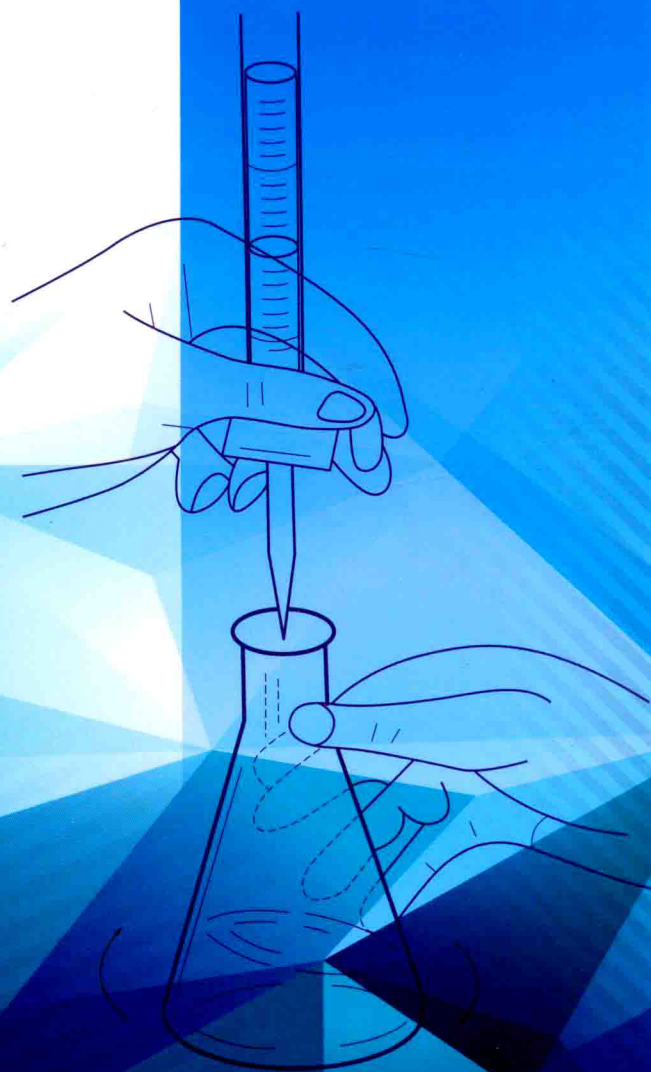


高等学校“十二五”规划教材

分析化学实验

FENXI
HUAXUE
SHIYAN

孙建之 张存兰 主编
杨 敏 王敦青



化学工业出版社

014057348

0652.1-43

27

高等学校“十二五”规划教材

分析化学实验

孙建之 张存兰 主编
杨敏 王敦青



0652.1-43

27



化学工业出版社

· 北京 ·



北航

C1742847

838720310

本书分化学分析实验和仪器分析实验两部分,共33个实验项目。实验项目选取兼顾经典和创新,以适合不同专业学生的学习要求。每个实验后附有思考题,每章后附有习题,以方便学生进一步巩固实验原理和实验操作。

本书可作为高等学校化学、化工、材料、环境、生物、医药和农学等专业的教材,也可供广大本科生复习之用。

化学分析实验

主编 兰春米 王青
副主编 王青 王青

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/孙建之等主编. —北京:化学工业出版社, 2014.9
高等学校“十二五”规划教材
ISBN 978-7-122-21263-4

I. ①分… II. ①孙… III. ①分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O652.1

中国版本图书馆CIP数据核字(2014)第152082号

责任编辑:宋林青 王 岩

文字编辑:颜克检

责任校对:蒋 宇

装帧设计:史利平

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印 装:大厂聚鑫印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/16 印张10¼ 字数280千字 2014年10月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:22.00元

版权所有 违者必究

前 言

分析化学实验是化学、化工、材料、环境、生物、医药和农学等专业的主要基础课程之一,在培养学生基本实验技能、提高学生实验素养以及增强学生的实践能力等方面有着重要作用。

新建本科院校处于研究型大学和高职院校的“中间地带”,在地方本科高校转型发展、重点培养应用型人才的背景下,加强实验教学已成为全面提高学生素质的重要途径之一,也是地方院校突出办学特色的主要平台。根据“厚基础、强实践、求创新、高素养、重责任”的创新性应用型人才培养体系的要求,本教材针对应用型人才的特点,在课程的教学模式上以提高实践能力为导向,注重“实验中的细节”,使学生通过实验养成严谨的科学习惯。

本教材包括化学分析实验与仪器分析实验两部分内容,并且增加了相关的练习题,使学生的实验学习与习题练习同步进行,真正使学生在“学中做、做中学”。除经典实验外,还包括近几年仪器分析技术的最新进展,尤其是结合教师的研究项目开设的实验内容;教材结构与理论课程结构对应,方便学生的针对性学习,也体现了实践与教学的相互促进作用。

本书由德州学院化学化工学院孙建之、张存兰、杨敏、王敦青等编写,由孙建之统稿并定稿。本教材是在我们总结近几年来主持研究应用型本科院校“十一五”国家级课题(No: FIB070335-A4-03)、山东省教育科学“十二五”规划教研课题(No: 2011JG439, No: 2011GG127)的基础上,针对地方本科院校化学类专业的教学特点,从技术技能型人才的培养出发,以培养学生职业技能为主线编写而成的。

编者根据分析化学实验教学的实践经验,参阅国内外相关的教材、专著、文献资料编写了此教材,在此对相关院校的同行、专家表示诚挚的谢意。

本书在编写过程中,得到了山东省精品课程、德州学院教材建设基金项目的资助,并得到了化学工业出版社的支持与帮助,在此深表感谢。

由于编者水平所限,难免存在一些疏漏之处,敬请读者批评指正。

编者

2014年6月于德州学院(山东德州)

第一部分 目 录

第一部分 化学分析实验

第一章 基础知识	1	练习题	40
第一节 玻璃仪器的洗涤	1	第五章 氧化还原滴定	47
第二节 滴定分析的仪器和基本操作	1	实验十 高锰酸钾标准溶液的配制和标定 ..	47
第二章 定量分析基本操作	3	实验十一 过氧化氢含量的测定	49
实验一 天平称量练习	3	实验十二 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制及标定 ..	51
实验二 滴定分析基本操作练习	6	实验十三 间接碘量法测定铜盐中的铜	54
练习题	10	实验十四 碘量法测定维生素 C 的含量	56
第三章 酸碱滴定实验	15	实验十五 铁矿石中全铁含量的测定 (重铬酸钾无汞法)	59
实验三 盐酸溶液的配制和标定	15	练习题	62
实验四 混合碱的连续滴定分析(双指示 剂法)	16	第六章 沉淀滴定与重量法实验	69
实验五 NaOH 溶液的配制和标定	19	实验十六 氯离子含量的测定(莫尔法) ..	69
实验六 铵盐中含氮量的测定(甲醛法) ..	21	实验十七 可溶性氯化物中氯含量的测定 (佛尔哈德法)	72
练习题	23	实验十八 钡盐中钡含量的测定	73
第四章 络合滴定	30	练习题	76
实验七 EDTA 标准溶液的配制和标定	30	第七章 吸光光度法实验	81
实验八 水的硬度的测定	34	实验十九 分光光度法测定微量铁	81
实验九 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续 测定	38	练习题	84

第二部分 仪器分析实验

实验二十 ICP-AES 测定饮用水中铬、铅	86	化合物的结构	96
实验二十一 电感耦合等离子体原子发射 光谱法测定塑料及其制品中 铅、镉、汞	87	实验二十八 氟离子选择性电极测定牙膏 中氟的含量	97
实验二十二 原子吸收光谱法测定硫酸锌中 铅、镉的含量	89	实验二十九 电位滴定法测定食用醋中 醋酸的含量	99
实验二十三 火焰原子吸收光谱法测定废水中 的重金属离子	91	实验三十 循环伏安法测定染发剂中的 对苯二胺	101
实验二十四 维生素 B_{12} 片剂含量的测定—— 紫外可见分光光度法	92	实验三十一 葡萄酒中乙醇含量的气相色谱法 测定	102
实验二十五 紫外分光光度法测定塑料制品 中双酚 A	93	实验三十二 液相色谱法检测土壤中的尿素 含量	104
实验二十六 苯甲酸的红外吸收光谱测定 ..	95	实验三十三 离子色谱法测定高纯氯化锂中 的五种微量阴离子	105
实验二十七 红外光谱吸收法测定液体有机 化合物的结构	96	仪器分析实验练习题	106

思考题答案 126

第一部分 化学分析实验

第一章 基础知识

第一节 玻璃仪器的洗涤

在分析化学实验中,洗涤玻璃仪器不仅是一项必须做的实验前准备工作,也是一项技术性工作。仪器洗涤是否符合要求,对检验结果的准确度和精密度均有影响。

最常用的洁净剂是肥皂、洗衣粉、去污粉、洗液、有机溶剂等。

肥皂、洗衣粉、去污粉用于可以用刷子直接刷洗的仪器,如烧杯、三角瓶、试剂瓶等;洗液多用于不使用刷子洗刷的仪器,如滴定管、移液管、容量瓶、蒸馏器等特殊形状的仪器,也用于洗涤长久不用的杯皿器具和刷子刷不下的结垢。洗完后,再用自来水清洗,最后用蒸馏水或去离子水冲洗3次。

新购买的玻璃仪器一般用稀盐酸洗涤,洗掉玻璃加工过程中的游离碱,然后用自来水洗涤,蒸馏水冲洗。对容量较大的器皿,如大烧瓶、量筒等,洗净后注入浓盐酸少许,转动容器使其内部表面均沾有盐酸,数分钟后倾去盐酸,再以流水冲净。

也可以用清洗机来清洗玻璃器皿。通过超声波高频振荡可以使附在物体表面的污垢全部振落下来,最终达到清洗的目的。

第二节 滴定分析的仪器和基本操作

在滴定分析中,必须准确测量溶液的体积才能得到精确的分析结果,滴定管、容量瓶、移液管和吸量管等均是准确测量溶液体积的仪器。

一、滴定管

滴定管分为碱式滴定管和酸式滴定管。前者用于量取对玻璃管有侵蚀作用的液态试剂;后者用于量取对橡胶有腐蚀作用的液体。滴定管容量一般为25.00mL或50.00mL,刻度的每一大格为1mL,每一大格又分为10小格,故每一小格为0.1mL。精确度是百分之一,即可精确到0.01mL。滴定管为一细长的管状容器,一端具有活塞开关,其上标有刻度指示量度。一般读数由上到下逐渐增大。

现在也有通用型滴定管,样式与酸式滴定管近似,只是把旋塞的材质改为聚四氟乙烯等既耐酸又耐碱的材料。

酸式滴定管一般是玻璃活塞,用来量取或滴定酸溶液或氧化性试剂,不可装碱性溶液。使用前需先检查是否漏液,量取或滴定液体时必须洗涤、润洗,将管内的气泡赶尽,尖嘴内

充满液体。

碱式滴定管一般是用橡胶管和玻璃珠来控制流量，用来量取或滴定碱性溶液，禁止用碱式滴定管装酸性及强氧化性溶液，以免腐蚀橡胶管。使用前，同样需先检查是否漏液，量取或滴定液体时必须洗涤、润洗，将管内的气泡赶尽，尖嘴内充满液体。

在滴定时，加入的液体量一般处于刻度线 0.00 或稍下处。底部的开关可控制流速，在远离滴定终点时可适当加快滴定速度，以节省实验时间。使用前，需要用待填充的液体润洗 2~3 次。填充液体时，需细心缓慢操作，以防因管口狭小而使液体漏出，必要时可辅以漏斗，装入液体后滴定管中不能有气泡。使用时，滴定管应保持垂直，不宜倾斜，以免读数时产生误差。

二、容量瓶

容量瓶是一种细颈平底容器，带有磨口玻塞，颈上有标线，表示在所指温度下液体凹液面与容量瓶颈部的标线相切时，溶液体积恰好与瓶上标注的体积相等。容量瓶上标有温度、容量、刻度线。

容量瓶是用来准确配制一定浓度的溶液的精确仪器，常和移液管配合使用。有多种规格，小的有 5mL、25mL、50mL、100mL，大的有 250mL、500mL、1000mL、2000mL 等。主要用于直接法配制标准溶液、准确稀释溶液以及配制样品溶液等。

三、移液管

移液管是用来准确移取一定体积的溶液的量器。是一种量出式仪器，只用来测量它所放出溶液的体积。它是一根中间有一个膨大部分的细长玻璃管。其下端为尖嘴状，上端管颈处刻有一条标线，是所移取的准确体积的标志。

常用的移液管有 5mL、10mL、25mL 和 50mL 等规格。通常又把具有刻度的直形玻璃管称为吸量管。常用的吸量管有 1mL、2mL、5mL 和 10mL 等规格。移液管和吸量管所移取的体积通常可准确到 0.01mL。

在滴定分析中准确移取溶液一般使用移液管，反应过程中需控制试液加入量时一般使用吸量管。使用前，检查移液管的管口和尖嘴有无破损，若有破损则不能使用。

第二章 定量分析基本操作

实验一 天平称量练习

一、实验目的

1. 了解天平的构造及其使用方法。
2. 学会直接称量法、固定质量称量法和递减称量法等常用的称量方法；能熟练、规范地称量给定的试剂。
3. 养成准确、规范地记录实验原始数据的习惯。

二、实验原理

天平是定量分析操作中最主要的仪器，天平的称量误差直接影响分析结果。因此，必须了解常见天平的结构，学会正确的称量方法。常见的天平有普通托盘天平和电子天平。

托盘天平的称量误差较大，一般用于对质量精度要求不太高的试剂。称量采用杠杆平衡原理，使用前需先调平。使用砝码并结合游标来调节质量，砝码不能用手去拿，要用镊子夹。

电子天平是最新一代的天平，其称量原理是电磁力与物质的重力相平衡，即直接检出值是重力而非物质的质量。故该天平使用时，要随使用地的纬度、海拔高度随时校正其 g 值，方可获取准确的质量数。电子天平内部配有标准砝码和质量的校正装置，校正后的电子天平可获取准确的质量读数。

电子天平可直接称量，测量时不需要砝码，放上被测物质后，在几秒钟内即可达到平衡，直接显示读数，具有称量速度快、精度高的特点。它的支撑点采取弹性簧片代替机械天平的玛瑙刀口，用差动变压器取代升降枢纽装置，用数字显示代替指针刻度。因此具有体积小、性能稳定、操作简便和灵敏度高等特点。

此外，电子天平还具有自动校正、自动去皮、超载显示、故障报警等功能。以及具有质量电信号输出功能，并且可与打印机计算机联用，进一步扩展了其功能，如统计称量的最大值、最小值、平均值和标准偏差等。由于电子天平具有机械天平无法比拟的优点，现在应用越来越广泛。

1. 电子天平的一般使用步骤

① 称量前的检查 取下天平罩，叠好，放于天平后。检查天平盘内是否干净。检查硅胶是否变色失效，若失效，应及时更换。

② 水平调节 调整水平调节脚，使水平仪内气泡位于水平仪中心（圆环中央）。

③ 开机 接通电源，轻按“NO/OFF”键，当显示器显示“0.0000g”时，电子称量系统自检过程结束。天平如果长时间断电，接通电源后至少需预热 30min。

④ 打开开关“ON”，使显示器亮，并显示称量模式 0.0000g。

⑤ 称量 按“O/T”键，显示为零后。将称量物放入盘中央，关闭天平侧门，待读数稳定后，该数字即为称量物的质量。

⑥ 去皮称量 按“O/T”键清零，将空容器放在盘中央，按 TAR 键显示零，即去皮。将称量物放入空容器中，读数稳定后，此时天平所示读数即为所称物体的质量。

⑦ 关机 称量完毕，按“ON/OFF”键，关闭显示器，此时天平处于待机状态，若长时间不再使用，应拔下电源插头。

称量时，要根据不同的称量对象，选择合适的天平和称量方法。一般称量使用普通托盘天平即可，对于质量精度要求高的样品和基准物质应使用电子天平来称量。尤其注意，并不是称量的精确度越高越好，能用普通托盘天平称量的试剂，一般不用电子天平称量。

2. 基本称量方法

样品的基本称量方法有 3 种：直接称量法、固定质量称量法和递减称量法。

(1) 直接称量法 此法用于在天平上直接称出物体的质量，如称量某小烧杯的质量等。适用称量洁净干燥的不易潮解或升华的固体试样。

操作要点：将要称量的物体准备好，关好天平门，按 TAR 键清零。打开天平左门，将物体放入托盘中央，关闭天平门，待稳定后读数。记录后打开左门，取出物品，关好天平门。

(2) 固定质量称量法 又称增量法，此法用于称量某一固定质量的试剂或试样。这种称量操作的速度很慢，用于称量不易吸潮，在空气中能稳定存在的粉末或小颗粒（最小颗粒应小于 0.1mg）样品，以便精确调节其质量。本操作可以在天平中进行，用左手手指轻击右手腕部，将牛角匙中样品慢慢振落于容器内。

操作要点：固定质量称量法要求称量精度在 1.0mg 以内。如称取 0.5000g 石英砂，则允许质量的范围是 0.4990~0.5010g。超出这个范围的样品均不合格。若加入量过多，则需重称试样，已用试样必须弃去，不能放回到试剂瓶中。操作中不能将试剂撒落到容器以外的地方，称好的试剂必须定量地转入接受器中，不能有遗漏。

(3) 递减称量法 又称减量法。此法用于称量一定范围内的样品和试剂。主要针对易挥发、易吸水、易氧化或易与二氧化碳反应的物质。用滤纸条从干燥器中取出称量瓶，用纸片夹住瓶盖柄打开瓶盖，用牛角匙加入适量试样（多于所需总量，如称取 3 份 0.3g 试样，则需加入 1g 左右试样），盖上瓶盖，置入天平中，按 TAR 键清零。

操作要点：用滤纸条取出称量瓶，在接受器的上方倾斜瓶身，用瓶盖轻击瓶口使试样缓缓落入接受器中。当估计试样接近所需量（0.3g 或约 1/3）时，继续用瓶盖轻击瓶口，同时将瓶身缓缓竖直，用瓶盖向内轻刮瓶口使粘于瓶口的试样落入瓶中，盖好瓶盖。将称量瓶放入天平，显示的质量减少量即为试样质量。

若放出质量多于所需（超出 0.3g 较多）时，则需重称，已取出试样不能收回，须弃去。

三、试剂和仪器

电子分析天平；表面皿或 50mL 小烧杯，烘干待用；粉末试样（如 NaCl、 $K_2Cr_2O_7$ 等）；牛角匙。

称量瓶：称量瓶依次用洗液、自来水、蒸馏水洗净后放入洁净的 100mL 烧杯中，瓶盖斜放在称量瓶口上，置于烘箱中，升温 105℃ 后保持 30min 取出烧杯，稍冷片刻，将称量瓶置于干燥器中，冷至室温后即可使用。

四、实验步骤

1. 直接称量法

在电子天平上准确称出洁净干燥的表面皿、烧杯或称量瓶的质量，记录称量的数据，熟悉天平的使用。

2. 固定质量称量法

称取 0.5000g NaCl 试样 3 份。

① 在电子天平上准确称出洁净干燥的表面皿或小烧杯的质量，记录称量数据或按天平上的“去皮”键。

② 用牛角匙将试样慢慢加到表面皿的中央，如果在①步中未选择“去皮”，则加试样使天平读数在关上天平门后正好显示“表面皿重+0.5000g”，记录称量数据，算出试样的实际质量；如果在①步中选择了“去皮”，则加试样使天平读数在关上天平门后正好显示 0.5000g，记录称量数据。

③ 可以多练习几次，以表面皿加试样为起点，练习牛角匙的使用。

④ 固定质量称量法称一个试样的时间应在 8min 以内。

3. 递减称量法

称取 0.3~0.4g NaCl 试样 3 份。

① 在电子天平上将 3 个洁净、干燥的表面皿分别称准至 0.1mg。记录为 m_{b1} ， m_{b2} ， m_{b3} ；

② 在电子天平上准确称量一个装有足够试样的称量瓶的质量，记录为 m_1 ；估计一下样品的体积，转移 0.3~0.4g 试样至表面皿中，称量并记录此时称量瓶和剩余试样的质量 m_2 ，根据 m_1 和 m_2 的质量差求出称出试样的质量 m_{s1} 。以同样方法完成剩余 2 份试样的称量。

注：差减法称量时，拿取称量瓶的原则是避免手指直接接触器皿，可用洁净的纸条包裹或者用“指套”、“手套”等拿称量瓶，以减少称量误差。

③ 准确称量已有试样的表面皿，记录其质量为 m_{bs1} ，根据 m_{b1} 和 m_{bs1} 的质量差求出称出试样的质量 m'_{s1} 。以同样方法完成剩余 2 份试样的称量。

参照表 1 的格式认真记录实验数据。

④ 递减称量法称一个试样的时间在 12min 内，倾样次数不超过 3 次，连续称 3 个试样的时间不超过 18min，并做到称出的 3 份试样的质量均在要求的范围之内。

4. 称量结束后的工作

称量结束后，按 OFF 键关闭天平，将天平还原。在使用记录本上记下使用的时间和天平状态，并签名。整理好实验台之后方可离开。

五、实验数据记录和处理

1. 数据记录

称量练习记录表

编 号	1	2	3
$m(\text{称量瓶} + \text{试样})/\text{g}$	$m_1 =$	$m_2 =$	$m_3 =$
	$m_2 =$	$m_3 =$	$m_4 =$
$m_s(\text{称出试样})/\text{g}$	$m_{s1} =$	$m_{s2} =$	$m_{s3} =$

续表

编 号	1	2	3
m_b (表面皿)/g	$m_{b1} =$	$m_{b2} =$	$m_{b3} =$
m_{bs} (表面皿+试样)/g	$m_{bs1} =$	$m_{bs2} =$	$m_{bs3} =$
m'_s (表面皿中试样)/g	$m'_{s1} =$	$m'_{s2} =$	$m'_{s3} =$
偏差 d /mg			

2. 数据处理

计算实验结果, m_{s1} 与 m'_{s1} 的称量绝对偏差 d 应小于 0.4mg。

$$m_{s1} = m_1 - m_2$$

$$m'_{s1} = m_{bs1} - m_{b1}$$

$$d = m_{s1} - m'_{s1}$$

六、使用和维护天平的注意事项

① 天平室应避免阳光照射, 保持干燥, 防止腐蚀性气体的接触, 应放在牢固的台上避免震动。

② 天平状态稳定后不要随便变更设置。

③ 天平箱内应保持清洁, 通常在天平中放置变色硅胶做干燥剂, 若变色硅胶失效后应及时更换, 以保持干燥。

④ 称量物的总质量不能超过天平的称量范围。在固定质量称量时要特别注意。

⑤ 不得在天平上称量过热、过冷或散发腐蚀性气体的物质。对于过热或过冷的称量物, 应降(升)至室温后方可称量。

⑥ 天平上门一般不使用, 称量时开侧门。在开关门放取称量物时, 动作必须轻缓, 切不可用力过猛或过快, 以免造成天平损坏。

⑦ 所有称量物都必须置于一定的洁净干燥容器(如烧杯、表面皿、称量瓶等)中进行称量, 以免沾染腐蚀天平。

⑧ 为避免手上的汗液污染, 不能用手直接拿取容器。称取易挥发或易与空气作用的物质时, 必须使用称量瓶以确保在称量的过程中质量不发生变化。

⑨ 实验数据必须写在记录本上, 不允许记录到其他地方。

⑩ 注意保持天平内外的干净卫生。称量完毕, 关好天平门, 切断电源, 罩上天平罩。

七、思考题

1. 用分析天平称量的方法有哪几种? 固定称量法和递减称量法各有何优点缺点? 在什么情况下选用这两种方法?

2. 使用称量瓶时, 如何操作才能保证不损失试样?

实验二 滴定分析基本操作练习

一、实验目的

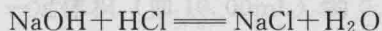
1. 掌握酸碱标准溶液的配制方法。

2. 掌握滴定管的正确使用和滴定基本操作。

3. 熟悉甲基橙和酚酞指示剂的变色特征, 学会滴定终点的正确判断。

二、实验原理

滴定分析是将一种已知浓度的标准溶液滴加到被测试液中, 直到化学反应完全为止, 然后根据标准溶液的浓度和体积计算被测组分含量的一种方法。因此, 必须学会标准溶液的配制、标定、滴定管的正确使用和滴定终点的正确判断。



计量点 pH: 7.0; pH 突跃范围: 4.3~9.7。

甲基橙变色范围: 3.1 (红)~4.4 (黄); 酚酞变色范围: 8.0 (无色)~9.6 (红)。

HCl 与 NaOH 溶液的滴定反应, 突跃范围的 pH 约为 4.3~9.7, 可采用甲基橙 (变色范围 pH 为 3.1~4.4)、酚酞 (变色范围 pH 为 8.0~9.6) 等指示剂来指示终点。HCl 滴定 NaOH, 常选用甲基橙作为指示剂, NaOH 滴定 HCl, 常以酚酞为指示剂。

标准溶液是指已知准确浓度 (质量浓度或物质的量浓度) 的用于滴定的溶液。一般有两种配制方法, 即直接法和间接法。

1. 直接法

根据所需要的质量浓度 (或物质的量浓度), 准确称取一定量的物质, 经溶解后, 定量转移至容量瓶中并稀释至刻度, 通过计算即得出标准溶液准确的质量浓度。这种溶液也称基准溶液。用来配制这种溶液的物质称为基准物质。对基准物质的要求是: ①纯度高, 杂质的质量分数低于 0.02%, 易制备和提纯; ②组成 (包括结晶水) 与化学式准确相符; ③性质稳定, 不分解, 不吸潮, 不吸收空气中 CO_2 , 不失结晶水等; ④有较大的摩尔质量, 以减小称量的相对误差。

配制方法: 在分析天平上准确称取一定量已干燥的基准物质溶于水后, 转入已校正的容量瓶中用水稀释至刻度, 摇匀, 即可计算出其准确浓度。

较稀的标准溶液可由较浓的标准溶液稀释而成。由储备液配制成操作溶液时, 原则上只稀释一次, 必要时可稀释二次。稀释次数太多累积误差太大, 影响分析结果的准确度。

2. 间接法

又叫标定法。如果欲配制标准溶液的试剂不是基准物, 就不能用直接法配制。很多物质不符合基准物质的条件, 它们都不能直接配制标准溶液。一般是先将这些物质配成近似所需浓度溶液, 然后用基准物通过滴定的方法确定已配溶液的准确浓度, 这一操作叫做“标定”。

注意: 优级纯或分析纯试剂的纯度虽高, 但组成不一定就与化学式相符, 不一定能作为基准物使用。

酸碱滴定中常用 HCl 和 NaOH 作为滴定剂, 由于浓盐酸易挥发, 氢氧化钠易吸收空气中的水分和二氧化碳, 故此滴定剂无法直接配制, 只能先配置近似浓度的溶液然后用基准物质标定其浓度。

由原装的酸碱配制溶液时, 一般只要求准确到 1~2 位有效数字, 故可用量筒量取液体或用台秤称取固体试剂, 加入的溶剂用量筒或量杯量取即可。但是在标定溶液的整个过程中, 一切操作要求严格、准确。称量基准物质要求使用分析天平, 称准至小数点后四位有效数字。浓度计算涉及的被标定溶液的体积, 均要用容量瓶、移液管、滴定管等精确仪器量取或配制。

本实验分别选用甲基橙和酚酞作为指示剂, 用自行配制的 HCl 和 NaOH 溶液相互滴

定。在相互滴定的过程中,若采用同一种指示剂指示终点,不断改变被滴定溶液的体积,则滴定剂的用量也随之变化,但它们的体积比应基本不变。因此,在不知道 HCl 和 NaOH 溶液准确浓度的情况下,通过计算 $V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$ 体积比的精确度,可以检查实验者对滴定操作技术和判断终点的掌握情况。

三、试剂和仪器

试剂:NaOH 固体(分析纯)、盐酸(分析纯)、酚酞(1%乙醇溶液)、甲基橙(0.1%水溶液)。

仪器:台秤、烧杯、试剂瓶、量筒、酸式滴定管、碱式滴定管、锥形瓶、洗瓶等。

四、实验步骤

1. 溶液的配制

(1) 0.10mol/L HCl 溶液的配制

用洁净量筒量取约 4.2~4.5mL 12mol/L HCl 转入试剂瓶中,加蒸馏水至约 500mL,盖上玻璃塞,摇匀,贴好标签备用。浓盐酸易挥发,应在通风橱中操作。

(2) 0.10mol/L NaOH 溶液的配制

在台秤上取约 2.0g 固体 NaOH 于烧杯中,加蒸馏水 50mL,全部溶解后,转入试剂瓶中,用少量蒸馏水涮洗小烧杯数次,将涮洗液一并转入试剂瓶中,加蒸馏水至约 500mL,盖上橡皮塞,摇匀,贴好标签备用。

2. 滴定操作练习

(1) 酸式滴定管的使用

① 洗涤 若无明显油污,可用洗涤剂溶液荡洗。若有明显油污,可用铬酸溶液洗。加入 5~10mL 洗液,边转动边将滴定管放平,并将滴定管口对着洗液瓶口,以防洗液洒出。洗净后将一部分洗液从管口放回原瓶,最后打开活塞,将剩余的洗液放回原瓶,必要时可加满洗液浸泡一段时间。无论用何种洗涤液,清洗后,都必须用自来水充分洗净,并将管外壁擦干,以便观察内壁是否挂水珠。若挂水珠说明未洗干净,必须重洗。

② 涂油 取下酸式滴定管活塞上的橡皮圈,取出活塞,用吸水纸将活塞和活塞套擦干,将酸管放平,以防管内水再次进入活塞套。用食指蘸取少许凡士林,在活塞的两端各涂一薄层凡士林。也可以将凡士林涂抹在活塞的大头上,将活塞插入活塞套内,按紧并向同一方向转动活塞,直到活塞和活塞套上的凡士林全部透明为止。套上橡皮圈,以防活塞脱落打碎。

用自来水充满滴定管,夹在滴定管夹上直立 2min,仔细观察有无水滴滴下或从缝隙渗出。然后将活塞转动 180°,再如前法检查。如有漏水现象,必须重新涂油。

涂油合格后,用蒸馏水洗涤滴定管 3 次,每次用量分别为 10mL、5mL、5mL。洗涤时,双手持滴定管两端无刻度处,边转动边倾斜,使水布满全管并轻轻振荡。然后直立,打开活塞,将水放掉,同时冲洗管出口。

③ 操作溶液的装入 用 0.1mol/L HCl 溶液润洗酸式滴定管 2~3 次,每次 5~10mL。然后将 HCl 溶液装入酸式滴定管中。右手拿住滴定管上部,使滴定管倾斜 30°,左手迅速打开活塞,让溶液冲出,将气泡带走。管中液面调至 0.00mL 附近,记下初读数。

(2) 碱式滴定管的使用

① 使用前的检查 检查乳胶管和玻璃球是否完好,若乳胶管已老化,玻璃球过大(不易操作)或过小(漏水),应予更换。乳胶管老化是正常现象,一般情况下,乳胶管应每学

期或每学年更换一次。

② 操作溶液的装入 用 0.1mol/L NaOH 溶液润洗碱式滴定管 2~3 次, 每次 5~10mL。然后将 NaOH 溶液装入碱式滴定管中, 用右手拿住滴定管上端并使之倾斜, 左手挤压乳胶管内的玻璃珠使尖端向上翘, 让溶液从尖嘴处喷出, 将气泡排出。管中液面调至 0.00mL 附近, 记下初读数。

(3) 以酚酞作指示剂, 用 NaOH 溶液滴定 HCl

从酸式滴定管中精确放出一定体积 (如 10.00mL) 的 0.1mol/L HCl 于 250mL 锥形瓶中, 加 10mL 蒸馏水, 加 1~2 滴酚酞指示剂。用 0.1mol/L NaOH 进行滴定, 在滴定过程中应不断摇动锥形瓶。

开始滴定时速度可以较快, 当滴加的 NaOH 落点处周围红色褪去较慢时, 表明已临近终点, 应降低滴加速度, 并用洗瓶淋洗锥形瓶内壁, 直至溶液呈微红色并保持 30s 不褪色, 即达终点, 记录终读数。然后再从酸式滴定管中精确放出 (如 2.00mL) HCl 溶液, 再用 NaOH 滴定至终点, 如此反复练习滴定、终点判断及读数若干次。

(4) 以甲基橙作指示剂, 用 HCl 溶液滴定 NaOH

从碱式滴定管中精确放出一定体积 (如 10.00mL) 的 0.1mol/L NaOH 于 250mL 锥形瓶中, 加 10mL 蒸馏水, 加 1~2 滴甲基橙指示剂。不断摇动下用 0.1mol/L HCl 进行滴定, 溶液由黄色变为橙色即达终点, 记录终读数。再从碱式滴定管中精确放出 (如 2.00mL) NaOH 溶液, 再用 HCl 滴定至终点, 如此反复练习若干次。

(5) HCl 和 NaOH 溶液体积比的测定

从酸式滴定管中精确放出一定体积 (如 20.00mL) 0.1mol/L HCl 于锥形瓶中, 加 1~2 滴酚酞, 用 NaOH 溶液滴定至溶液呈微红色, 0.5min 内不褪色即为终点, 读取并准确记录 HCl 和 NaOH 溶液的体积, 平行测定 3 次, 计算 $V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$, 要求相对平均偏差不大于 0.3%。

由碱式滴定管中精确放出一定体积的 NaOH 溶液于锥形瓶中, 加 1~2 滴甲基橙, 用 HCl 溶液滴定至终点, 读取并准确记录 NaOH 和 HCl 溶液的体积, 平行测定 3 次, 计算 $V_{\text{NaOH}}/V_{\text{HCl}}$, 要求相对平均偏差不大于 0.3%。

五、注意事项

① 用待装溶液将滴定管润洗 3 次 (洗法与用蒸馏水润洗相同)。

② 将溶液直接倒入滴定管中, 使之在“0”刻度左右, 以便调节。

③ 赶气泡调“0”后, 静止 1min 才能记录读数。

④ 碱式滴定管赶气泡的方法是: 左手拇指和食指拿住玻璃珠中间偏上部位, 并将乳胶管向上弯曲, 出口管斜向上, 同时向一旁挤压玻璃珠, 使溶液从管口喷出随之将气泡带走, 再一边捏乳胶管一边将其放直。当乳胶管放直后再松开拇指和食指, 否则出口管仍会有气泡。最后将滴定管外壁擦干。

⑤ 无论使用哪种滴定管, 都必须掌握下面 3 种加液方法: 逐滴连续滴加; 只加一滴; 加半滴。

六、数据处理

NaOH 滴定 HCl (酚酞指示剂)

项 目	1	2	3
V_{HCl} 初读数/mL			

续表

项 目	1	2	3
V_{HCl} 终读数/mL			
V_{HCl} /mL			
V_{NaOH} 初读数/mL			
V_{NaOH} 终读数/mL			
V_{NaOH} /mL			
$V_{\text{NaOH}}/V_{\text{HCl}}$			
$V_{\text{NaOH}}/V_{\text{HCl}}$ 的平均值			
相对偏差/%			
相对平均偏差/%			

HCl 滴定 NaOH (甲基橙指示剂)

项 目	1	2	3
V_{NaOH} 终读数/mL			
V_{NaOH} 初读数/mL			
V_{NaOH} /mL			
V_{HCl} 终读数/mL			
V_{HCl} 初读数/mL			
V_{HCl} /mL			
$V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$			
$V_{\text{NaOH}}/V_{\text{HCl}}$ 的平均值			
相对偏差/%			
相对平均偏差/%			

七、思考题

1. 配制 NaOH 溶液时, 应选用何种天平称取试剂? 为什么?
2. 在滴定分析实验中, 滴定管, 移液管为何需要用滴定液和要移取的溶液润洗几次? 滴定中使用的锥形瓶是否也要用滴定剂润洗? 为什么?
3. 为什么用 HCl 溶液滴定 NaOH 溶液时一般采用甲基橙指示剂, 而用 NaOH 溶液滴定 HCl 溶液时以酚酞为指示剂?
4. 滴定至临近终点时加入半滴的操作是怎样进行的?

练 习 题

一、选择题

1. 直接法配制标准溶液必须使用 ()。
 - A. 基准试剂
 - B. 化学纯试剂
 - C. 分析纯试剂
 - D. 优级纯试剂
2. 在分析中做空白实验的目的是 ()。
 - A. 提高精密度, 消除系统误差
 - B. 提高精密度, 消除偶然误差
 - C. 提高准确度, 消除系统误差
 - D. 提高准确度, 消除偶然误差
3. 下列四个数据中为四位有效数字的是 ()。
 - (1) 0.0056; (2) 0.5600; (3) 0.5006; (4) 0.0506

- A. (1), (2) B. (3), (4) C. (2), (3) D. (1), (4)
4. 使用滴定管读数应准确到 ()。
- A. 最小分度 1 格 B. 最小分度的 1/2
C. 最小分度的 1/10 D. 最小分度的 1/5
5. 用 25mL 移液管移出的液体体积应记录为 ()。
- A. 25mL B. 25.0mL C. 25.00mL D. 25.000mL
6. 使用容量瓶配制标准溶液时, 手应拿住 ()。
- A. 瓶颈刻度线以下 B. 瓶颈刻度线以上
C. 握住球部 D. 托住球部
7. 如果要求分析结果达到 0.1% 的准确度, 滴定时所用滴定剂溶液的体积至少应为 ()。
- A. 100.00mL B. 10.00mL C. 18.00mL D. 20.00mL
8. 欲取 50mL 某溶液进行滴定, 要求容器量取的相对误差 $\leq 0.1\%$, 应选 ()。
- A. 50mL 滴定管 B. 50mL 容量瓶 C. 50mL 量筒 D. 50mL 移液管
9. 需配 0.1mol/L HCl 溶液, 请选最合适的仪器量取浓酸 ()。
- A. 量筒 B. 容量瓶 C. 移液管 D. 酸式滴定管
10. 用移液管吸取溶液时, 调节液面至标线的正确方法是 ()。
- A. 保持移液管的管尖在液面下调节至标线
B. 将移液管提高离开液面并使管尖紧贴放置溶液器皿的内壁并调至标线
C. 将移液管移出液面, 悬空调至标线
D. 移液管移至水槽上调至标线
11. 下表中的各种试剂按其纯度从高到低的顺序是 ()。
- | 代号 | 1 | 2 | 3 | 4 |
|----|-----|-----|-----|-----|
| 规格 | 分析纯 | 化学纯 | 实验纯 | 优级纯 |
- A. 1, 2, 3, 4 B. 4, 1, 2, 3 C. 4, 3, 2, 1 D. 4, 2, 1, 3
12. 可用下列何种方法减小分析测试中的系统误差? ()。
- A. 仪器校正 B. 增加测定次数
C. 认真细心操作 D. 测定时环境的湿度一致
13. 在滴定分析中, 一般用指示剂颜色的突变来判断化学计量点的到达, 在指示剂变色时停止滴定。这一点称为 ()。
- A. 化学计量点 B. 滴定误差 C. 滴定终点 D. 滴定分析
14. 滴定分析法主要用于测定组分含量是 ()。
- A. 0.1% 以上的物质 B. 1% 以上的物质
C. 0.1%~1% 的物质 D. 0.1% 以下的物质
15. 用万分之一的分析天平称取试样质量时, 数据记录正确的是 ()。
- A. 1.4102g B. 1.410g C. 1.41g D. 1.4g
16. 对某试样进行平行 3 次测定, 得平均含量为 30.6%, 而真实含量为 30.3%, 则 $30.6\% - 30.3\% = 0.3\%$ 为 ()。
- A. 相对误差 B. 绝对误差 C. 相对偏差 D. 绝对偏差
17. 如果分析结果要求达到 0.1% 的准确度, 使用灵敏度为 0.1mg 的分析天平至少应称取 ()。
- A. 0.1g B. 0.2g C. 0.05g D. 0.5g
18. 定量分析中的空白实验的目的是 ()。
- A. 检查测定条件的控制是否正确 B. 检查试剂是否失效
C. 消除试剂和蒸馏水含杂质所造成的误差 D. 检查溶剂选择是否合适
19. 关于提高分析准确度的方法。以下描述正确的是 ()。