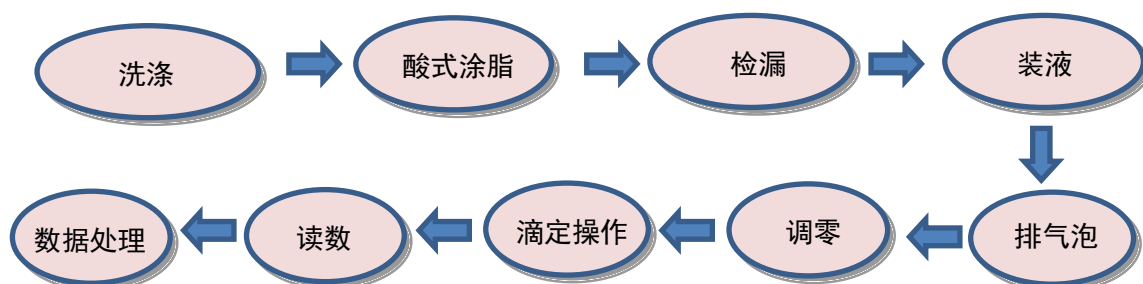


任务五 滴定管的操作



任务描述

滴定管的操作是分析检验人员必须熟练掌握的技能之一，同时，也为后面含量测定的学习奠定基础。通过讲解和观看视频了解滴定管的使用方法，并在教师的指导下学会滴定管的操作，然后对照滴定管操作的考核标准完成简单的酸碱滴定练习，初步学会滴定终点的判断。



任务要求

1. 会试漏、排气泡、读数等操作；
2. 能规范熟练地进行滴定操作；
3. 会初步判断滴定终点。



相关知识

一、滴定管的种类

滴定管是进行滴定分析时准确量度溶液体积的量器。常用的滴定管容积为 50mL 和 25mL，其最小刻度是 0.1mL，在最小刻度之间可估计读出 0.01mL。

滴定管可分为酸式和碱式两种。酸式滴定管下端有一玻璃旋塞，开启旋塞时，溶液即自管内滴出。酸式滴定管用来装酸性及氧化性溶液，但不宜装碱液，因玻璃塞易被碱性溶液腐蚀而粘住，以致无法转动。碱式滴定管下端用橡皮管连接一支玻璃管嘴，橡皮管内装一玻璃圆珠以代替活塞。用拇指和食指捏住玻璃圆珠处的橡皮管，可使之形成一窄缝而让溶液流出。碱式滴定管用来装碱性及无氧化性溶液，而不能装如碘、高锰酸钾、硝酸银溶液等能与橡皮管起作用的物质，橡皮管也不能用铬酸洗液浸洗。现在由于聚四氟乙烯活塞的使用，克服了普通酸式滴定管怕碱的缺点，使酸式滴定管可以酸碱通用，所以碱式滴定管的使用大为减少。

滴定管除无色的外，还有棕色的，用以装如高锰酸钾、硝酸银等见光易分解的溶液。



二、滴定管的使用

(一) 滴定管使用前的准备

新拿到一支滴定管，用前应先作一些初步检查，如酸式滴定管旋塞是否匹配，碱式滴定管的乳胶管孔径与玻璃珠大小是否合适，乳胶管是否有孔洞、裂纹或硬化，滴定管是否完好无损等。若不易操作或漏水，应予更换。初步检查合格后，进行下列准备工作。

1. 洗涤

当滴定管没有明显污染时，可直接用自来水冲洗或用细长的滴定管刷蘸洗涤剂刷洗，但不可用去污粉洗涤。当用洗涤剂洗不干净时，可用 10~15mL 铬酸洗液润洗。对酸式滴定管，先关闭活塞，倒入洗液后，一手拿住滴定管上端无刻度部分，另一手拿住活塞下端无刻度部分，边转动边向管口倾斜，使洗液布满全管，反复转动 2~3 次，然后打开活塞，将洗液放回原瓶中。对碱式滴定管，先取下乳胶管，倒夹于滴定台上并插入盛铬酸洗液的烧杯中，用洗耳球插在管口上反复吸取洗液进行洗涤，使用过的洗液回收到原盛洗液的试剂瓶中。

最后用自来水冲洗滴定管，随后用蒸馏水（每次 5~10mL）润洗三次即可使用。洗净的滴定管在水流去后内壁应均匀地润上一薄层水膜，若管壁内还挂有水珠，说明未洗干净，必须重洗。

2. 涂凡士林

酸式滴定管的旋塞必须涂脂，以防漏水和保证转动灵活。

涂脂时，如图 2-11a 所示取下旋塞栓，用清洁的布或滤纸将洗净的旋塞栓和栓管擦干。在旋塞栓粗端和栓管细端均匀地涂上一层脂，最常用的是凡士林。然后将旋塞栓小心地插入栓管中（注意不要转着插，以免将脂弄到栓孔使滴定管堵塞），向同一方向转动旋塞，如图 2-11b，直到全部透明。凡士林不可涂得

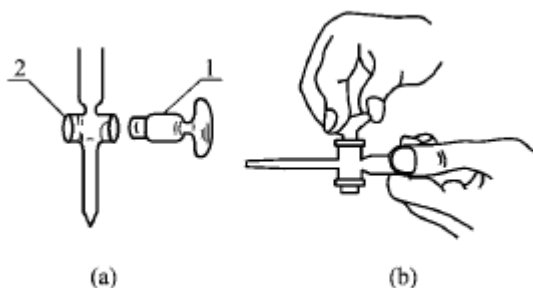


图 2-11 旋塞的涂脂

1-旋塞栓；2-旋塞栓管

太多，否则容易使滴定管的细孔堵塞，涂得过少则润滑不够，甚至会漏水。涂得好的旋塞应

基础化学电子教材

当透明，无纹路，旋转灵活。

为了防止旋塞栓从栓管中脱出，可用橡皮圈把旋塞栓系牢，或从橡皮管上剪下一小圈橡皮，套住旋塞末端。

3. 检漏

检查是否漏水的方法是将滴定管用自来水充满至“0”刻度线附近，然后夹在滴定管架上，用吸水纸将滴定管外壁擦干，静置 2min，用滤纸在旋塞周围和管尖处检查有无水渗出。然后将旋塞旋转 180°，再检查一次。如果漏水，必须重涂凡士林。

对碱式滴定管应检查是否漏水。如果漏水可调整下端橡皮管内玻璃圆珠的位置。如仍漏水，则需更换橡皮管或玻璃圆珠，再经试漏、洗净方可使用。

4. 装液

加入标准溶液前，先用蒸馏水荡洗滴定管 3 次，每次约 10mL。荡洗时，关闭旋塞，两手平端滴定管慢慢转动，使水流遍全管内壁然后放出。再用待装溶液润洗 3 次，润洗方法与用蒸馏水荡洗时相同。

润洗完毕，关好旋塞，左手拿滴定管，略有倾斜，右手拿住瓶子或烧杯等容器向滴定管中注入标准溶液。不要注入太快，以免产生气泡，待至液面到“0”刻度以上。用布擦净外壁。装入标准溶液时，应直接倒入，不得借助其他容器，以免标准溶液浓度改变或造成污染。

5. 排气泡

滴定管的出口管如未充满溶液而存在气泡，则必须将之除去。

对酸式滴定管，用右手拿住滴定管上部无刻度处，并使之倾斜 30°，左手迅速打开旋塞使溶液急速冲出管口而除去气泡。

对碱式滴定管，可将橡皮管向上弯曲，用两指挤压稍高于玻璃珠所在处，使溶液从管口喷出，气泡亦随之而排去，见图 2-12。

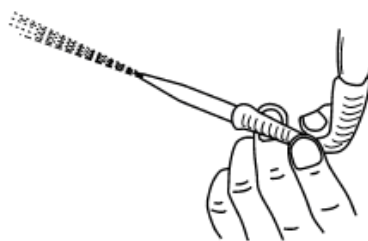


图 2-12 气泡的除去

排除气泡后，加入标准溶液至“0”刻度以上，等待 30s，再转动活塞，把液面调至 0.00 刻度处。

6. 滴定管的读数

用两个指头拿住滴定管上端无刻度处令其悬垂，或把滴定管垂直地夹在滴定管架上进行

读数。对无色溶液，读取弯月面下缘最低点，对有色溶液，则读取液面最上缘。眼睛和刻度应在同一水平上，如图 2-7a，读数必须读到小数点后两位。为了帮助读数，可用带色纸条围在滴定管外弧形液面下约一格处，当眼睛恰好看到纸条前、后边缘相重合时，在此位置上可较准确地读出弯月面所对应的体积刻度，如图 2-7b；也可采用黑白纸板作辅助，如图 2-7c，这样能更清晰地读出黑色弯月面所对应的滴定管读数。若滴定管带有白底蓝条，则调整眼睛和液面在同一水平面后，读取两尖端相交处的读数，如图 2-7d。

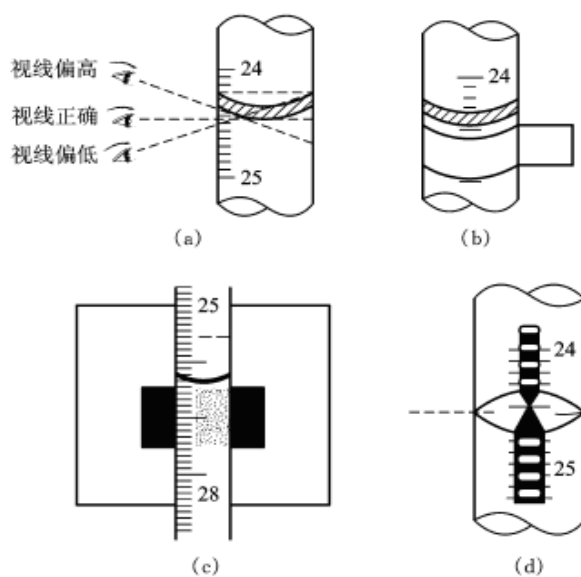


图 2-13 滴定管读数

- (a) 视线与液面的关系；(b) 用纸条带帮助读数；
(c) 使用黑白板读数；(d) 带蓝条滴定管的读数

滴定管刚装完溶液，或较快放出溶液时，应等待片刻，让附在管壁上的液体完全流下后再读数。

(二) 滴定操作

滴定时，应将滴定管垂直地夹在滴定管架上。滴定最好在锥形瓶中进行，必要时也可在烧杯中进行。

酸式滴定管的操作为：左手的拇指在管前，食指和中指在管后，手指略弯曲，轻轻向内扣住活塞，手心空握，以免活塞松动或可能顶出活塞使溶液从活塞隙缝中渗出，如图 2-8。右手的拇指、食指和中指拿住锥形瓶，使滴定管尖伸入瓶口下 1~2cm 处，边滴定边摇动锥形瓶，如图 2-9 所示，瓶底应向同一方向（顺时针）作圆周运动，不可前后振荡，以免溅出

溶液。滴定和摇动溶液要同时进行，不能脱节。滴定时转动活塞，控制溶液流出速度，要求做到①能逐滴放出；②只放出一滴；③使溶液成悬而未滴的状态，即练习加半滴溶液的技术。

碱式滴定管的操作：左手的拇指在前，食指在后，捏住胶管中玻璃珠所在部位稍上处，捏挤胶管是其与玻璃珠之间形成一条缝隙，溶液即可流出。但注意不能捏挤玻璃珠下方的胶管，否则空气进入而形成气泡。



图 2-14 活塞转动的姿势

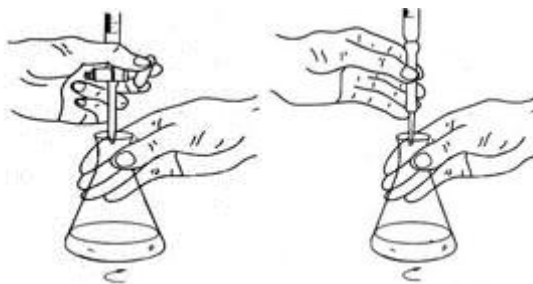


图 2-15 滴定姿势

滴定结束后，把滴定管中剩余的溶液倒掉，不能倒回原储液瓶中。依次用自来水和蒸馏水洗净，然后将滴定管的活塞全部打开倒立放置于滴定管架上。



任务实施

【仪器与试剂】

1. 仪器：50mL酸式滴定管、50mL碱式滴定管、洗耳球、锥形瓶、烧杯、玻璃棒
2. 试剂：凡士林、铬酸洗液、 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 溶液、 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH 溶液、甲基橙指示剂、酚酞指示剂、滤纸。

【操作步骤】

1. 滴定管的使用

练习滴定管的洗涤、检漏、涂凡士林，用自来水练习排气泡、读数及滴定速度控制，分别用锥形瓶和烧杯练习滴定过程中的两手配合操作。

2. 滴定终点练习

(1) 从碱式滴定管准确放出 20.00mL NaOH 溶液至一洁净的锥形瓶，加入 $1\sim 2\text{d}$ 甲基橙指示剂，摇匀，用准备好的 HCl 溶液滴定至溶液由黄色变为橙色为终点。平行滴定 3 次。

(2) 从酸式滴定管准确放出 20.00mL HCl 溶液至一洁净的锥形瓶，加入 $1\sim 2\text{d}$ 酚酞指示剂，摇匀，用准备好的 NaOH 溶液滴定至溶液由无变为浅红色为终点。平行滴定 3 次。

【技术提示】

- 1.滴定时操作要正确，“左手滴，右手摇，眼睛要把颜色瞧”。
- 2.开始滴定时，溶液的滴出速度可以稍快些，但也不能使溶液呈流水状放出，临近终点时，滴定速度要减慢，应1滴或半滴地加入。
- 3.滴定开始前，滴定管尖嘴外悬挂液滴的处理：靠在锥形瓶外壁。
- 4.滴定停止后，滴定管尖嘴外悬挂液滴的处理：靠在锥形瓶内壁。
- 5.临近终点时，半滴溶液的加入：滴定管尖悬挂半滴溶液，靠在锥形瓶内壁，并以洗瓶在锥形瓶内部由上向下转动冲洗。
- 6.滴定过程中要注意观察溶液颜色变化的规律。
- 7.平行测定中所加指示剂量应一致，以减少系统误差。

【数据记录】

- 1.以甲基橙为指示剂，用HCl溶液滴定NaOH溶液，结果如表2-10。

表 2-10 HCl 溶液滴定 NaOH 溶液

编号	1	2	3
$V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$			
HCl 初读数/mL			
HCl 终读数/mL			
V_{HCl}/mL			
$V_{\text{HCl}} / V_{\text{NaOH}}$			
$\overline{V_{\text{HCl}} / V_{\text{NaOH}}}$			
平均偏差			
相对平均偏差			

- 2.以酚酞为指示剂，用NaOH溶液滴定HCl溶液，结果如表2-11。

表 2-11 NaOH 溶液滴定 HCl 溶液

编号	1	2	3
V_{HCl}/mL			
NaOH 初读数/mL			
NaOH 终读数/mL			
$V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$			
$V_{\text{NaOH}}/V_{\text{HCl}}$			
$\overline{V_{\text{NaOH}} / V_{\text{HCl}}}$			
平均偏差			
相对平均偏差			

【考核标准】

考核标准见表2-12。

表 2-12 考核标准

考核项目	考核内容	分值	得分
滴定管洗涤	洗涤次序和润洗次数	2	
	待装溶液润洗	3	
	润洗滴定管时使用标准溶液不超过 10mL	2	
滴定管检漏、涂油	放置 2min	3	
	活塞旋转 180° 后再检查一次	2	
	涂抹凡士林正确	3	
装液	直接装入，未借助其他容器	5	
排气泡、调零	检查是否有气泡	2	
	排气泡方法正确	3	
	调“0”刻度前静置 30s	3	
	初始读数在“0”刻度附近	2	
滴定操作	滴定前管尖残液的处理	3	
	滴定操作规范，两手动作协调	5	
	滴定速度	3	
	未溅出溶液	2	
	近终点的半滴操作	5	
	终点判断	2	
读数	终点后滴定管尖无悬挂液、无气泡	3	
	读数前静置 30s	2	
	读数时滴定管垂直，视线水平	5	
数据记录及处理	读数正确	5	
	数据记录及时、真实、正确、整洁	5	
	有效数字正确	5	
	计算正确	5	
职业素质	精密度符合要求	5	
	穿实验服、文明操作	3	
	仪器及时清洗	5	
	节约药品	2	
	实验结束物品归位，台面整洁	5	