



实验二 基本操作训练

1. 分析天平的使用
2. 碱标准溶液的配制
3. 酸碱滴定管的准备





一. 分析天平的使用

天平是进行化学实验不可缺少的重要称量仪器，由于对称量准确度的要求不同，需要使用不同类型的天平进行称量。常用的天平种类很多，如托盘天平、普通天平、电光天平、电子天平等。现在的实验室通常采用不同精度的电子天平称量。



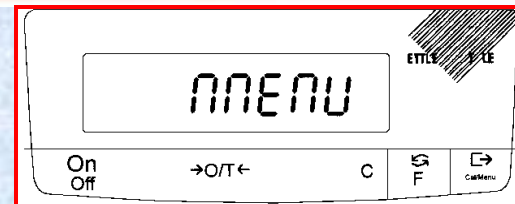
1.工作原理：用现代电子控制技术进行称量的天平称为电子天平。其称量原理是电磁力平衡原理。通过传感器检测位移信号，以数字方式显示称物的重量。

简单、直观、准确



2. 分析天平的称量方法：

直接称量法 此法用于直接称量物体的质量，如容量器皿校正中：称量锥形瓶或小烧杯的质量；重量分析法中：称量瓷坩埚等的质量。 ★干燥 室温



固定质量称量法 此法用于称取某一固定质量的试剂。要求被称物在空气中稳定、不吸潮、不吸湿，试样为粉末状、丝状或片状，如金属、矿石等。

例：称取0.5000 g某铁矿试样（粉状）

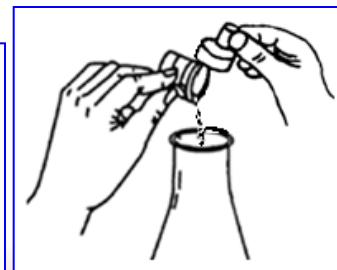
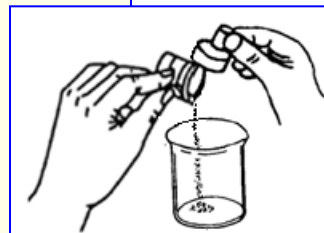
技术要求较高：右手拿药勺，左手轻碰右手小臂，让样品粉末慢慢掉下至所需质量



差减称量法（或去零法）： 用于称量一定质量范围的试样。
主要针对易吸潮、易氧化或易与 CO_2 反应的物质。需用称量瓶

具体操作如下： 用纸条从干燥器中取出装有样品的称量瓶放在干净的表面皿或桌面上。称量时用纸条套在称量瓶上，轻放在已进入称量模式的称盘中央，称得重量为 $W_1\text{g}$ ；然后取出称量瓶，用小纸片夹住瓶盖打开，将称量瓶倾斜于锥形瓶上方，用瓶盖轻敲瓶口上部，使试样通过振动慢慢落入锥形瓶中。

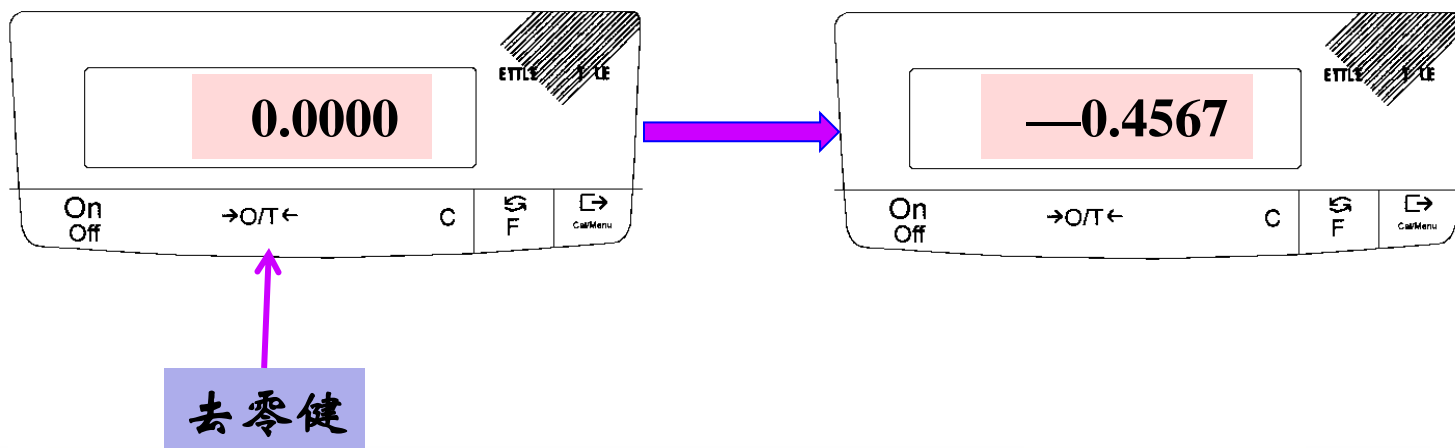
当倾出的试样接近所需的重量时，再用瓶盖轻敲瓶口上部并慢慢地将瓶抬起，使粘在瓶口的试样落入锥形瓶内或掉入称量瓶内，然后轻盖上瓶盖，放回称盘中央，称得重量为 W_2 ，两次重量之差 $\Delta W = W_2 - W_1$ ，就是试样的重量。用同样的方法可称取第二份、第三份试样。





或去零法：

将装有样品的称量瓶放在已进入称量模式的称盘中央，等数据稳定后按去零键，显示**0.0000**；然后取出称量瓶，用上述方法敲样，等数据显示的**负值数**符合需要的值时，记下数据即完成一次称量。若要再称第二次，只需将前次数值再去零，重复操作即可，以此类推。





3. 称量的准备工作

★ 由实验准备室做

天平的准备：天平要放置水平（可观察后边水平仪。如水平仪水泡偏移，需调整水平调节脚。使水泡位于水平仪中心。）。使用前先开启天平，让其稳定半小时以上，然后进行校准，完毕后即可称量。



水平仪

称量瓶的准备：称量瓶是用于称取试样及基准试剂的容器，它是带有磨口塞的小玻璃瓶，重量较轻便于在天平上称量，并能防止样品吸收空气中的水分和二氧化碳。称量瓶盛放样品或基准试剂前需先行洗净并干燥。为了防止灰尘引入，称量瓶应放在盖有表面皿并用玻璃耳环架空的烧杯中，在烘箱中 $105 \sim 110^{\circ}\text{C}$ 干燥 $0.5 \sim 1\text{ h}$ 。干燥好的称量瓶不能用手直接拿取，以免沾污，并应放在干燥器中保存。

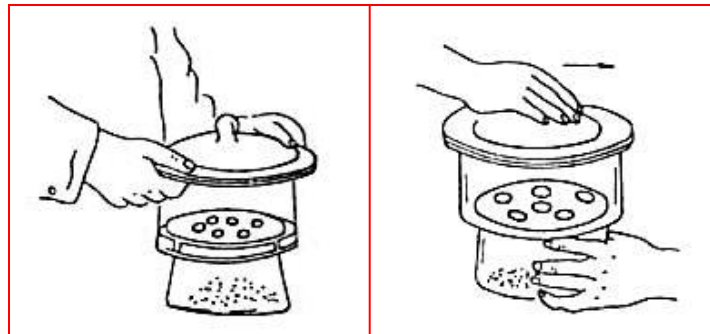




干燥器的准备和使用:

干燥器是一种具有磨口盖子的硬质玻璃器皿，底部装有干燥剂如变色硅胶等。它的磨口边缘涂有一层薄的凡士林，使之能与盖子密合。干燥器有常压干燥器和真空干燥器两种，真空干燥器干燥快速。棕色干燥器适用于保存见光易分解的试剂或样品。

搬动干燥器时，应用双手大拇指按紧盖子，以防滑落。开启干燥器时，用左手按住干燥器的下部，右手握住盖子的圆顶，向边缘推开。加盖时也应手握盖上圆顶慢慢推上。放入温热的坩埚或称量瓶时，要先将盖留一缝隙，稍等几分钟再盖严。





4. 称量的注意事项

★ 爱护天平，正确使用

- 1) 称量前先检查天平是否处于水平。天平内如有灰尘，应用软毛刷轻轻扫净。
- 2) 为称量准确，称量瓶须用洁净纸条裹取并放在干净的表面皿上。
- 3) 天平的顶窗在称量时不得随意打开，称量过程中取放物体，只能打开天平的左右两边侧门，并在称量过程中随时关闭。
- 4) 若不小心将样品撒落在天平盘上或箱内时，必须立即清除干净。
- 5) 称量物体必须与天平室内温度一致，不得把热的或过冷的物体放入天平内称量，以免数字不定，影响准确称量。
- 6) 称量完毕，应及时关闭天平，检查称量瓶是否从天平盘上取出。
- 7) 称量的数据应及时记在预习报告本上，记录数据要实事求是，不能任意涂改，称量结束，数据由指导老师签字认可。



5. 思考题

运用减量法或去零法称取样品，为什么不必称出称量瓶的准确质量？



6. 分析天平的称量操作 (内容1)

按照天平的使用规则和称量要求, 用差减法称取下次标定用的基准物三份, 0.4~0.5克/份, 准确记录, 让老师签字。

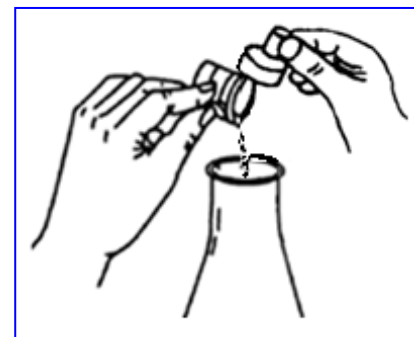
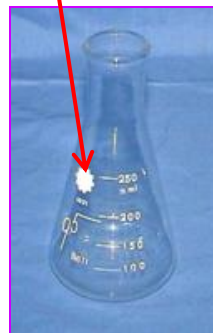
注意: 序号、准确记录、有效数字位数

称量记录 (示例)

锥形瓶编号	1	2	3
样品名称	邻苯二甲酸氢钾		
试样的质量m/g	0.4215	0.4735	0.4450

注意: 数据记录要竖式排列!

标记序号





二. 碱标准溶液的配制

标准溶液是已知准确浓度的溶液，常用作滴定剂，用摩尔浓度表示。标准溶液的浓度准确与否，直接影响分析结果的准确度。

根据试剂的性质，标准溶液的配制可以采用直接法和间接法，大多数标准溶液用间接法配制，**即先配成接近所需浓度的溶液，再用基准试剂或已知准确浓度的标准溶液来标定它的准确浓度。**

酸碱滴定中常用盐酸和氢氧化钠溶液作为标准溶液，但由于浓盐酸容易挥发，氢氧化钠易吸收空气中的水分和 CO_2 ，不符合直接法配制的要求，只能用间接法配制。



配NaOH
用橡皮塞



实验内容2

NaOH标准溶液的配制:

0.1 mol L^{-1} 500mL

烧杯
锥形瓶

用大量筒量取!

? 精确

计算配制所需体积 ? mL的 0.1 mol L^{-1} NaOH溶液需要称多少克的NaOH固体。 ? 精确

将洁净的小烧杯放在台秤上，称取一定质量的NaOH固体后，先用少量去离子水溶解，再转入无色试剂瓶中，加去离子水稀释至所需体积，摇匀，用橡皮塞塞好瓶口，贴上标签，入柜备用。



★ 若NaOH颗粒不小心粘到手上
及时用水冲洗





思考题

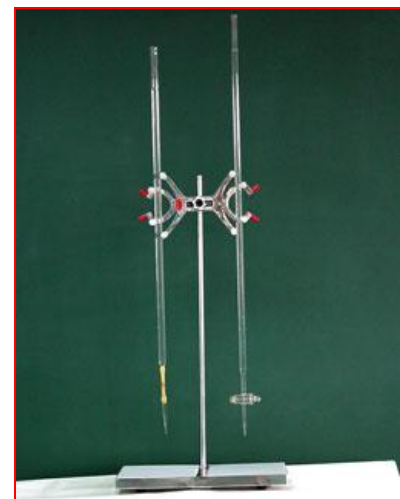
- 1、称取NaOH固体时，是否需要准确的量？多了或少了是否会影响？
- 2、称量NaOH固体时，会发现固体有粘连，是何原因？



三. 酸碱式滴定管的准备

实验内容3

滴定管是滴定时可准确测量滴定剂体积的玻璃量器。主要有**酸式滴定管**（用来盛放酸性溶液或氧化性溶液）和**碱式滴定管**（用来盛放碱性溶液或还原性溶液）。常量滴定管中常用的是**50 mL**和**25 mL**的滴定管，分度值为0.1 mL，读数可估读到0.01 mL，在化学分析中使用的主要是这类滴定管。



酸式滴定管不能盛放碱性溶液，因磨口玻璃塞会被碱性溶液腐蚀，放置久了会粘住；而碱式滴定管也不能盛放氧化性的溶液，如 KMnO_4 、 I_2 等，以免与橡皮管作用。



1、碱式滴定管的洗涤

拔去乳胶管和滴头，洗涤滴定管：无油污的滴定管，可直接用自来水刷洗，若有油污，可先用滴定管刷蘸少量去污粉刷洗，然后用自来水冲洗干净，再用去离子水洗三次，直至滴定管的内壁完全被水均匀润湿不挂水珠。最后再冲洗滴头。

2、配套：碱式滴定管应选择大小合适的玻璃珠和乳胶管（如乳胶管老化则需要调换新的），并检查滴定管是否漏水，液滴是否灵活控制，如不合要求则需重新装配。

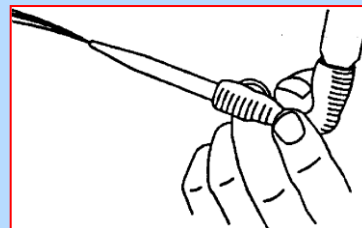


3、检查漏水：在滴定管内装入去离子水至“0”刻度以上，把滴定管垂直夹在滴定管架上约2 min，观察活塞两端是否有水渗出，（如漏水，说明珠子太小，需更换），无漏水现象即可使用。



4、赶气泡（滴管中间的气泡，而不是管尖的气泡）

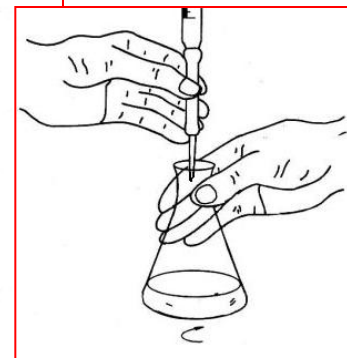
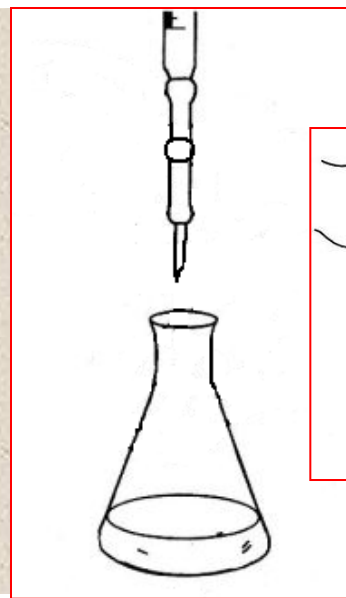
碱式滴定管可将橡皮管向上弯曲，并用力捏挤玻璃珠所在乳胶管处，使溶液从尖嘴处喷出，即可排除气泡。



5、滴定操作练习

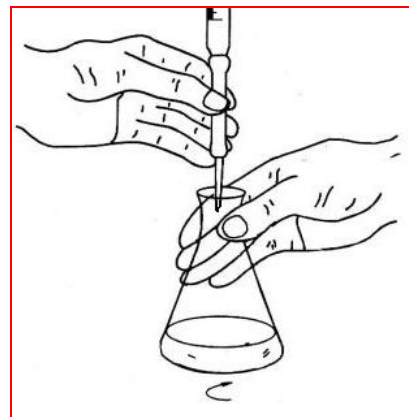
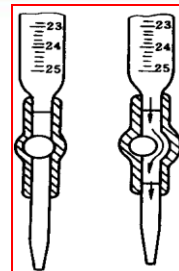
滴定一般在锥形瓶中进行，必要时也可在烧杯中进行。

放置时注意调节滴定管的高度，在锥形瓶上方1 cm左右，并在滴定时使滴定管的下端伸入提起的锥形瓶口内1 cm左右。





使用碱式滴定管时，左手拇指在前，食指在后，捏住橡皮管中的**玻璃珠所在部位乳胶管稍上处**，捏挤乳胶管，注意挤捏玻璃珠的力度要适中，使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乳胶管，否则，在放开手时会有空气进入而形成气泡。**同时右手自然抓住锥形瓶并不停轻摇锥形瓶作圆周摇动。**



操作规范示意

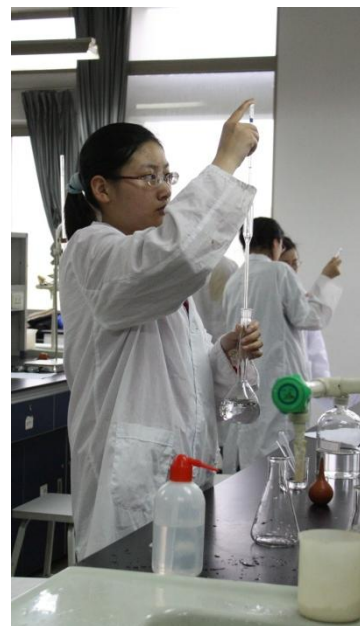
为了在滴定时能控制溶液放出的量，要做到：**(1) 滴下一滴溶液即能停止放液；(2) 使半滴溶液悬在滴定管尖上而不掉下。**

滴定结束后，滴定管中剩余的溶液应弃去，不得将其倒回原瓶，随即洗净滴定管，并用去离子水充满全管或倒置备用。



补充内容

一、容量瓶和移液管的相对校正





在实际工作中，容量瓶和移液管常需要配合使用。因此，重要的不是要知道所用容量瓶的绝对容积，而是容量瓶与移液管的容积比例是否正常。

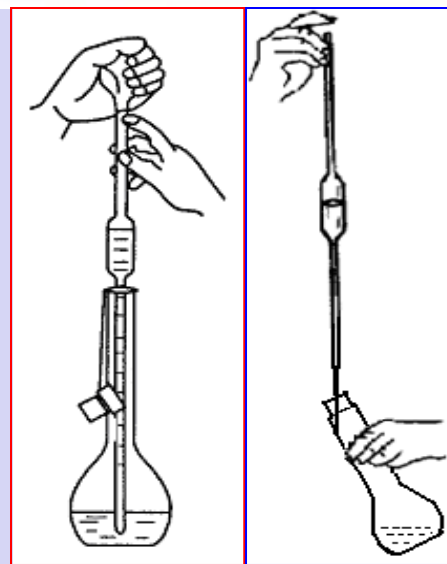
例如：250 mL的容量瓶的容积应为25 mL移液管所放出的体积的10倍。

这种用一个已校准的容器间接校准另一个容器的方法称为**相对校正法**。

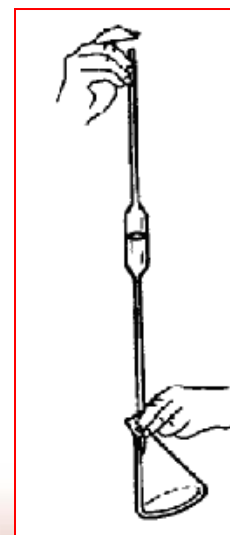
对初学者，主要是由于不能正确的使用这些仪器而引入较大的误差。本实验的目的也在于使初学者能正确、熟练地掌握容量瓶和移液管的操作技术。



移液管的操作：用滤纸将管尖内外的水吸尽。移液时，**右手大拇指和中指**拿住管颈标线上方，管子下端插入溶液中1~2 cm。**左手拿洗耳球**，将溶液慢慢吸入管内。当液面升高到刻度以上时，移去洗耳球，立即**用右手的食指堵住管口**，将移液管离开液面，盛液器皿倾斜，将管的**末端靠在盛液器皿的内壁上**，略为放松食指使液面缓慢下降，直到视线平视时溶液的弯月面与标线相切，立即用食指压紧管口。



取出移液管，放入承接溶液的器皿中，管的末端靠在器皿内壁上，并将**移液管垂直**，承接的器皿稍倾斜约**30°**，然后松开食指让溶液自然地全部沿器皿壁流下，待溶液下降到管尖后，应**停留10~15 s**左右，再转动几圈后才能取出移液管。



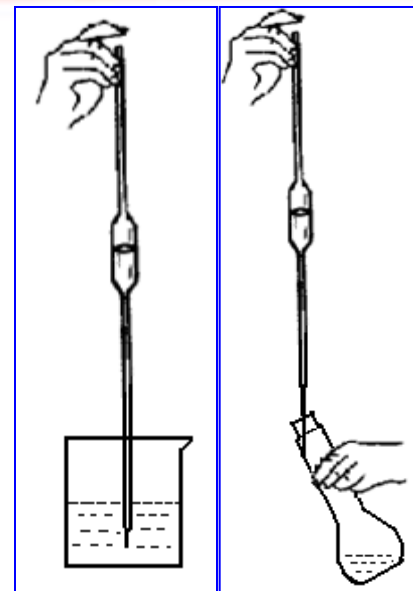
不能将最后一滴吹入接受瓶！



操作步骤:

1. 预先准备好干净、干燥的250 mL容量瓶,
2. 预先准备好干净的25 mL移液管, 并用滤纸将管尖内外的水吸尽,
3. 用移液管准确移取10次蒸馏水于干燥的容量瓶中 (操作时切勿让水碰到容量瓶的磨口处)

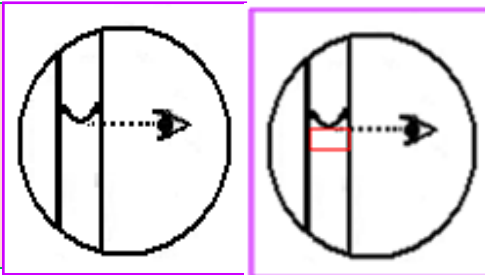
——注意规范操作



仔细观察凹液面是否与容量瓶原标线一致。

如不一致贴一条透明玻璃胶带另作一标记

——使弯月面底与胶带上沿相切

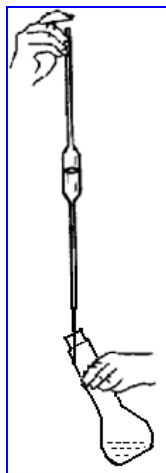


经相对校准后, 移液管和容量瓶可配套使用。移液管吸取一次溶液的体积即准确地等于容量瓶中溶液的十分之一。



二、食用醋测定液的配制

用公用移液管准确移取 25.00 mL 食用醋至 250 mL 容量瓶中，加蒸馏水稀释，定容，摇匀，放柜子下周备用。





预习：

1、NaOH 标准溶液浓度的标定 **p27**

2、食用醋中酸含量的测定 **p30**

——需要做二份实验报告