底，右手食指顶住瓶塞，倒置看是否漏水，将容量瓶正放后，把瓶塞旋转180°，再倒置看是否漏水，需倒置两次，A错误；滴入最后半滴标准溶液，锥形瓶中溶液变色，且半分钟内不恢复原色，方可判定达滴定终点，B错误；滴定读数时，应单手持滴定管上端并保持其自然垂直，这样有利于液面水平，可减小误差，C正确、D错误。

2．根据材料信息，实际滴定过程为NaOH滴定溶液中的CH3COOH，(CH3CO)2O醇解与水解均会生成CH3COOH。设*m* g样品中ROH的物质的量为*a* mol，实验中加入(CH3CO)2O的物质的量为*b* mol，第一次滴定前(CH3CO)2O反应过程如下：

Ⅰ：(CH3CO)2O＋ROH===CH3COOR＋CH3COOH

*a* mol *a* mol *a* mol *a* mol

Ⅱ：(CH3CO)2O＋H2O===2CH3COOH

(*b*－*a*) mol 2(*b*－*a*) mol

第二次滴定前(CH3CO)2O水解生成的CH3COOH的物质的量为2*b* mol；根据关系式：NaOH～CH3COOH，针对两次滴定可列式如下：

解得*a*＝*c*(*V*2－*V*1)×10－3，则*m* g样品中—OH的质量为*c*(*V*2－*V*1)×10－3 mol×17 g·mol－1＝17*c*(*V*2－*V*1)×10－3 g，*m* g样品中羟基含量(质量分数)为×100%＝×100%，故A正确。

3．乙酸与有机醇(ROH)的酯化反应是可逆反应，不能进行到底，不能定量消耗相应的乙酸，所以不能用乙酸代替乙酸酐进行题述实验，A错误；甲醇挥发会使标准溶液浓度增大，导致*V*1、*V*2减小，且*V*1、*V*2等倍数减小，则(*V*2－*V*1)减小，结合9题A项表达式可知，测定结果偏小，B正确；步骤③滴定时锥形瓶内溶液溅出会导致*V*1减小，使测定结果偏大，C错误；步骤④中加水量不足，乙酸酐未完全水解，导致*V*2减小，使测定结果偏小，D错误。

**答案** 1.C　2.A　3.B

▶知识风暴

1．滴定操作细节

(1)滴定管的相关操作：检漏→水洗→待测液/标准液润洗→排气泡→调液面。

(2)锥形瓶：水洗→装液→滴加指示剂。

(3)滴定操作：手控滴定管，眼观锥形瓶。

(4)滴定终点的判断：滴入最后半滴标准液，溶液由A色变为B色，且半分钟内不变色。注意：电位滴定法可以通过电位读数判断滴定终点，无须滴加指示剂。

2．滴定误差分析

产生滴定误差可能是称量误差、读数误差及错误操作造成的误差，分析误差对实验结果的影响时，注意误差对计算公式中的哪一个物理量产生影响，如何影响，最后代入计算式造成结果的改变。

3．滴定定量计算

(1)直接滴定操作中关注的物理量

①滴定反应中标准液与待测液的化学计量数之比；

②配制溶液的体积与取样体积；

③样品的形态及摩尔质量；

④计算数据的要求。

(2)间接滴定计算中需要特别关注

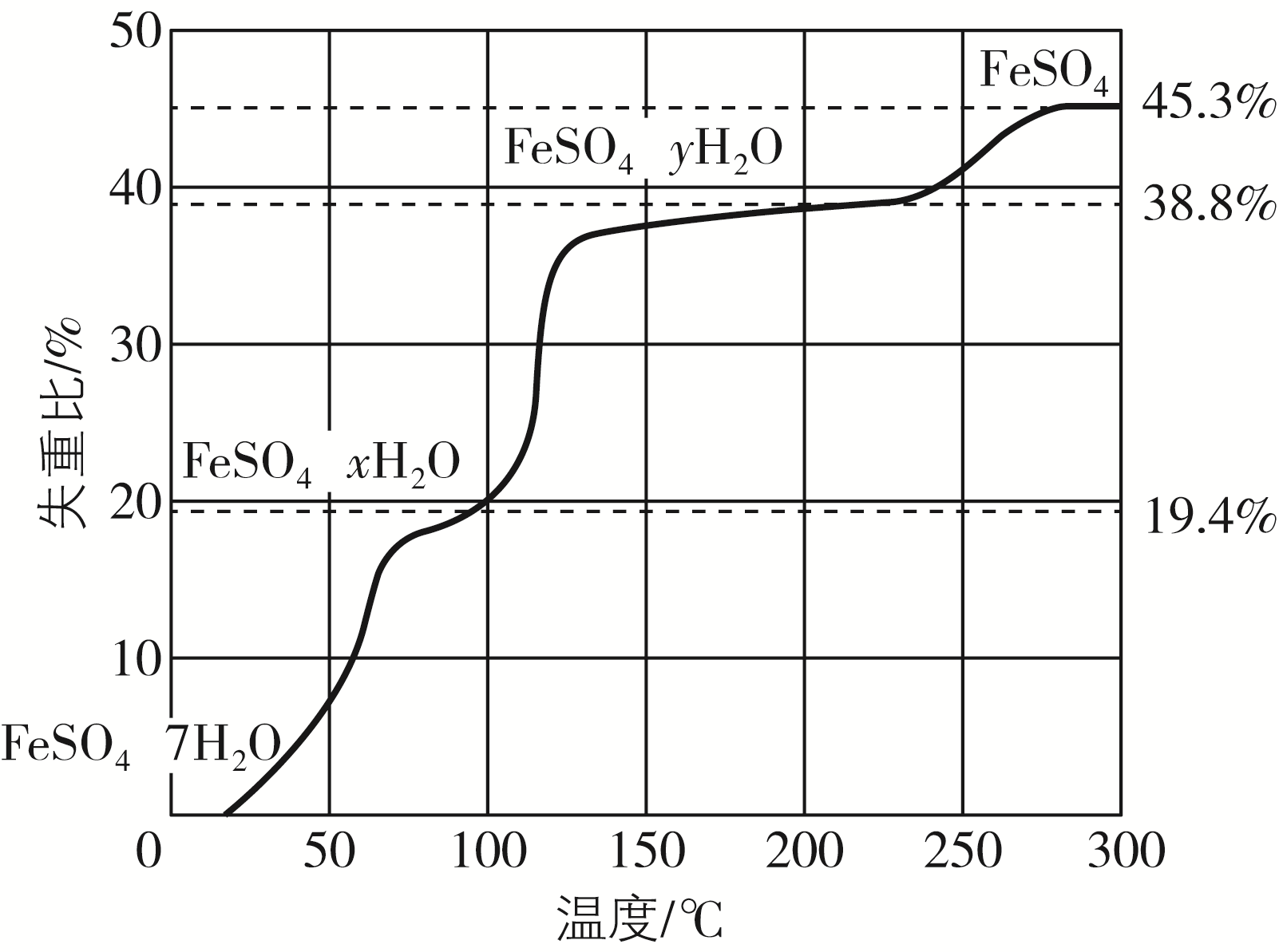
①核心物质和最后一步滴定剂之间的化学计量数关系；

②前后滴定都参与反应的物质的质量守恒。

角度2　热重实验的操作分析与计算

**真题例析**

**例2** [全国乙2023·28节选]在N2气氛中，FeSO4·7H2O的脱水热分解过程如图所示：

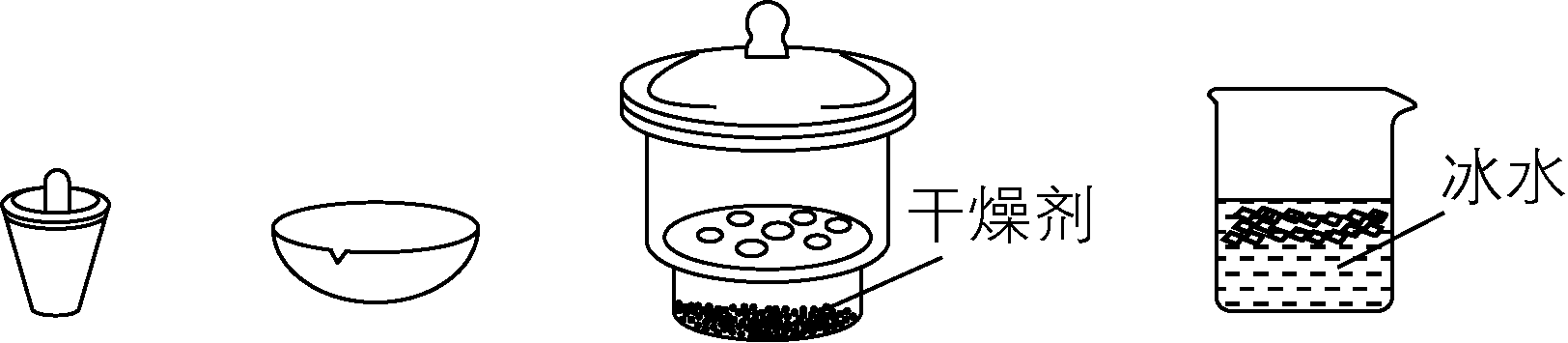


根据上述实验结果，可知*x*＝\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_，*y*＝\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_。

**解析** 令FeSO4·7H2O的物质的量为1 mol，则质量为278 g，失重比为19.4%时，失去水的质量为278 g×19.4%≈54 g，则失去水的物质的量为3 mol，故*x*＝7－3＝4；同理，当失重比为38.8%时，失水的物质的量为6 mol，故*y*＝7－6＝1。

**答案** 4　1

**例3** [山东2023·18节选]采用如下方法测定溶有少量HCl的SiHCl3纯度。*m*1 g样品经水解、干燥等预处理过程得硅酸水合物后，进行如下实验操作：①\_\_\_\_\_\_\_\_，②\_\_\_\_\_\_\_\_(填操作名称)，③称量等操作，测得所得固体氧化物质量为*m*2 g，从下列仪器中选出①，②中需使用的仪器，依次为\_\_\_\_\_\_\_\_(填序号)。测得样品纯度为\_\_\_\_\_\_\_\_(用含*m*1，*m*2的代数式表示)。



　　　　　　　　 　　A　　　B　　　　C　　　　　　D

**解析** 样品纯度测定的原理为样品经水解、干燥等预处理过程得硅酸水合物，在坩埚(A)中灼烧后生成SiO2，为防止灼烧后的SiO2吸水影响纯度计算，故需要在干燥器(C)中冷却，再称量。根据关系式：SiHCl3～SiO2，可计算样品纯度为×100%＝×100%。

**答案** 灼烧　冷却　AC　×100%

▶知识风暴

“两步法”突破热重曲线分析及计算

