



药品



第三章

滴定分析基础知识



实验二

滴定分析仪器的基本操作练习



一、实验目的

- 认识常用的滴定分析仪器。
- 熟练掌握滴定管、容量瓶、移液管的洗涤和使用方法。
- 初步学会滴定分析的基本操作。



二、实验用品

- **仪器：**酸式滴定管（25ml）、碱式滴定管（25ml）、腹式吸管（20ml）、刻度吸管（10ml）、容量瓶（250ml）、锥形瓶（250ml）、洗耳球、烧杯、洗瓶、滴管、玻璃棒。
- **试剂：**洗液、盐酸滴定液（0.1mol/L）、氢氧化钠滴定液（0.1mol/L）、酚酞指示剂（10g/L）、甲基橙指示剂（1g/L）。



三、实验原理

滴定分析法是将一种已知准确浓度的试剂溶液滴加到被测物质的溶液中，直到定量反应完全为止，再根据所滴加的试剂溶液的浓度和体积，计算出被测物质含量的方法。如：





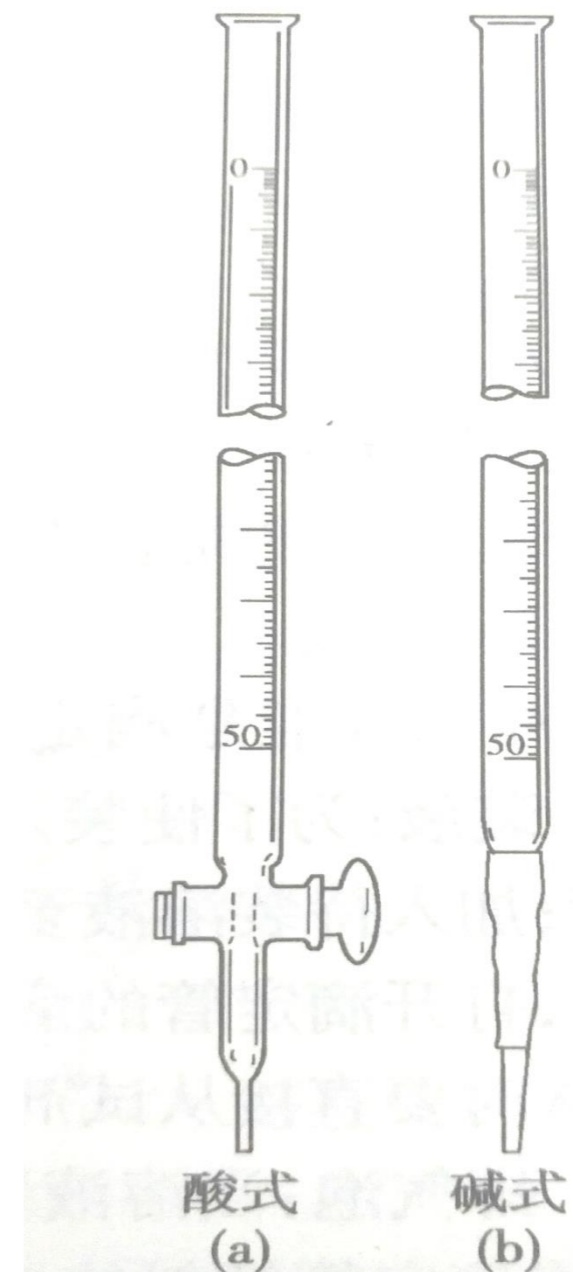
四、实验内容

(一) 滴定分析仪器及使用方法

1. 滴定管 是滴定分析中最基本的测量仪器，它是由具有准确刻度的细长玻璃管及开关组成的，在滴定时用来测量自管内流出的溶液的体积。

(1) 滴定管的形状

- 酸式滴定管（实验图2-1a）：下端带有玻璃活塞，用于盛放酸性溶液或氧化性溶液。
- 碱式滴定管（实验图2-1b）：用于盛放碱性溶液，其下端连接一段医用橡皮管，内放一玻璃珠，以控制溶液的流速，橡皮管下端再连接一个尖嘴玻璃管。



实验图2-1 滴定管
(a) 酸式滴定 (b) 碱式滴定管



(2) 滴定管的规格

- 常量分析用滴定管的规格一般为10、15、25和50ml，最小刻度为0.1ml，读数可估计到0.01ml。一般有 ± 0.01 ml的读数误差，如果滴定所消耗溶液的体积过小，则滴定管的读数误差增大。
- 半微量分析的滴定管：刻度区分至0.02ml，可以估计读到0.005ml。
- 微量分析的微量滴定管：一般为1~5ml，刻度区分小至0.01ml，可估计读到0.002ml。

滴定分析时，若消耗滴定液在25ml以上，可选用50ml滴定管；在15~25ml，可用25ml滴定管；在10~15ml，可用15ml滴定管；在10ml以下，宜用10ml滴定管，以减少滴定时体积测量的误差。



(3) 滴定管的颜色

- 滴定管有无色、棕色两种，一般需避光的滴定液（如硝酸银滴定液、碘滴定液、高锰酸钾滴定液、亚硝酸钠滴定液、溴滴定液等）需用棕色滴定管。

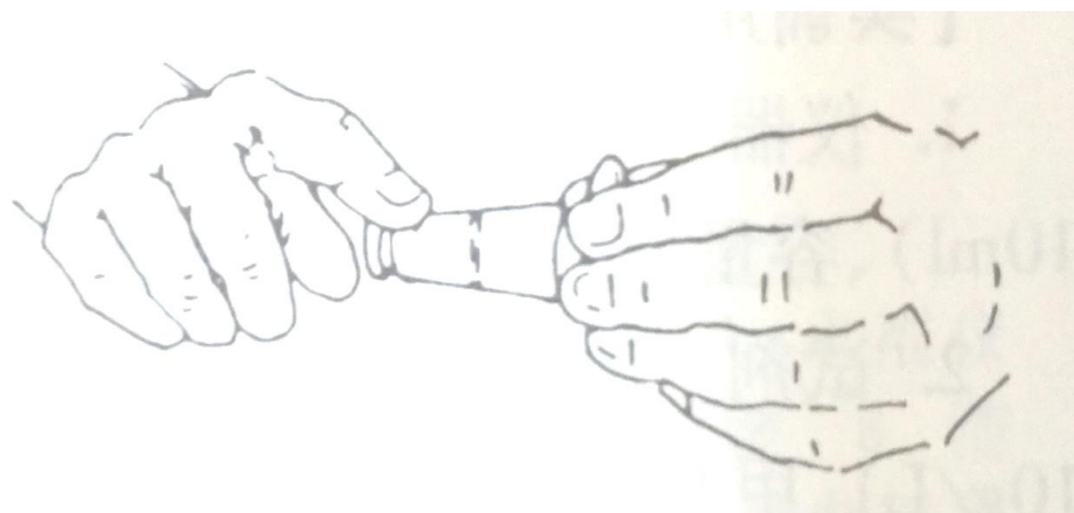
(4) 滴定管使用方法

➤ 检漏

- 滴定管洗涤或使用前应先检漏，将滴定管中装入适量水（若是酸式滴定管则先关闭活塞），置滴定管架上直立2分钟，观察有无水渗出或漏下；然后将酸式滴定管活塞旋转 180° ，再静置2分钟，观察有无水渗出或漏下。如均不漏水，滴定管即可使用。

➤ 检漏

- 若碱式滴定管漏水，可将橡皮管中的玻璃珠稍加转动，或稍微向上推或向下移动一下；若处理后仍漏水，则需要更换玻璃珠或橡皮管。
- 若酸式滴定管漏水或活塞不润滑、活塞转动不灵活，在使用之前，应在活塞上涂凡士林。操作方法是：将酸式滴定管活塞拔出，用滤纸将活塞及活塞套擦干，用手指在活塞两头沿圈周各涂一薄层凡士林（实验图2-2）（切勿将活塞小孔堵住），然后将活塞插入活塞套内，沿同一方向转动活塞，直到活塞全部透明为止。最后用橡皮圈套住活塞尾部，以防脱落打碎活塞。



实验图2-2 活塞涂凡士林



➤ 洗涤

- 如果滴定管无明显污渍，可直接用自来水冲洗，之后用纯化水润洗2~3次；如不能洗干净，则用铬酸洗液洗涤。
- 酸式滴定管用铬酸洗液洗涤时，应事先关好活塞，每次将洗液倒入滴定管1/3~1/2处，两手平端滴定管，不断转动，直至滴定管内壁布满洗液为止，然后打开活塞，将洗液放回洗液瓶中；若污渍严重，可倒入温热洗液浸泡一段时间。
- 用洗液洗过的滴定管，应先用自来水冲洗多次，再用少量纯化水润洗2~3次。
- 碱式滴定管如需用洗液洗涤，应注意铬酸洗液不能接触橡皮管。可将碱式滴定管倒立于装有铬酸洗液的玻璃槽内浸泡，浸泡一段时间后，再用自来水冲洗，最后用纯化水润洗2~3次。
- 洗净的标准是滴定管倒置内壁不挂水珠。



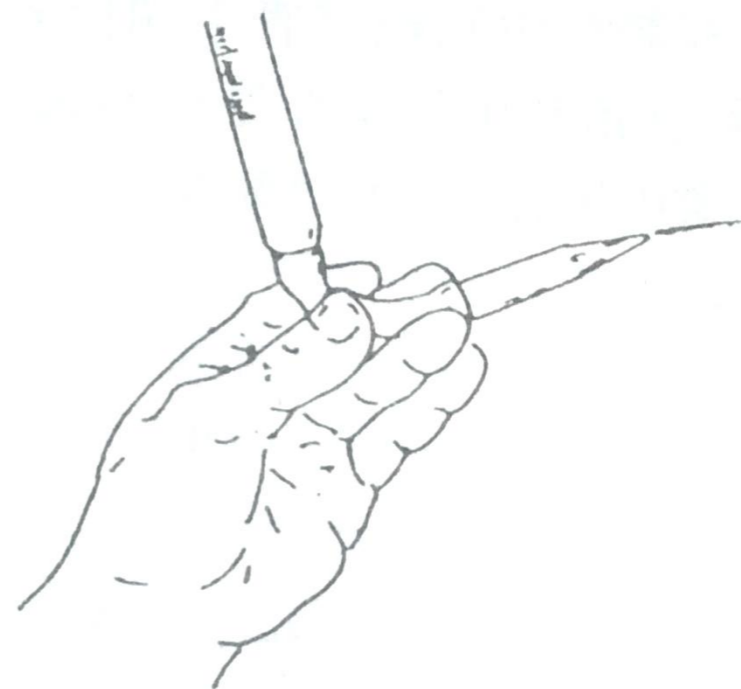
➤ 装液

- 为了使装入滴定管的溶液不被滴定管内壁的水稀释，必须先用待装溶液润洗滴定管。先加入待装溶液至滴定管 $1/3 \sim 1/2$ 处，然后两手平端滴定管，慢慢转动，使溶液润遍全管，打开滴定管的活塞，使溶液从管口下端流出。如此润洗2~3次后，再开始装入溶液，装液时要直接从试剂瓶注入滴定管，不能经小烧杯或漏斗等其他容器转加入。



➤ 排气泡

- 当溶液装入滴定管时，出口管还没有充满溶液，应排气。若是酸式滴定管，则将滴定管倾斜约 30° ，迅速打开活塞使溶液流出，将溶液充满全部出口管；若是碱式滴定管，则把橡皮管向上弯曲，玻璃尖嘴斜向上方，用两指挤压玻璃珠，使溶液从出口管喷出（实验图2-3），气泡随之逸出。
- 气泡排出后，加入溶液至刻度以上，再转动活塞或挤捏玻璃珠，把液面调节在0.00ml刻线处，或在“0”刻线以下但接近“0”刻线处。

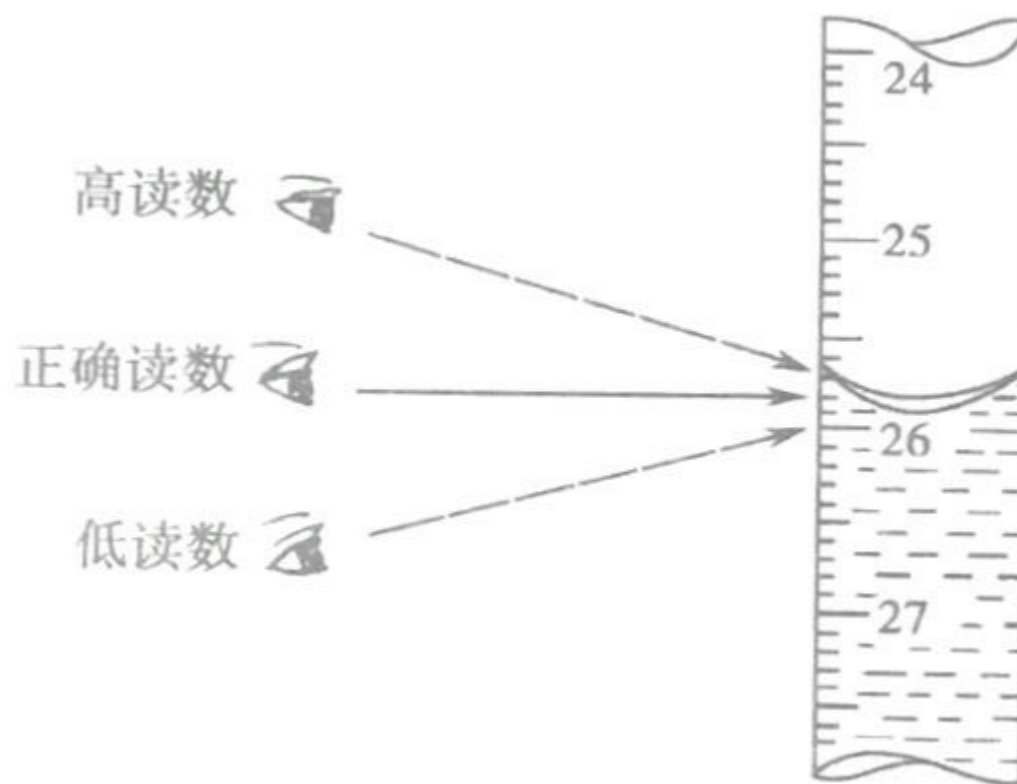


实验图2-3 碱式滴定管排气泡的方法



➤ 读数

- 读数时，要把滴定管从架上取下，用右手大拇指和示指夹持在滴定管液面上方，使滴定管与地面呈垂直状态。读数时视线必须与液面保持在同一水平面上（实验图2-4）。



实验图2-4 目光在不同位置得到的滴定管的读数



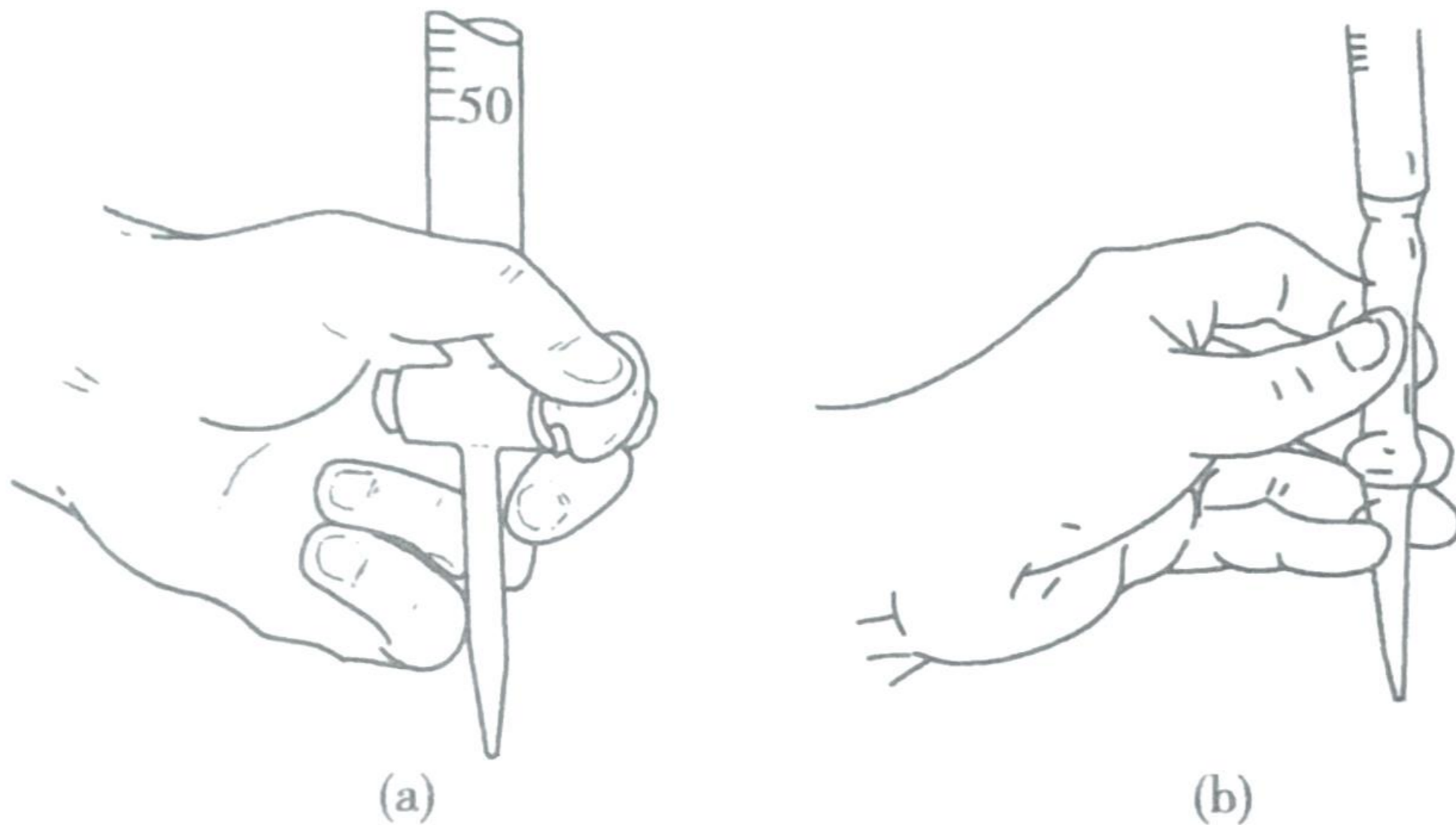
➤ 读数

- 对于无色或浅色溶液，读取溶液的弯月面最低处与刻度相切点；对于深色溶液如高锰酸钾、碘溶液等，可读两侧最高点的刻度。
- 若滴定管的背后有一条蓝带，无色溶液这时就形成了两个弯月面，并且相交于蓝线的中线上，读数时即读此交点的刻度；若是深色溶液，则仍读液面两侧最高点的刻度。每次测定最好将溶液装至滴定管的“0”刻线，平行测定时每次必须在同一位置，这样可消除因上下刻度不均匀所引起的误差。
- 读数应读至毫升小数点后第2位，即要求估读到0.01ml。



➤ 滴定操作

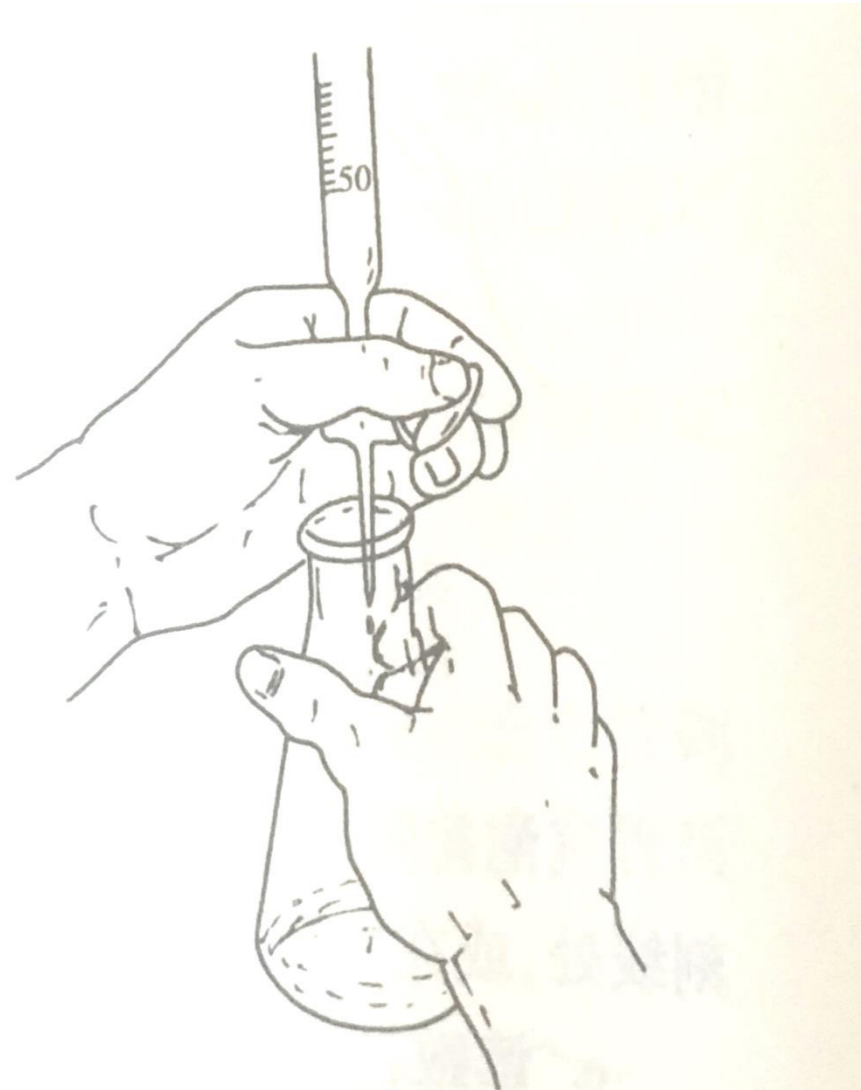
- 使用酸式滴定管时，左手握滴定管，其无名指和小指向手心弯曲，轻轻地贴着出口管部分，用其余三指控制活塞的转动。注意不要向外用力，以免推出活塞造成漏液，应使活塞稍有一点向手心的回力（实验图2-5a）。
- 使用碱式滴定管时，仍以左手握滴定管，其拇指在前、示指在后，其他三指辅助夹住出口管，用拇指和示指捏住玻璃珠所在部位，向右边挤压橡皮管，使玻璃珠移至手心一侧，这样使溶液可从玻璃珠旁边的空隙流出（实验图2-5b）。注意不要用力捏玻璃珠，也不要使玻璃珠上下移动，更不要捏玻璃珠下部的橡皮管，以免空气进入而形成气泡，影响体积的准确性。



实验图2-5 (a) 酸式滴定管操作 (b) 碱式滴定管操作

➤ 滴定操作

- 被测物质溶液一般装在锥形瓶中（必要时也可装在烧杯中），滴定管下端伸入瓶中1~2cm，左手按前述方法操作滴定管，右手的拇指、食指和中指拿住锥形瓶颈，沿同一方向按圆周摇动锥形瓶，不要前后或上下振动。边滴边摇，两手协同配合（实验图2-6），开始滴定时，被测溶液无明显变化，液滴流出的速度可以快一些，但必须成滴而不能呈线状流出，滴定速度一般控制在3~4滴/秒。



实验图2-6 滴定操作示意图



➤ 滴定操作

- 当接近终点时，颜色变化较慢，这时应逐滴加入，每加1滴即将溶液摇匀，观察颜色变化情况，再决定是否还要滴加溶液。
- 最后应控制液滴悬而不落（这时加入的是半滴溶液），用锥形瓶内壁把液滴碰靠下来，用洗瓶的纯化水吹洗锥形瓶内壁（应控制用水量不能太多），摇匀。如此重复操作直至颜色变化至指定颜色且30秒不褪色（或不变色），此时即为滴定终点。
- 到达滴定终点并读数后，滴定管内剩余的溶液应弃去，不要倒回原瓶中（若是继续使用同种滴定液，则续加即可）。
- 滴定管用完之后用自来水冲洗数次，倒立夹在滴定管架上。



➤ 滴定管使用的注意事项

- 酸式滴定管的玻璃活塞与滴定管是配套的，不能任意更换。
- 碱性滴定液不宜使用酸式滴定管，因碱性滴定液常腐蚀玻璃，使玻塞与玻孔黏合，以至于难以转动；其余的滴定液大都可用酸式滴定管，如果碱性滴定液浓度不大、使用时间不长，用毕后立即用水冲洗，亦可使用酸式滴定管；如果是聚四氟乙烯材质作活塞的酸式滴定管，则可装碱性滴定液。
- 在装满滴定液放至“0”刻度后，静置1~2分钟后，记录读数，然后开始滴定；滴定至终点后，也须等1~2分钟，使附着在内壁的滴定液流下来以后再读数，如果滴定放出滴定液速度很慢时，等半分钟后读数亦可，“终读”也至少读2次。“初读”与“终读”应用同一标准，读数时，视线、刻度、液面的弯月面最低点应在同一水平线上。
- 酸式滴定管长期不用时，活塞部分应垫上纸，否则时间一久，塞子不易打开；碱式滴定管长期不用，胶管应拔下，蘸些滑石粉保存。



2.容量瓶 容量瓶是主要用于准确地配制一定浓度的溶液的测量容器。

(1) 容量瓶的形状与规格

- 一种细长颈、梨形的平底玻璃瓶，配有磨口塞（或者塑料塞），塞与瓶应编号配套或用绳子相连接，以免配错，细长的瓶颈上刻有环状标线，当瓶内液体在指定温度下达到标线处时，其体积即为瓶上所注明的容积数。
- 常用的容量瓶有5、10、25、50、100、250、500、1000和2000ml等多种规格。
- 容量瓶有无色、棕色两种，配制见光易氧化变质的物质应选用棕色瓶。



(2) 容量瓶使用方法

➤ 检漏

- 容量瓶洗涤之前先检漏，检查瓶塞处是否漏水。
- 在容量瓶内装入约1/2瓶水，塞紧瓶塞，用右手食指顶住瓶塞，左手五指托住容量瓶底，将其倒立（瓶口朝下）2分钟，观察容量瓶是否漏水，若瓶塞周围无水漏出，则将瓶正立，并将瓶塞旋转180°后，再次倒立，检查是否漏水，若瓶塞周围仍无水漏出，即表明容量瓶不漏水。
- 经检查不漏水的容量瓶才能使用。

➤ 洗涤

- 检漏之后将容量瓶洗涤干净，容量瓶的洗涤程序与滴定管相同，如需洗液洗涤，小容量瓶可装满洗液浸泡一定时间；容量大的容量瓶则不必装满，注入约容量的1/3的洗液，塞紧瓶塞，摇动片刻，隔几分钟再摇动几次即可洗净。
- 若污渍严重，可倒入温热洗液浸泡一段时间。



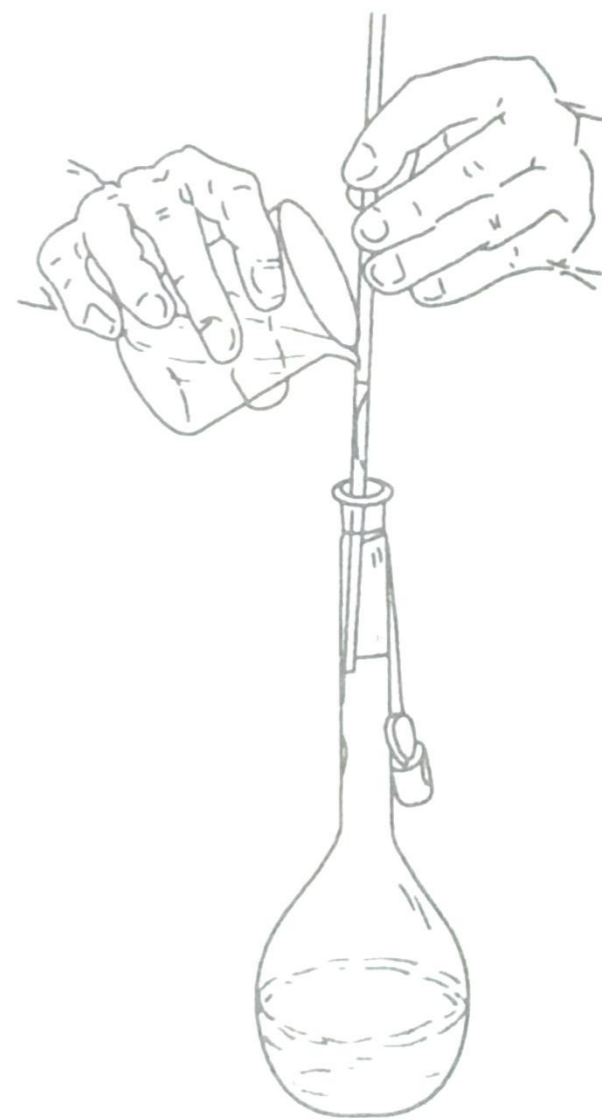
➤ 配制溶液

- 先将准确称量好的固体溶质放在烧杯中，用少量溶剂溶解，然后把溶液转移到容量瓶中。
- 为保证溶质能全部转移到容量瓶中，要用溶剂多次洗涤烧杯，并把洗涤溶液全部转移到容量瓶中。
- 转移时要用玻棒引流，方法是将玻棒一端靠在容量瓶颈内壁上（实验图2-7），注意不要让玻棒的其他部位触及容量瓶口，防止液体流到容量瓶外壁上。加入的溶液或溶剂至容量瓶的 $1/3 \sim 1/2$ 体积时，手持容量瓶颈部，平摇容量瓶几次，之后再继续向容量瓶内加溶液或溶剂。



➤ 配制溶液

- 向容量瓶加入的溶液或溶剂至液面离标线1cm左右时，应改用干净滴管小心滴加溶剂，必须注意弯月面最低处要恰好与瓶颈上的刻度相切，观察时眼睛位置也应与液面和刻度在同一水平面上，否则会引起测量体积不准确。若所加溶剂超过刻度线，则须重新配制。



实验图2-7 溶液转入容量瓶



➤ 摇匀

- 定容之后必须将容量瓶内的溶液混合均匀（实验图2-8），先盖紧瓶塞，然后将容量瓶一正一倒15~20次。摇匀、静置后，如果液面低于刻度线，是因为容量瓶内的少量溶液在瓶颈处润湿所损耗，并不影响所配制溶液的浓度，故不应往瓶内再添溶剂至标线，否则将使所配制的溶液浓度降低。



实验图2-8 容量瓶混合溶液操作



(3) 容量瓶使用的注意事项

- 容量瓶的容积是一定的，所以一种型号的容量瓶只能配制一定体积的溶液。在配制溶液前，先要弄清楚需要配制的溶液的体积，然后选用合适的容量瓶。
- 易溶解且不发热的物质可直接倒入容量瓶中溶解，但大多数物质不能直接在容量瓶中进行溶解，需将溶质在烧杯中溶解后转移到容量瓶中。
- 用于洗涤烧杯的溶剂总量与第一次溶解溶质的溶剂的量之和不能超过容量瓶的标线。



- 容量瓶不能进行加热，如果溶质在溶解过程中放热，也要待溶液在烧杯中冷却后再进行转移，因为一般的容量瓶的体积是在 20°C 温度时标定的，若将温度较高或较低的溶液注入容量瓶，容量瓶热胀冷缩，所量体积就会不准确，导致所配制的溶液浓度不准确。
- 容量瓶只能用于配制溶液，不能储存溶液，因为溶液可能会对瓶体进行腐蚀，从而使容量瓶的精度受到影响。配制好的溶液应及时倒入试剂瓶中保存，试剂瓶应先用待装的溶液润洗2~3次或烘干后使用。
- 容量瓶用毕应及时洗涤干净，塞上瓶塞，并在塞子与瓶口之间夹一条纸条，防止久置后瓶塞与瓶口粘连。



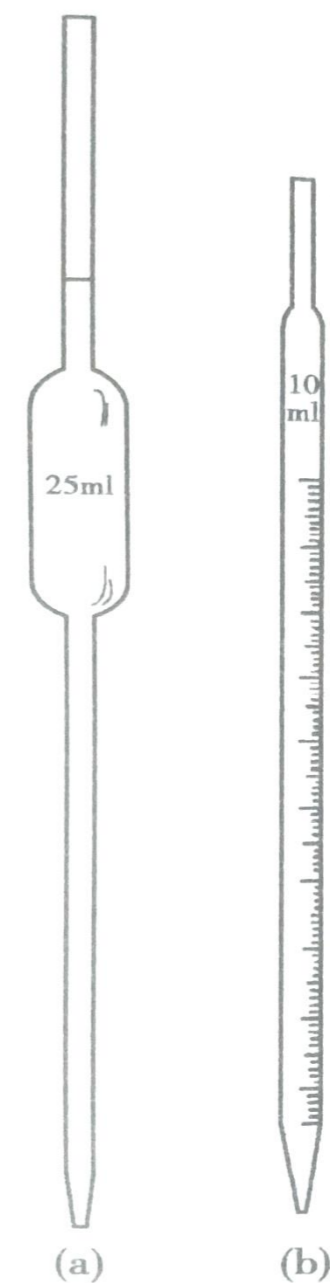
3.移液管 移液管又称吸量管，是精密转移一定体积的溶液的量器。

(1) 移液管的形状与规格

- 腹式吸管：玻璃管中部吹成圆柱形，圆柱形以上及以下为较细的管颈，下部的管颈拉尖，上部的管颈刻有一环状刻度，一般称为腹式吸管（实验图2-9a）。常用的规格有1、2、5、10、20、25和50ml等，这种移液管只能量取规定的某一体积。



- 刻度吸管：是一直形玻璃管，一端拉尖，管上标有很多刻度，又称为刻度吸管（实验图2-9b）。常用的规格有1、2、5、10和20ml等，这种移液管可以量取其在刻度范围内的任意体积。



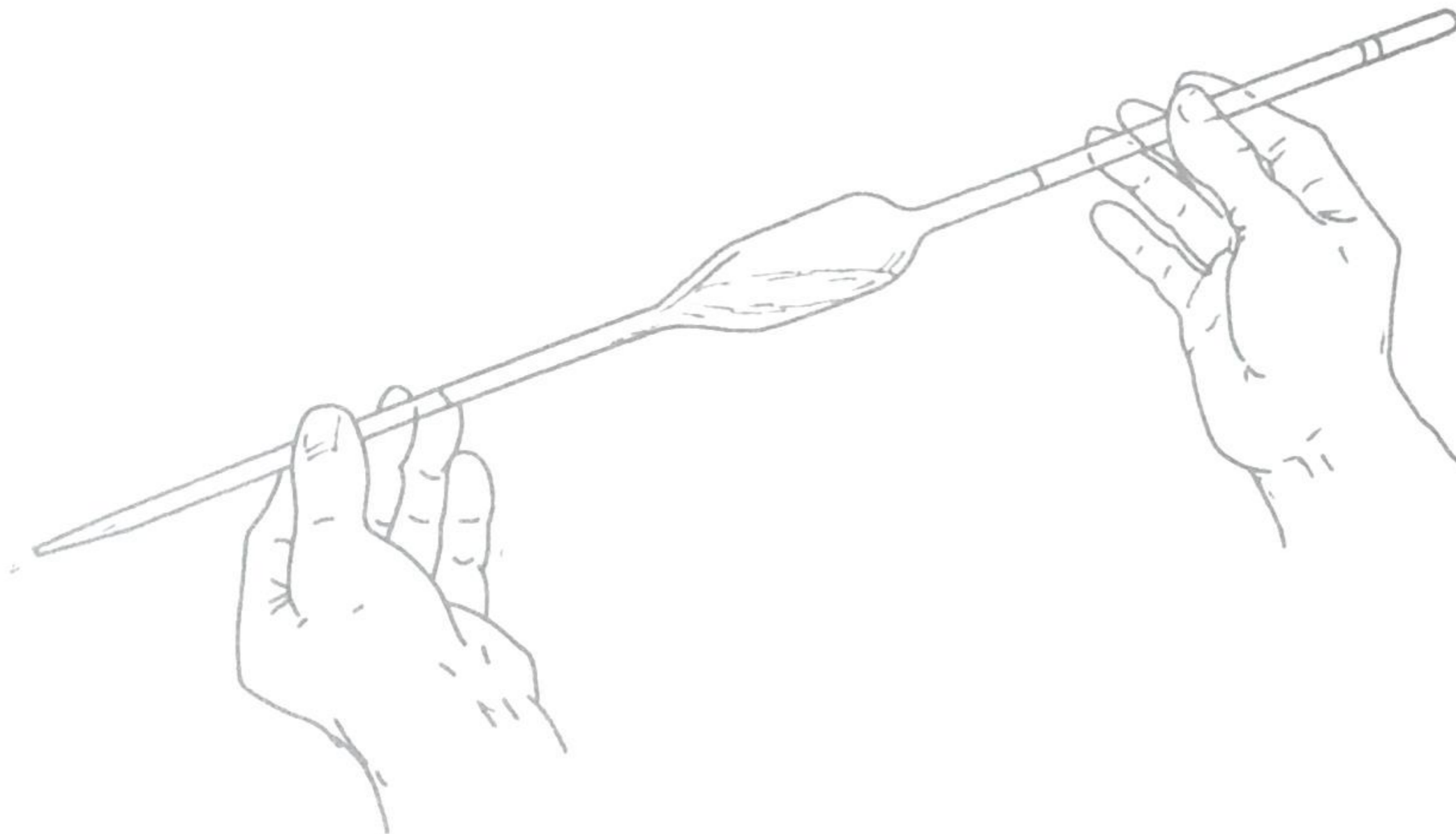
实验图2-9 移液管
(a) 腹式吸管 (b) 刻度吸管



(2) 移液管使用方法

➤ 洗涤

- 移液管的洗涤程序与滴定管相同，如果不洁净，可用铬酸洗液洗涤，先用洗耳球将洗液吸入移液管 $1/3 \sim 1/2$ 处，然后平握移液管，不断转动，直到洗液浸润全部内壁，然后将洗液放回原洗液瓶；如还是不能洗净，则把移液管放入装有洗液（或温热洗液）的玻璃槽或缸内浸泡一段时间。
- 洗液洗涤后用自来水冲洗多次，最后用纯化水润洗 $2 \sim 3$ 次。
- 移液管洗净后，在移取待移溶液之前，必须用待移溶液少许润洗3次（实验图2-10）。



实验图2-10 移液管的润洗



➤ 移液

- 先用滤纸条擦拭移液管的外壁，再以右手拇指及中指捏住管颈标线以上的地方，将移液管插入待移溶液液面下1~2cm，然后左手拿橡皮吸球（一般用60ml洗耳球），先将球内气体挤出，再轻轻将溶液吸上（实验图2-11a）。



实验图2-11 移液管转移
溶液 (a) 吸液

➤ 移液

- 眼睛注意正在上升的液面位置，移液管应随容器内液面下降而下降，当液面上升到刻度标线以上1~2cm时，迅速用右手示指堵住管口，取出移液管，用滤纸条拭干移液管下端外壁，将移液管移至洁净小烧杯的上方，并使与地面垂直（实验图2-11b），稍微松开右手示指，使液面缓缓下降，此时视线应平视标线，直到弯月面与标线相切，立即按紧示指，使液体不再流出，并使移液管出口尖端接触洁净小烧杯内壁，以碰去尖端外残留的溶液。



实验图2-11 移液管转移溶液 (b) 调液面



➤ 放液

- 将移液管迅速移入准备接收溶液的容器中，使其出口尖端接触容器壁，将接收溶液的容器微倾斜，并使移液管直立，然后放松右手食指，使溶液顺壁流下（实验图2-11c）。待溶液流出后，一般仍将管尖紧靠容器内壁等待15秒后移开，此时移液管尖端仍残留有1滴溶液，不可吹出；如果移液管上标有“吹”字，则应将管内剩余的1滴溶液吹出。



实验图2-11 移液管转移溶液 (c) 放液



(3) 移液管使用的注意事项

- 移液管必须用橡皮吸球（洗耳球）吸取溶液，不可用嘴吸取。
- 需精密量取5、10、20、25和50ml等整数体积的溶液，应选用相应大小的移液管，不能用两个或多个移液管分取相加的方法来量取整数体积的溶液。
- 将移液管插入待移溶液中，不能太深也不能太浅，太深会使管外黏附溶液过多，太浅往往会产生空吸。
- 刻度吸管可以移取刻度内任意体积的液体，如10ml刻度吸管可以移取10、9和8ml等体积的液体，但选用刻度吸管时，要与所量取的液体体积相匹配。



(二) 滴定分析仪器的基本操作练习

1. 滴定管的基本操作练习

(1) 以酚酞为指示剂，用0.1mol/L氢氧化钠滴定液滴定盐酸溶液。

用0.1mol/L氢氧化钠滴定液润洗碱式滴定管，再装至超过“0”标线，赶去气泡，调好零点。用移液管移取20.00ml待测盐酸溶液于洗净的250ml锥形瓶中，加入2滴酚酞指示剂（变色区域为pH 8.0无色~10.0红色），用0.1mol/L氢氧化钠滴定液滴定至被测溶液由无色变为浅粉红色30秒内不褪色为终点。记录消耗的氢氧化钠滴定液的体积，读数准确至0.01ml。注意近终点时，氢氧化钠滴定液应逐滴加入，最后半滴半滴加入，滴定管靠在锥形瓶内壁上的氢氧化钠滴定液可用洗瓶中纯化水淋洗下去。平行测定3次，计算盐酸溶液的浓度。



(2) 以甲基橙为指示剂，用0.1mol/L盐酸滴定液滴定氢氧化钠溶液。

用0.1mol/L盐酸滴定液润洗酸式滴定管，再装至超过“0”标线，赶走气泡，调好零点。用移液管移取待测氢氧化钠溶液20.00ml，放入锥形瓶中，加1滴甲基橙指示剂（变色区域为pH 3.1红~4.4黄），用滴定管中的盐酸滴定液滴定至橙色，记录消耗的盐酸滴定液的体积。平行测定3次，计算氢氧化钠溶液的浓度。



2.容量瓶的基本操作练习

试漏→转移溶液（以水代替）→润洗烧杯→再次转移溶液→调液面（定容）→摇匀。

3.移液管的基本操作练习

- 20ml移液管：待装溶液润洗（以容量瓶中的水代替）→吸液→调液面→放液至锥形瓶。
- 10ml刻度吸管：待装溶液润洗（以容量瓶中的水代替）→吸液→调液面→放液至锥形瓶（可以1ml、1ml地将溶液放至锥形瓶，练习控制放液量）。



五、实验注意事项

1. 滴定管、容量瓶和移液管均不可用非专用毛刷或其他粗糙物品擦洗内壁，以免造成内壁划痕、容量不准。每次用毕应及时用自来水冲洗，倒挂，自然沥干。
2. 使用铬酸洗液时应注意安全，千万不要接触到皮肤和衣物。
3. 滴定管装溶液时，滴定液要直接从试剂瓶倒入滴定管内，不能经过其他容器转移，以免污染滴定液或影响滴定液的浓度。
4. 每次滴定完毕，必须等1~2分钟，待内壁溶液完全流下再读数，每次滴定的初读数和末读数必须由一人读取，以减少误差。
5. 容量瓶的磨口塞是配套的，不能随便调换，一般用橡皮筋或细绳把它系在瓶颈上，以防拿错或摔破。
6. 移液管一定要用橡皮吸球（洗耳球）吸取溶液，不可用嘴吸取；使用移液管时，一般右手拿移液管，左手拿洗耳球；吸液至适当位置时，应迅速用右手示指堵住管口，而不是拇指。



7. 吸取溶液后取出移液管，应先用滤纸条拭干移液管下端外壁，再将移液管内溶液放至“0”刻线，而不是先放至刻线再用滤纸条擦干。
8. 为得到准确的体积，使用移液管要注意液面调节，可微松示指使液面缓缓下降，这样能控制液面随需而停；眼睛视线与液面水平，液面最低点与刻线相切；溶液自然流出后，移液管尖应接触待装容器内壁停靠15秒。
9. 刻度吸管移取适量液体时，每次必须从“0”刻度开始放液。



六、实验数据记录与处理

1. 0.1mol/L氢氧化钠滴定液滴定盐酸溶液，计算盐酸浓度。

数据记录

年 月 日

实验次数		1	2	3
被测溶液HCl的体积 V (ml)		20.00	20.00	20.00
NaOH滴定液的体积 V (ml)	$V_{\text{末}}$			
	$V_{\text{初}}$			
	$V_{\text{消耗}}$			
C_{HCl}	(mol/L)			
—	C_{HCl} (mol/L)			



2. 0.1mol/L盐酸滴定液滴定氢氧化钠溶液，计算氢氧化钠浓度。

数据记录

年 月 日

实验次数		1	2	3
被测溶液NaOH的体积 V (ml)		20.00	20.00	20.00
HCl滴定液的体积 V (ml)	$V_{\text{末}}$			
	$V_{\text{初}}$			
	$V_{\text{消耗}}$			
c_{NaOH} (mol/L)				
\bar{c}_{NaOH} (mol/L)				



七、实验思考

1. 如果酸式滴定管出现凡士林堵塞管口，应如何处理？
2. 在滴定开始前和停止后，滴定管尖嘴外留有的液体各应如何处理？
3. 若用碱液滴定酸液，用甲基橙作指示剂，则滴定终点应如何确定？



药品

第三章 滴定分析基础知识

THANKS

谢谢观看