

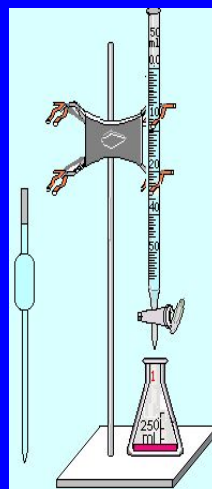
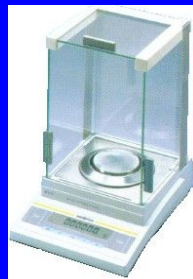
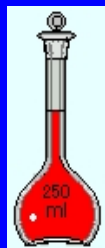


定量分析基本操作介绍

分析化学部分的实验内容，而分析化学是确定物质组成、结构及各组分在其中的含量的一门学科。

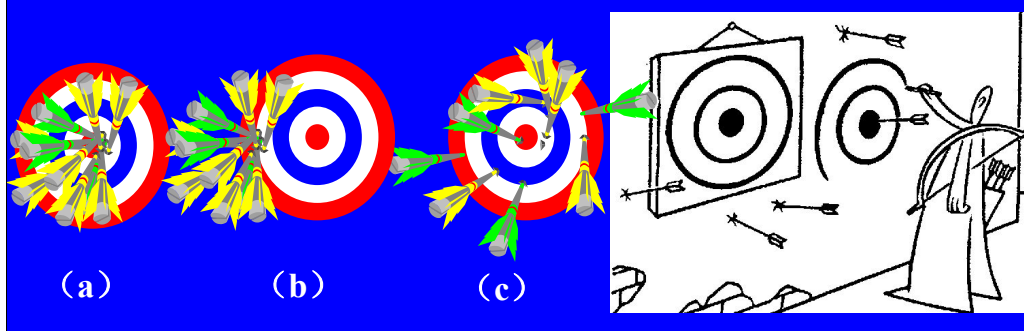
按其任务可分为定性分析、**定量分析**和结构分析。

特点——**量化**，特别强调“**量**”的概念。



为得到一个好的结果，要做到如下几点：

- ※ 必须正确和熟练地掌握实验的**基本操作**；
- ※ 正确地**记录**实验数据，注意“**有效数字**”的概念；
- ※ 正确地按照**数据处理**方法对实验结果进行运算、处理。分析误差产生的原因。



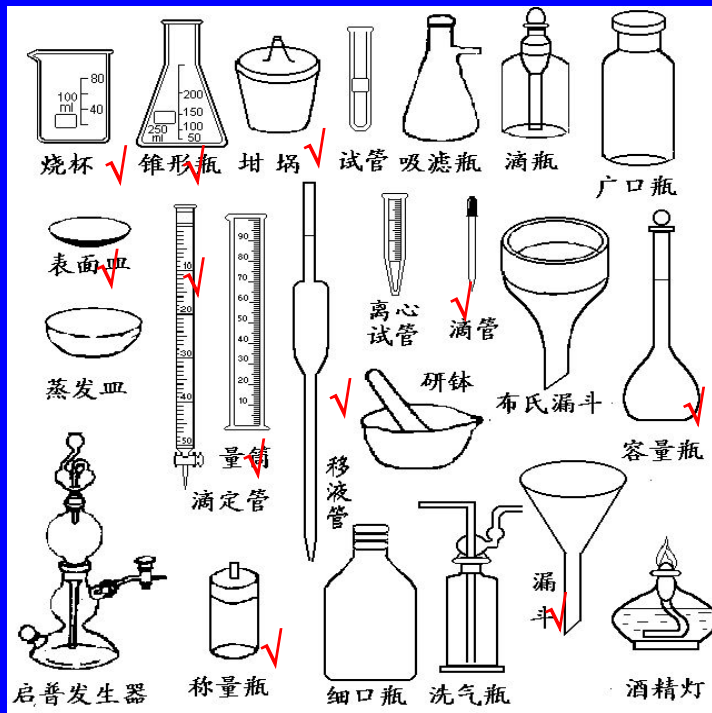
一、有关实验的基本操作

(一) 玻璃器皿及其洗涤

玻璃器皿分类：

- | | |
|----|-----------------------|
| 性能 | 可加热的，如各类烧杯、烧瓶、锥形瓶、试管等 |
| | 不宜加热的，如量筒、容量瓶、试剂瓶等 |
| 用途 | 容器类，烧杯、试剂瓶等 |
| | 量器类，如滴定管、移液管、容量瓶 |
| | 特殊用途类，如干燥器、漏斗 |

常用的玻璃器皿



玻璃仪器的洗涤：

洗净的标准：已洗净的仪器内外壁可以被水完全湿润，形成**均匀的水膜**，**不挂水珠**。

洗涤步骤：自来水→洗涤剂（去污粉、洗洁精、铬酸洗液）→自来水冲洗→纯净水润洗（→待装或待测的溶液润洗）

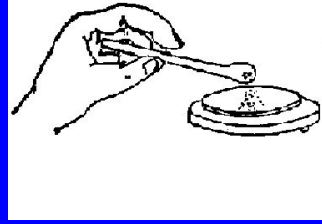
***注：**铬酸洗液是由浓硫酸与 $K_2Cr_2O_7$ 配制而成，具有强氧化性，可重复使用直至颜色变为绿色（ Cr^{3+} ）。

(二) 天平的称量

天平的称量方法:

①**直接称量法**: 又称增量法, 或指定质量法, 适用于称取不易吸水、在空气中较稳定的试样, 如金属、矿样、基准物质等。

直接称量法

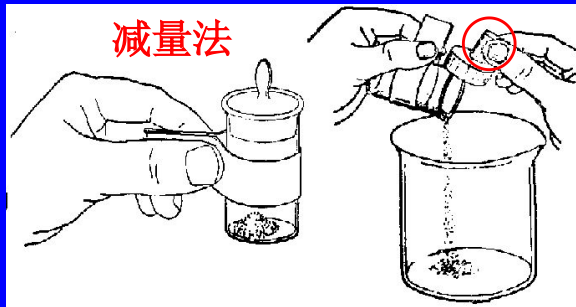


称量方法: (1) 取下天平罩, 叠好置天平旁 ⇒ (2) 检查天平内部是否干净、各部件是否正常 ⇒ (3) 检查天平是否**水平** ⇒ (4) 开机 ⇒ (5) **称量纸**放入天平称量盘上 ⇒ (6) 按“**O/T**”键, 扣零(**去皮**) ⇒ (7) **加样**(见上图), 直至显示屏显示出所需的质量数 ⇒ (8) 停止加样、关上天平门, 稳定后**记录**数据, 此时显示的数据便是实际所称的质量。 ⇒ (9) **结束工作*** (复原、签名)

②**减量法**: 也称差减法。此法适用于称取易吸水、易氧化或易与 CO_2 反应的物质。

称量方法: 将上法中称量纸改为**称量瓶**即可进行减量法称量, 只是最后显示的数字是**负值**。从称量瓶中倾出样品的的方法见下图。

减量法



称量步骤: (1) 取下天平罩, 叠好置天平旁 ⇒ (2) 检查 ⇒ (3) 开机 ⇒ (4) 放入**称量瓶** ⇒ (5) 扣零 ⇒ (6) **差减称量** ⇒ (7) **结束工作*** (复原、签名)

(三) 容量器皿及其基本操作

1. 滴定管及其使用

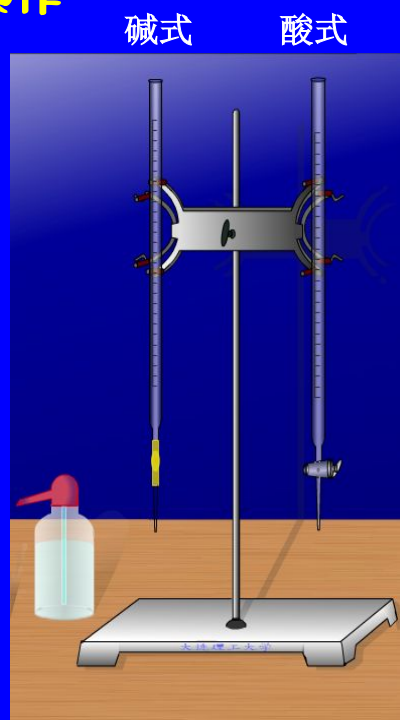
滴定管是在滴定过程中，用于准确测量溶液体积的一类玻璃量器。

一般分成酸式和碱式两种。

酸式滴定管适于装盛酸性或氧化性的溶液；

碱式滴定管用于装盛碱性溶液，不能用来放置能与橡皮起作用的溶液。

另有一种以聚四氟乙烯塑料作活塞的新型滴定管，因其耐酸耐碱又耐腐蚀，可以放置几乎所有的分析试剂。

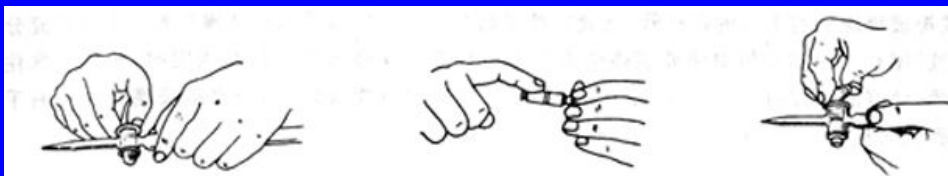


操作步骤：检漏⇒洗涤（自来水、蒸馏水、待装液）
⇒装液⇒赶气泡⇒初读（准确至0.01 mL）⇒滴定⇒终读

注意点

1) 检漏

酸式滴定管的处理：



(a) 擦干活塞窝

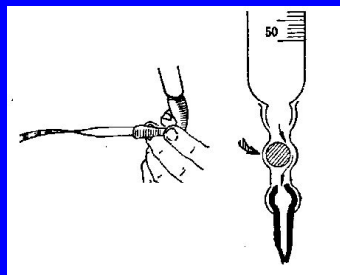
(b) 活塞涂凡士林

(c) 旋转活塞至透明

注意点

- 2) 洗涤至不挂水珠；蒸馏水、待装液润洗。
- 3) 装液时直接从原瓶中装入至滴定管中；零刻度上方；
- 4) 赶气泡。

碱式滴定管赶气泡：



注意点

5) 读数

读数方法：取下；垂直；视线应与所读的液面处于同一水平面上。

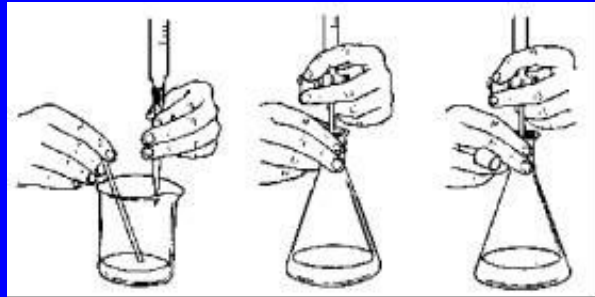
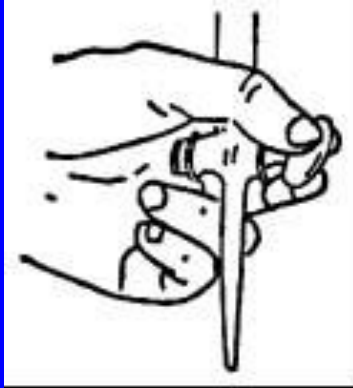
对无色(或浅色)溶液应读取溶液**弯月面**最低点处所对应的刻度，而对看不清弯月面的深色溶液,可读液面两侧的**最高点**处。



注意点:

6) 滴定操作

酸管的滴定姿势



烧杯内
滴定

锥形瓶
内滴定

碘量瓶
内滴定

碱管：滴定时手的用力点在玻璃珠**中心偏上**。

注意点:

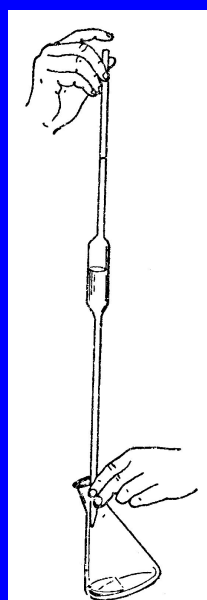
7) 第二次滴定时必须将溶液重新加至零刻度附近。**为什么?**

2. 移液管及其使用

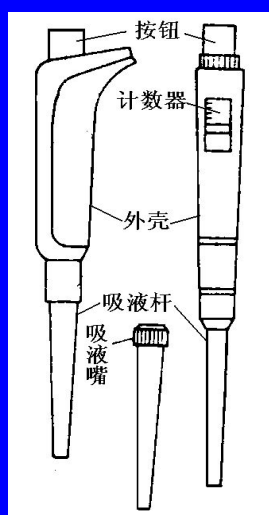
移液管是用来准确量取一定体积液体的仪器，分为“胖肚移液管”和“刻度移液管”

微量移液器

操作步骤：检查有无破损 ⇒ 洗涤（自来水、蒸馏水、待移液）⇒ 量液 ⇒ 放液



固定式



可调式

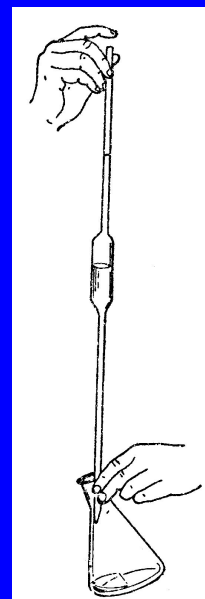
微量移液器

注意点

1) 取液：吸至刻度线上方；移液管竖直、下靠；下面器面倾斜约 45° ；

2) 放液：移液管竖直、下靠、停10s、转 360° ；

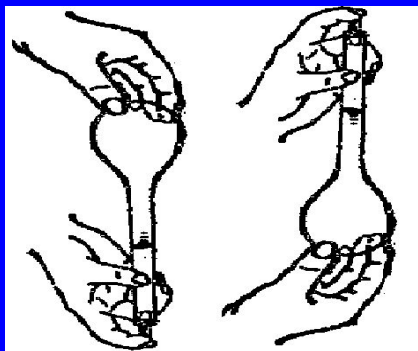
受液器面倾斜约 45°



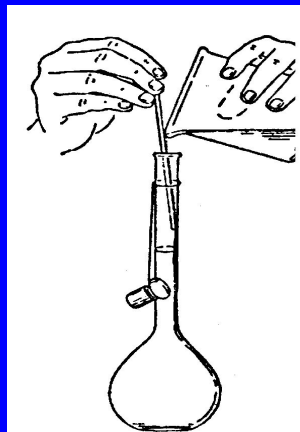
3. 容量瓶及其使用

容量瓶是一种主要用来配制标准溶液或稀释溶液到一定体积的量器。

操作步骤：检漏 \Rightarrow 洗涤（自来水、蒸馏水） \Rightarrow 定量转移 \Rightarrow 定容 \Rightarrow 摇匀



拿容量瓶的方法



定量转移操作

实验一 有机酸相对分子量的测定

一、实验目的

- 1. 定量分析规范操作的训练；
- 2. 掌握滴定管、容量瓶、移液管和分析天平的规范操作；
- 3. 酸碱溶液的配制和标定。
- 4. 掌握酸碱滴定的相关操作（滴定管使用、终点观察等）。

二、实验原理

铵盐 NH_4Cl 和 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 是常用的无机化肥，可用酸碱滴定法测定其含量。

由 NH_4^+ 的酸性较弱($K_a=5.6\times 10^{-10}$)，不能用碱直接滴定，因此生产和实验室中广泛采用甲醛法测定铵盐中的含氮量。加入甲醛定量生成六次甲基四胺盐和 H^+ ，该盐的 $K_a=10^{-5.14}$ ，可直接滴定。



实验原理

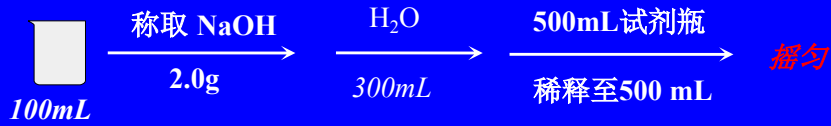
- 根据定量关系，4份样品将产生3份质子和1份质子化的盐，要消耗4份 NaOH ，相当于1:1。
- 由此可得计算公式为：

$$N\% = \frac{C_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} \times M_N}{W} \times 100$$

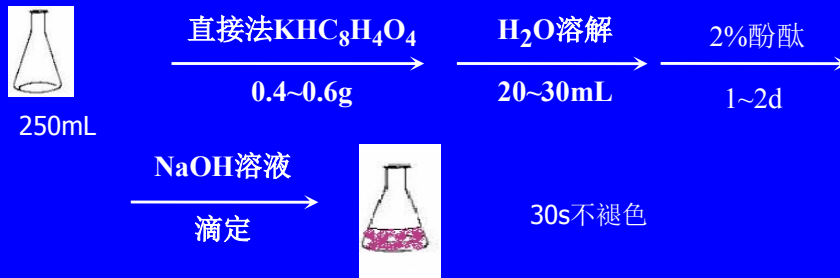
- 根据有效数字的要求， M_N 应取14.01。

三、实验步骤

1. $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH 溶液的配制



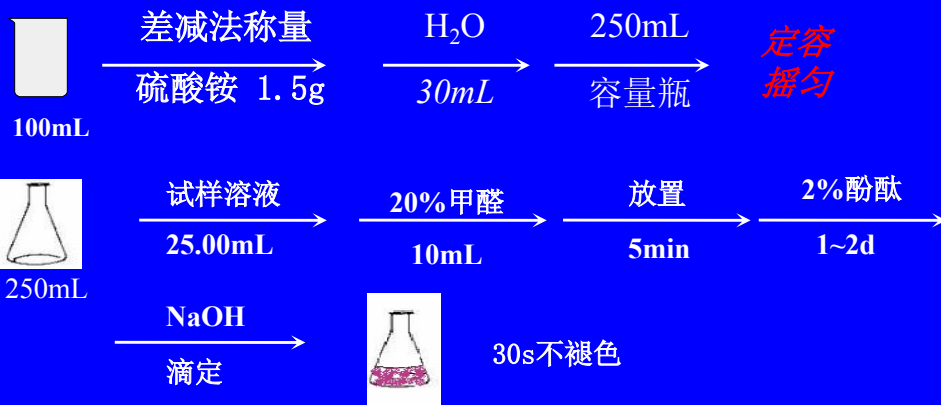
2. $0.1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NaOH 溶液的标定



平行3次，由滴定剂体积计算氢氧化钠浓度。

实验步骤

3. 样品的测定



平行3次，由滴定剂体积计算样品的含氮量。

四、注意事项：

1. 因是酸碱滴定，凡体系中会引入或能产生酸或碱的物质或因素都将带来误差，必须予以处理。甲醛中含有的少量被氧化而生成的 *甲酸* 需预先中和，样品中可能含有少量的 *游离酸*，也需预先中和。

2. 如果试样不均匀，可考虑多称样品，溶解后定容100或250mL，再取25.00mL测定。

示 例

实验数据记录和计算（表格）

0.1mol/L NaOH标准溶液的配制与标定

	1	2	3
m(邻苯二甲酸氢钾)/g			
V(NaOH)/mL			
c(NaOH)/mol/L			
c(NaOH)平均值/mol/L			
相对平均偏差(%)			

实验室安全知识
下周考核
请同学们做好准备