

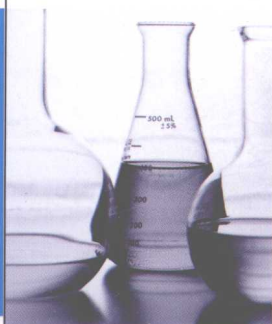
DINGLIANGFENXI

定量分析 化学实验

H Uaxue

S Hiyan

主编 白玲 李铭芳



定量分析化学实验

天津科学技术出版社

定量分析化学实验

主 编 白 玲 李铭芳

天津科学技术出版社

图书在版编目(CIP)数据

定量分析化学实验/白玲,李铭芳主编. —天津:天津科学技术出版社,2009.2

ISBN 978-7-5308-5007-7

I. 定… II. ①白…②李… III. 定量分析—化学实验 IV. 0655-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 024856 号

责任编辑:范朝辉 陈 雁

责任印制:王 莹

天津科学技术出版社出版

出版人:胡振泰

天津市西康路 35 号 邮编 300051

电话:(022)23332390(编辑室) 23332393(发行部)

网址:www.tjkjcs.com.cn

新华书店经销

江西省人大印刷厂印刷

开本 787×1092 1/16 印张 5.5 字数 141 000

2009 年 2 月第 1 版第 1 次印刷

定价:13.50 元

编写人员

主 编 白 玲 李铭芳

副主编 黄喜根 龚 磊 廖晓宁 汪小强

参 编 (按姓氏笔画排序)

舒红英 席 峰 肖 伟

余丽萍 张恒松 周 彤

内 容 简 介

本书是为高等院校的生物工程、环境工程、食品工程、药学、农学、动物科学、化学等专业开设定量分析化学实验课程而编写的教材。全书由定量分析化学实验基本知识、定量分析化学实验内容和常用数据表三部分组成。共编写了 22 个实验,包括基础型实验、设计型实验和应用型实验三大类,实验内容涵盖了酸碱滴定法、沉淀滴定法、配位滴定法和氧化还原滴定法四大滴定法及吸光光度法、电位分析法。增加了英文实验、设计型实验和应用型实验,以适应国内外分析化学学科的飞速发展。全书力求理论联系实际,通过实验有效培养学生基本操作技能、动手能力、分析问题和解决问题的能力及严谨细致的科学态度和实事求是的科学作风。

本书可作为高等院校非化学专业和化学专业本科生的实验教材,同时也可作为从事有关分析化学专业人员的参考书。

前 言

本书是根据任健敏、白玲主编的《定量分析化学》(江西高校出版社,2001年12月出版,2004年获江西省首批优秀教材二等奖)教材及多年的教学经验,并吸取了近年来国内外分析化学实验教材的许多优点编写而成;增加了英文实验、设计型实验和应用型实验,以适应国内外分析化学学科的飞速发展。本书可作为高等院校非化学专业和化学专业本科生的实验教材,同时也可作为从事有关分析化学专业人员的参考书。

定量分析化学实验是定量分析化学课程的重要组成部分,同时是一门实践性很强的学科,是培养学生基本操作技能、严谨求实的科学态度,及学生的观察问题、分析问题和解决问题能力的极为重要的环节。

全书由定量分析化学实验基本知识、定量分析化学实验内容和常用数据表三部分组成,共编写了22个实验。包括基础型实验、设计型实验和应用型实验三大类,实验内容涵盖了酸碱滴定法、沉淀滴定法、配位滴定法和氧化还原滴定法四大滴定法及吸光光度法、电位分析法。

本书是由江西农业大学、武汉理工大学、集美大学、南昌大学、南昌航空大学等五所高等院校共同编著。由江西农业大学白玲、李铭芳担任主编,由江西农业大学黄喜根、龚磊、廖晓宁、汪小强担任副主编,参加编写的有江西农业大学黄忠、吴东平、肖伟、余丽萍、张恒松(按拼音顺序排序),武汉理工大学的金玲,集美大学的席峰,南昌大学的周彤,南昌航空大学的舒红英。全书由主编和副主编审稿、修改,最后由主编通读、定稿。限于编者水平,对书中存在的错误和缺点,恳请读者批评指正。

在本书的编写过程中,参阅并汲取了部分其他高等院校的教材内容,在此特致谢意。同时在本书的编写过程中,得到了江西农业大学、武汉理工大学、集美大学、南昌大学、南昌航空大学各级领导和教师的大力支持、帮助和关心,在此一并致谢。

编 者

2008年10月

目 录

1	定量分析化学实验的要求	(1)
1.1	定量分析化学实验基本要求	(1)
1.2	实验时应注意的事项	(2)
2	定量分析实验基本知识	(3)
2.1	玻璃器皿的洗涤	(3)
2.2	实验用水的规格及选用	(3)
2.3	化学试剂的规格及选用	(4)
2.4	滤纸及滤器	(5)
3	定量分析化学实验仪器和基本操作	(7)
3.1	玻璃量器	(7)
3.1.1	滴定管及其使用	(7)
3.1.2	移液管和吸量管的使用	(9)
3.1.3	容量瓶	(11)
3.2	分析天平	(12)
3.2.1	天平的级别	(12)
3.2.2	天平的结构	(13)
3.2.3	计量性能及测定	(15)
3.2.4	使用方法	(16)
3.3	可见分光光度计	(17)
3.3.1	结构	(17)
3.3.2	使用方法	(18)
3.4	酸度计	(19)
3.4.1	结构	(20)
3.4.2	使用方法	(20)
4	定量分析化学实验内容	(22)
实验一	分析天平的称量练习(差减法)	(22)
实验二	滴定操作练习(酸碱比较滴定)	(23)
实验三	酸碱溶液的配制和标定	(24)
Experiment 4		(27)
实验五	氨水中含氮量的测定	(28)
实验六	铵盐中含氮量的测定(甲醛法)	(29)
实验七	食醋中总酸量的测定	(30)
实验八	食碱中总碱量的测定(双指示剂法)	(31)

实验九 凯氏定氮法测定奶粉中的蛋白质

.....	(32)
实验十 莫尔法测定食盐中的氯	(34)
实验十一 水的总硬度及钙镁含量的测定	(35)
实验十二 可溶性硫酸盐中硫酸根的测定	(37)
实验十三 过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	(38)
实验十四 石灰石中钙含量的测定(高锰酸钾法)	(40)
实验十五 亚铁盐中铁含量的测定(重铬酸钾法)	(41)
实验十六 胆矾中铜的测定(碘量法)	(43)
实验十七 碘量法测定葡萄糖	(44)
实验十八 电位法测定水溶液的 pH 值	(46)
实验十九 氟离子选择性电极测定水中的氟(直接电位法)	(47)
实验二十 分光光度法测定铁	(50)
实验二十一 分光光度法测定磷	(53)
实验二十二 滴定分析方案设计实验(组分分析及测定)	(54)
附 录	(57)
附录一 相对原子质量表	(57)
附录二 化合物的摩尔质量表	(58)
附录三 常用浓酸浓碱的密度和浓度	(60)
附录四 常用酸碱溶液的配制	(61)
附录五 常用基准物质的干燥条件和应用	(61)
附录六 常用指示剂	(62)
附录七 常用缓冲溶液的配制	(65)
附录八 配合物的稳定常数	(66)
附录九 氨羧配位剂类配合物的稳定常数	(71)
附录十 标准电极电位和氧化还原电对条件电极电位表	(73)
附录十一 微溶化合物的溶度积	(77)
附录十二 常用熔剂和坩埚	(79)
附录十三 常用仪器清单	(80)
主要参考文献	(81)

1 定量分析化学实验的要求

定量分析化学理论课和定量分析化学实验课是大学本科有关专业的重要基础课。两者皆单独设课,且后者占更多的学时和学分比例。定量分析化学是一门实践性很强的学科。

为了适应分析化学学科的发展和大学本科高素质人才的要求,定量分析化学实验课不再附属于理论课,而是实行单独考核、单独记分,已成为一门以基本操作技能训练及动手能力培养为主的独立的课程。定量分析化学实验课程的主要任务是使学生巩固、扩大和加深对定量分析化学基本原理的理解,掌握定量分析化学的实验方法、基本操作技能和有关基本知识,培养学生严谨求实的科学态度,提高学生观察问题、分析问题和解决问题的能力,并为后续课程的学习及将来从事科学研究工作打下良好的基础。

实验教学是高等院校教学过程的重要环节之一。定量分析化学实验课程教学的宗旨是要求学生“技能、能力、素质”达标。即培养学生正确的操作技能,较高的分析问题、解决问题的实践能力和实事求是、精益求精的科学态度。

1.1 定量分析化学实验基本要求

(1)实验前要认真预习实验内容,看懂实验原理、方法和所要达到的目的,了解主要的操作步骤及注意事项等。必须备有专用的实验记录本和实验报告本,在预习好实验内容的基础上,事先设计好应记录的数据及报告格式,以便实验时及时准确记录下测得的数据和观察到的现象,进入实验室做到胸有成竹。

(2)实验时要严肃认真,做到紧张而有秩序地工作,做到手脑并用,善于观察现象,勤于思考实验中的问题。理论联系实际,认真分析研究,不能只是“照方配药”式地被动做实验。合理安排时间、提高工作效率。

(3)实验中所测的各种数据应及时如实地记入记录本,不允许记在零碎纸片上,以防丢失或转抄时发生错误。实验的原始数据不得用铅笔填写,更不能随意涂改、拼凑或伪造数据,如发现数据测错、读错或算错而需要改动时,可将该数据用一横线划去,并在其上方写上正确的数字。

(4)由普通化学的性质实验过渡到定量分析实验,两者最大的区别就在于“量”的概念,实验过程中要清楚哪一步需“准确量”,哪一步“粗略量”即可。

记录实验数据时,应注意其有效数字的位数。例如,用分析天平称重,要记录至0.0001 g;滴定管及移液管的读数,应记录至0.01 mL。

(5)实验结束后,必须将用过的器皿洗净,放回原处。公用的仪器、试剂瓶等也要放回原处,摆放整齐。实验后整理并擦净实验台面。最后由值日生负责全面清扫实验室,关闭电源、水阀和门窗等。将实验的原始记录交给指导教师审阅后方可离开实验室。

实验报告内容包括:

- ①实验名称、完成日期、姓名、合作者;
- ②实验目的、原理、实验内容的简要步骤(可用箭头式表示);

③实验数据处理、计算结果和误差、实验中的问题讨论等。

实验后,及时整理实验数据,计算实验结果、按时认真写出实验报告。

学生实验成绩的评定,应包括以下几项内容:

①预习与否及实验态度;

②实验操作技能;

③实验报告的撰写是否认真和符合要求,实验结果的精密度、准确度和有效数字的表达等。

1.2 实验时应注意的事项

(1)遵守实验课堂纪律,不迟到、不早退,实验时不大声喧哗、嬉闹。

(2)实验前必须认真预习实验指导书。开始实验前,要熟悉本次实验中所用仪器、试剂的性质和作用。在教师讲课前不能随意玩弄仪器和进行实验。

(3)进入实验室,先清点仪器,如发现破损、丢失,立即向指导教师汇报,及时补领。实验过程中仪器损坏,应及时报告指导教师,以便及时处理。

(4)认真听指导教师讲解,严格按操作规程进行实验,注意实验过程中的安全。实验应按指导书的要求并在教师指导下进行,精密仪器未经教师许可,不得擅自操作。

(5)在指定的位置进行实验,要始终注意保持实验台面的清洁,仪器放置要整齐有序,养成良好的科学实验习惯。同时注意保持实验室地面的整洁,不乱丢纸屑、火柴梗等杂物,废液倒入废液缸,杂物丢入垃圾桶。勿使酸、碱等腐蚀性溶液滴洒到实验台面或地面上,否则应及时用水冲洗干净或擦净。

(6)实验中的残渣废液应倒入指定的废物桶内,不得随意倒入水槽中。实验完毕必须清洗仪器、擦拭台面,经教师同意后方可离开实验室。

(7)养成爱护公物、节约用水、电和化学试剂的良好习惯。实验室的一切物品不得带出实验室。如有破损仪器,应及时报告教师,并按手续登记补领。

(8)实验结束后,值日学生应负责做好实验室的整洁工作,尤其要检查水、电开关。

2 定量分析实验基本知识

2.1 玻璃器皿的洗涤

定量分析实验中经常使用各种玻璃仪器和器皿。如果在实验中使用不清洁的器皿,则会由于污染物和杂质的存在而干扰测定,而得到不准确的结果。因此,玻璃器皿的洗涤是实验中的一项重要内容。

一般说附着在仪器上的污染物有尘土和其他不溶性物质、可溶性物质、有机物和油垢等,针对不同性质的污染物,可分别选用下列方法进行洗涤。

(1) 用水刷洗。

根据所洗仪器的形状选用毛刷,如试管刷、烧杯刷、锥形瓶刷、滴定管刷等。用水刷洗玻璃器皿,可除去器皿表面上灰尘、可溶性物质和不溶性物质。

(2) 用去污粉、皂液和合成洗涤剂洗。

洗涤器皿时,先将器皿用水刷洗一遍,再用毛刷蘸取适量洗涤液刷洗,然后用自来水冲洗干净。这些洗涤剂可以洗去油脂或某些有机物。若仍洗涤不净时,可用热的碱液洗。

(3) 用洗液洗。

对于一些不能用毛刷刷洗的器皿,如坩埚、蒸发皿、称量瓶、容量瓶、滴定管等宜用洗液洗涤,必要时洗液可预先加热。洗液是浓硫酸和饱和重铬酸钾溶液的混合物,配制时将 25 g 粗 $K_2Cr_2O_7$ 溶于 50 mL 热水中,冷却后慢慢加入(不断搅拌)浓硫酸 450 mL 即成。新配制的洗液为深褐色,有很强的氧化性和酸性。使用洗液时应避免引入大量的水和还原性物质(如某些有机物),否则会因洗液冲稀或变绿而失效。洗液中浓硫酸易吸水,不用时应贮存于带磨口的玻璃细口瓶中。

洗液具有很强的腐蚀性、铬有毒性,用时必须特别小心,注意安全。洗涤移液管时,绝对不能用口吸,只能使用洗耳球吸取。洗液可反复使用,用过的洗液,应倒回原装瓶下次再用,绝不允许倒入水槽内。洗液经多次使用后,效力降低时,可加入适量的 $KMnO_4$ 粉末再生。

(4) 用特殊的试剂洗。

如用盐酸—乙醇洗涤液洗涤染有颜色的有机物质的比色皿;用适当的酸可洗去难溶的氢氧化物、硫化物等;用酸性硫酸亚铁溶液洗涤沾有 MnO_2 污物的器皿,会收到更好的效果。

已洗净的仪器壁上,应该清洁透明,其内壁被水均匀地湿润,且不挂水珠。最后用蒸馏水洗涤 2~3 次即可。

2.2 实验用水的规格及选用

在定量分析化学实验中,根据任务和要求的不同,对水的纯度要求也不同。对于一般的分析实验工作,采用蒸馏水或去离子水即可,对于微量或痕量组分的分析,要求用纯度较高的二次蒸馏水或高纯水。

天然水存在很多杂质,不能直接作为分析用水。欲得到纯净的水,必须经过纯化处理,经

过提纯的水叫做纯水。化学分析中所用的水及洗涤仪器时最后淋洗用的水都是纯水。用不同的纯化方法,可得到纯度不同的水。

(1) 蒸馏水。

将天然水用蒸馏器蒸馏而得的水叫蒸馏水。目前使用的有玻璃、铜、石英等材质的蒸馏器。蒸馏法能除去水中非挥发性杂质,但不能除去溶于水中的气体杂质。

一次蒸馏水可用来淋洗要求不太严格的玻璃器皿和配制一般实验用的溶液。蒸馏水中允许的杂质总量不大于 $1 \sim 5 \text{ mg/L}$ 。

二次蒸馏水又称重蒸馏水,是将一次蒸馏水再次蒸馏而得的,也可由二次蒸馏器蒸馏得到。蒸馏时,在水中加入适当试剂如 NaOH 和 KMnO_4 等,以抑制某种杂质的挥发,或使某种杂质迅速挥发除去。

收集中间馏出部分的二次蒸馏水在 25°C 时的电导率应小于 $1.0 \times 10^{-6} \text{ s/cm}$ 。用于二次蒸馏的玻璃蒸馏器材质必须是硬质玻璃。使用石英蒸馏器可获得高纯水,高纯水应贮存在石英或聚乙烯塑料容器中。

(2) 去离子水。

这是应用离子交换树脂来分离水中杂质离子的方法得到的,用此法制得的水常称为“去离子水”。此法不能除去非电解质(有机物),其电导率不能表示非电解质的污染程度。一般分析实验可使用去离子水。

(3) 电渗析水。

电渗析水是用电渗析法制得的水。电渗析法是在外电场的作用下,利用阴阳离子交换膜对溶液中离子进行选择性透过而使杂质离子自水中分离出来的方法。此法去除杂质效率较低,适用于要求不高的分析工作的用水。

纯水质量的检验项目和方法可参考有关资料。

2.3 化学试剂的规格及选用

我国化学试剂产品有国家标准(GB)、化工部标准(HG)及企业标准(QB)三级。一般试剂是实验室最普遍使用的试剂,以其中所含杂质多少,一般又分为四个等级及生化试剂等,其标志、适用范围和标签颜色见表 2-1 所示。

表 2-1 一般试剂规格和适用范围

等级	名称	英文名称	英文缩写	标签颜色	适用范围
一级品	优级纯 (保证试剂)	Gualanteed neagent	G. R	绿色	纯度很高,适用于精密分析工作和科学研究工作
二级品	分析纯 (分析试剂)	Anelytical neagent	A. R	红色	纯度仅次于一级品,适用于多数分析工作和科学研究工作
三级品	化学纯	Chemically pure	C. P	蓝色	纯度较二级差些,适用于一般分析工作
四级品	实验试剂 医用	Lalonatorlial neagent	L. R	棕色或其他颜色	纯度较低,适用于实验辅助试剂
	生物试剂	Biological neagent	B. R 或 C. R	黄色或其他颜色	

除上述的一般试剂外,还有标准试剂、高纯试剂、专用试剂,例如用来作为光谱分析中标准物质的光谱纯试剂(符号 S. P),作为色谱分析中标准物质的色谱纯试剂以及作为定量分析中的基准物的基准试剂(纯度相当于或高于保证试剂)等。

原装瓶的化学试剂,标签上注明有试剂名称、化学式、摩尔质量、等级、纯度和杂质的最高含量,还有净重或体积、生产许可证、生产批号、厂名、出厂日期等,危险品和剧毒品也有相应的标记。使用时应根据分析要求的不同,恰当地选用不同规格的试剂。既要注意节约原则,又要根据分析工作需要取用;既不能以高纯试剂当作低纯试剂使用,也不能用低纯试剂代替高纯试剂。否则,前者会造成很大浪费,后者会影响分析结果,甚至得出错误结论。

此外,在选用试剂的纯度还应注意:除了要与所用的分析方法相适宜外,还要有相应的分析用水和操作器皿与之配合,才能发挥高纯试剂的作用,以达到实验精度的要求。例如选用 G. R 级的试剂,则应使用经两次蒸馏制得的重蒸馏水。储存高纯度试剂时,所用器皿的质量也要求较高,如使用硬质硼硅玻璃器皿或塑料器皿。使用过程中不应有杂质溶解到溶液中,以免影响测定的准确度。

分析人员必须对化学试剂标准有一明确的认识,做到科学合理地存放和使用化学试剂。

2.4 滤纸及滤器

(1) 滤纸。

定量分析化学实验中常用的有定量分析滤纸和定性分析滤纸两种。按过滤速度和分离性能的不同可分为快速、中速和慢速三类。我国国家标准(GB/T 1914—93)对定量滤纸和定性滤纸产品规定的主要技术指标包括质量(单位 g/mL^2)、分离性能、过滤速度、耐湿程度(对于定量滤纸)、灰分、标志(盒外纸条)、圆形纸直径等。

定量滤纸又称为无灰滤纸,即其灰分很低。例如每张直径为 125 mm 的定量滤纸的质量约为 1 g,但灼烧后其灰分的质量不超过 0.1 mg,在重量分析实验中,可以忽略不计。定性滤纸的质量不及定量滤纸,其他杂质含量也比定量滤纸高,但价格比定量滤纸低。在分析化学实验中应根据实际需要,合理选择滤纸。

(2) 烧结(多孔)滤器。

这是一类通过高温烧结将玻璃、石英、陶瓷、金属或塑料等材料的颗粒黏接在一起的方法所制造的微孔滤器,其中以玻璃滤器最为常用。

我国从 1990 年起对这类滤器开始执行新的国家标准(GB11415—89)。这类滤器的分级和牌号见表 2-2。其牌号的规定以每级孔径的上限值前加字母“P”表示。应注意过去使用多年的玻璃滤器的旧型号与新型号的对照。例如实验中常用的 P40(G3)和 P16(G4)号玻璃滤器,在过滤金属汞时用 G3 号,过滤 KMnO_4 溶液时用 G4 号漏斗式,重量法测定镍时用 G4 号坩埚式过滤器。

表 2-2 实验用滤器的牌号和分级

牌号	孔径分级/ μm	
	大于	小于等于
P1.6	—	1.6
P4	1.6	4
P10	4	10
P16	10	16
P40	16	40
P100	40	100
P160	100	160
P250	160	250

新的滤器在使用前要经酸洗、抽滤、水洗、抽滤、晾干或烘干等处理。使用后的滤器也应及时清洗,因为滤器的滤片容易吸附沉淀物和杂质。清洗的原则是选用能分解或溶解残留物的洗涤液进行浸泡、抽滤,再用水洗净。表 2-3 列出某些沉淀物的常用化学清洗方法。

表 2-3 某些沉淀物的常用化学洗涤方法

沉淀物	洗涤液
脂肪等	CCl_4 或适当的有机溶剂
各种有机物	铬酸洗液浸泡
氯化亚铜、铁斑	含 KClO_4 的热浓盐酸
硫酸钡	100°C 的浓硫酸
汞渣	热浓硝酸
氯化银	氨水或硫代硫酸钠溶液
铝质、硅质残渣	先用 20 g/L HF 洗,继用浓硫酸洗,立即用蒸馏水、丙酮漂洗,反复几次

(3) 滤膜。

滤膜是海水分析中的重要滤器,也是环境分析中的重要工具。海水分析中,通常用 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 滤器过滤的方法来区分海水中的溶解物和颗粒物。通过这种滤器的海水试样中的全部组分(包括溶解的和分散的),都认为是可溶解组分。

3 定量分析化学实验仪器和基本操作

3.1 玻璃量器

3.1.1 滴定管及其使用

滴定管是滴定时用来准确测量流出液体溶液体积的量器。一般分为酸式滴定管和碱式滴定管两种(如图3-1所示)。酸式滴定管用来盛装酸类溶液、氧化性溶液或盐的稀溶液;碱式滴定管用来盛装碱类溶液或无氧化性溶液。常量滴定管的容积为50 mL和25 mL,可以读准至0.1 mL,读到0.01 mL,一般读数误差为 ± 0.01 mL。另外,还有容积为100 mL、20 mL、25 mL、10 mL、5 mL、3 mL、2 mL和1 mL的滴定管及盛装见光易分解的滴定液的棕色滴定管。

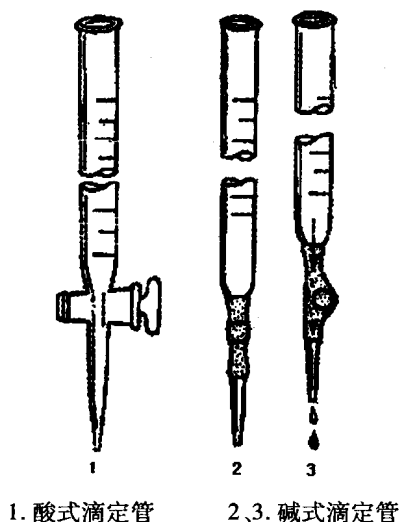


图3-1 滴定管

使用滴定管之前应做好如下准备工作。

(1) 滴定前的准备。

①洗涤 无明显油污的滴定管,可直接用自来水冲洗,或用肥皂水洗涤,然后用少量蒸馏水淋洗2~3次。洗净的滴定管内壁应不挂水珠或水滴可均匀流下。如果挂水珠,则说明有油污,需用洗涤剂洗刷或用铬酸洗液浸洗。用铬酸洗液浸洗碱式滴定管时,先取一定量洗液倒入100 mL烧杯中,把碱式滴定管内的玻璃珠取出,倒置于烧杯中,管口应淹没在液面下。然后用洗耳球从尖嘴一端抽气,使烧杯中的洗液吸入滴定管内,当洗液上升到一定的高度后,用弹簧夹夹紧橡皮管,静置几分钟,最后松开弹簧夹,使铬酸洗液流回烧杯中。回收的铬酸洗液放回回收瓶中。用铬酸洗液洗完后,再用自来水冲洗直至流出的水无色,且管内壁不挂水珠,然后用蒸馏水洗2~3次。

自来水无法冲洗干净的酸式滴定管,则用铬酸洗液洗涤。每次倒入10~15 mL于滴定管中,两手平端滴定管并不断转动,直到洗涤液布满全管为止,然后打开旋塞,将洗液放回原瓶

中,滴定管先用自来水冲洗,再用蒸馏水淋洗几次。若污渍严重,可倒入洗液浸泡一段时间,然后按上述方法洗涤干净。滴定管的内壁应完全被水均匀润湿且不挂水珠。

注意:刷洗用的滴定管刷刷毛必须相当软,刷头的铁丝不能露出,也不能向旁侧弯曲,以免刷伤内壁。刷洗后用自来水充分洗去肥皂水或洗液。洗后的滴定管应将其直立,使水流尽。

②旋塞涂油 滴定管在使用前要检查旋塞是否漏水,转动是否灵活。如有漏水或转动不灵活的情况,则需将旋塞取下,洗净旋塞和旋塞槽并用滤纸将水吸干,然后用玻璃棒或手指在塞孔两旁大端约 3 mm 处涂上少许凡士林(注意,不要涂油太多,太多容易将旋塞小孔堵住,但太少了容易漏水或转动不灵活),再将旋塞安装上,转动,使凡士林均匀地分布在磨口上。为了防止在滴定过程中旋塞脱出,可用一橡皮圈套住旋塞末端。检查滴定管是否漏水时,可关闭旋塞,在管内充满水,将滴定管夹在滴定管夹上,观察管口及活塞两端是否有水渗出,将活塞转动 180°再观察一次,如无漏水现象,用前法进行洗涤之后,即可使用。旋塞上涂油、安装和转动的手法如图 3-2 所示。

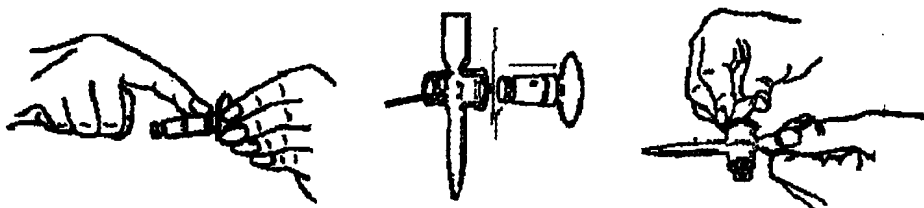


图 3-2 旋塞涂油、安装和转动的手法

③装液 装液前,先用待装液淋洗滴定管,每次用 10 ~ 15 mL,洗涤 2 ~ 3 次,确保滴定溶液的浓度不变。淋洗时两手平端滴定管,慢慢转动,使溶液流遍全管。打开滴定管旋塞,使淋洗液从下端流出。之后,将溶液直接从试剂瓶移入滴定管中,到刻度“0”以上,开启旋塞或挤压玻璃球,驱逐出滴定管下端的气泡。对于酸式滴定管,要将酸式滴定管稍微倾斜,开启旋塞,气泡随溶液流出而被逐出。对于碱式滴定管,可将橡皮管稍向上弯曲,挤压玻璃球,使溶液从玻璃球和橡皮管之间的隙缝中流出,气泡即被逐出(如图 3-3 所示)。然后将多余的溶液滴出,使管内液面处在“0.00”或稍下刻度处,记下初始读数,备用。

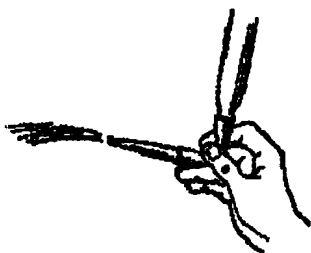


图 3-3 碱式滴定管逐出气泡法

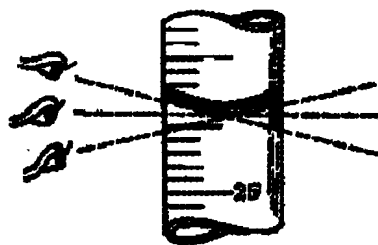


图 3-4 滴定管读数示意图

④读数 读数误差是滴定误差的主要来源,因此,掌握正确的读数方法是关键。由于溶液的表面张力,滴定管内的液面会形成下凹的弯月面,读数时要读弯月面的切线并保留到小数点后第二位小数(如图 3-4 所示)。在对浅色或无色溶液读数时,可在管的背面衬一张白色卡。

(2) 滴定。

①滴定操作的正确姿势如图 3-5 所示。

以左手的大拇指、食指和中指控制旋塞,而无名指、小指抵住旋塞下部,右手持锥形瓶使瓶

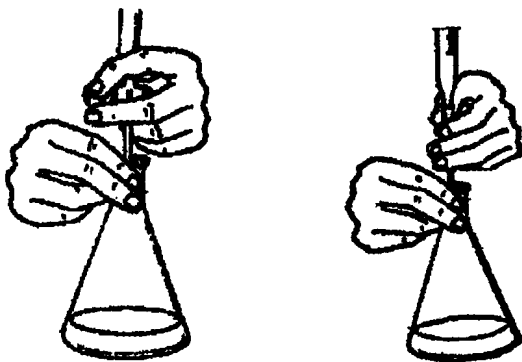
向同一方向做圆周运动(或用玻璃棒搅拌烧杯中的溶液)。若使用碱式滴定管,则用左手的大拇指和食指挤压橡皮管内的玻璃球,使之与橡皮管之间形成一条可控制的缝隙,即可有目的地控制滴定剂的流出。注意:不要捏挤玻璃珠的下部或中部,如捏在下部,这样放手时橡皮管管尖会产生气泡;捏在中部时,则无法流出滴定剂。滴定和振摇溶液要同时进行,不要间断。为了防止滴至外面,滴定管下端应伸入锥形瓶口或在烧杯口内 1 cm 左右。

②溶液的流出不要太快(不快于 3~4 滴/s),否则易超过终点。在快到终点时溶液应逐滴(甚至半滴)滴下。滴加半滴的方法是使液滴悬挂管尖而不让液滴自由滴下,再用锥形瓶内壁轻触液滴,然后用少量蒸馏水将其洗入锥形瓶内。

③滴定时所用操作溶液的体积应不超过滴定管的容量,每次滴定时的使用量一般控制在 20~30 mL,因为多装一次溶液就要多读两次读数,从而使误差增大。

④滴定过程中,尤其将近终点时,应用洗瓶将溅在内壁上的溶液吹洗下去。

⑤读数时用两个指头把滴定管上端垂直地拿着(不可拿着装有溶液的部分),然后进行读数。对无色溶液,读弯月面最下端切线;对有色溶液,读液面最上缘。眼睛和刻度在同一水平面上,面对光源。滴定管的读数是自上而下的,应该读到小数点后第二位有效数字。在溶液快速滴出后,应等待片刻,让溶液完全从壁上流下后再读数。读数时最好用读数卡作辅助,这样弯月面界切线清晰,易于读数。



1. 酸式滴定管的操作

2. 碱式滴定管的操作

图 3-5 滴定操作示意图

(3) 滴定管用后的处理。

滴定管用完后,将残液倒出,用水洗净,倒置在滴定管架上,以备下次使用。

3.1.2 移液管和吸量管的使用

移液管和吸量管都是准确移取一定量溶液的量器,如图 3-6 所示。移液管又称吸管,是一根细长而中间膨大(球部)的玻璃管,在管的上端有一环形标线,膨大部分标有它的容积和标定时的温度。常用的移液管有 5 mL、10 mL、25 mL、50 mL 等规格,用于一次性准确移取某一固定体积的液体;吸量管是具有分刻度、内径均匀的直形玻璃管,用以量取所需的不同整数或非整数体积的溶液,常用的吸量管有 1 mL、2 mL、5 mL、10 mL 等规格。