



实 验 四

- 1、容量瓶和移液管的相对校正
- 2、食用醋中酸含量的测定



一、容量瓶和移液管的相对校正





一、实验目的

- 1、掌握容量瓶和移液管的正确操作方法；
- 2、掌握容量瓶和移液管的相对校准方法。

二、实验原理

分析实验常用的玻璃容量仪器如移液管、容量瓶等，都具有刻度和标称容量，此标称容量是 20°C 时以水体积来标定的。合格产品的容量误差应小于或等于国家标准规定的容量允差。但由于各种原因如温度的变化、试剂的腐蚀等，容量器皿的实际容积与它所标称的容积往往不完全相符，甚至其误差可以超过分析所允许的误差，因此若不进行容量校准就会引起分析结果的系统误差。



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。



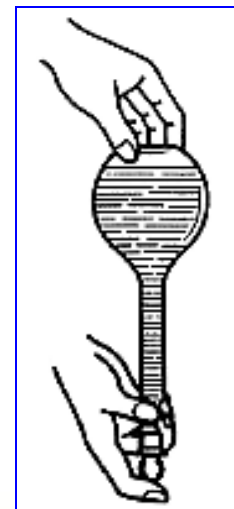
1、容量瓶

容量瓶用于配制标准溶液或稀释溶液，有各种规格：如100、250、500mL等。颈上有一环形标线，表示在所示温度下（一般为20℃），当溶液充满到弯月液面与标线相切时，瓶内容纳的溶液体积，恰好与瓶上所标示的体积相等。



容量瓶的准备

容量瓶使用前应检查是否漏水，检查的方法如下：注入自来水至标线附近，盖好瓶塞，用右手拇指和中指捏住容量瓶的瓶颈处，食指抵住瓶塞，左手托住瓶底，将瓶倒立观察周围是否有水渗出，如不漏水则可使用。**容量瓶应洗涤干净，即内壁应为蒸馏水均匀润湿，不挂水珠，否则要重洗。**





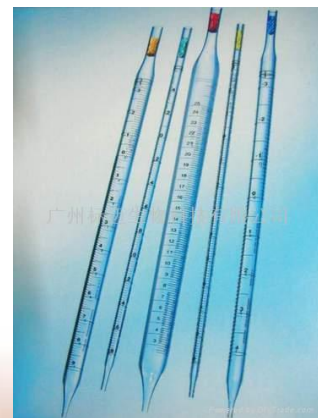
2、移液管

移液管用于准确移取一定体积的溶液，通常有两种形状，一种称为胖度移液管，在管的上端有一环形标线，球部有它的容积和标定时的温度，常用的有5 mL、10 mL、25 mL、50 mL和100 mL等几种。另一种是直形的，管上有刻度，称为刻度吸管。

移液管是一种量出式仪器，只用来测量它所放出溶液的体积。

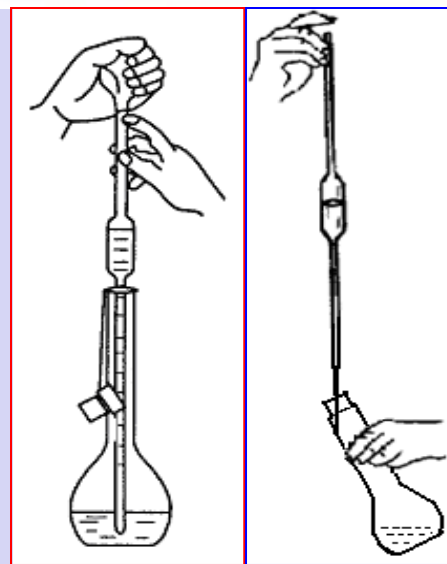


移液管使用前可采用氢氧化钠酒精溶液洗涤，也可放在高型玻璃筒或量筒内用洗液浸泡，取出沥尽后，用自来水冲洗，再用蒸馏水洗干净。

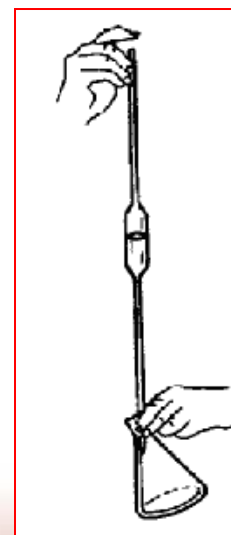




移液管的操作：用滤纸将管尖内外的水吸尽。移液时，**右手大拇指和中指**拿住管颈标线上方，管子下端插入溶液中1~2 cm。**左手拿洗耳球**，将溶液慢慢吸入管内。当液面升高到刻度以上时，移去洗耳球，立即**用右手的食指堵住管口**，将移液管离开液面，盛液器皿倾斜，将管的**末端靠在盛液器皿的内壁上**，略为放松食指使液面缓慢下降，直到视线平视时溶液的弯月面与标线相切，立即用食指压紧管口。



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。

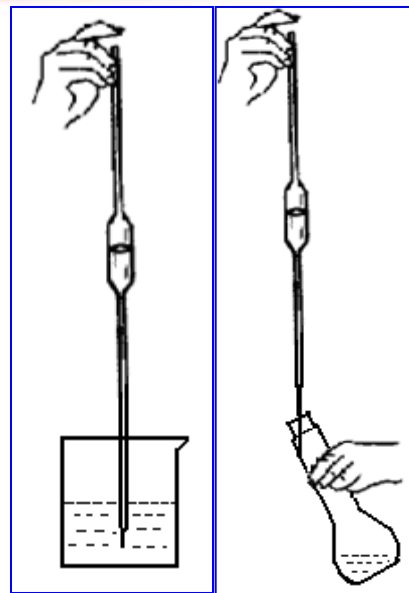




三、实验步骤

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)

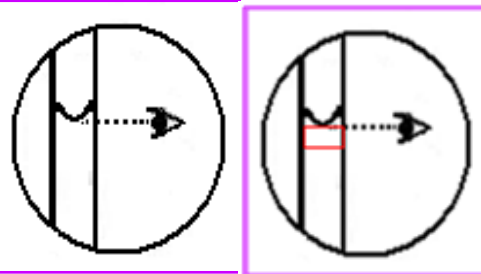
——注意规范操作



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。



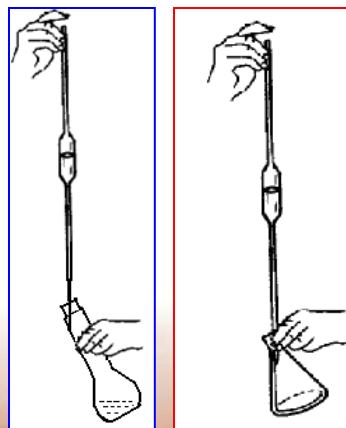
四、注意事项

1. 校正前，容量瓶需干燥。
2. 首次移液管的操作练习，注意准确、规范。
3. 每次移好液体后，移液管下端的挂滴要预先除去。

而放完液体后，最后的一滴液体不能用洗耳球将其吹出。

4. 放液时，应把移液管的末端靠在接收瓶内壁上，移液管应垂直，承接的接收瓶稍倾斜，让溶液自然地全部流下。

并注意在液体只剩管尖一滴时，停留10~15'左右，再在接触点转动几圈后才能取出移液管。



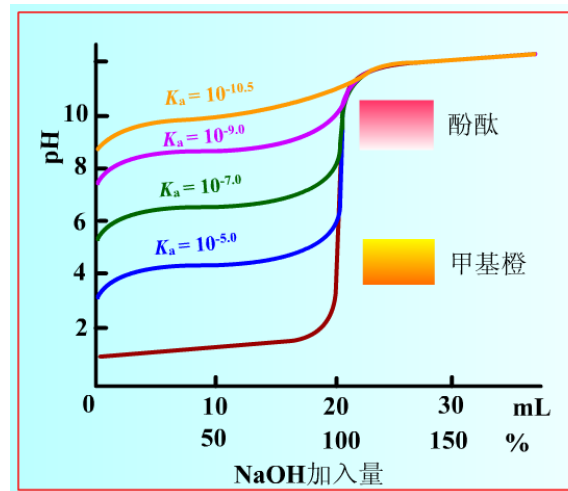


五、思考题

1. 使用移液管时，为什么用右手大拇指和中指拿住管颈标线上方，而不拿在下面部分？
2. 移液管内溶液自然地全部流下后，为什么不能将下端的一小滴溶液用洗耳球将它吹入锥形瓶内？
3. 容量瓶校正时为什么需要干燥？在容量瓶中配制标准溶液时是否也要干燥？
4. 移液管和滴定管校正时是否也需要干燥？
5. 容量瓶与移液管进行相对校准时，移液管中的水沿壁放入容量瓶中的液滴落在容量瓶的磨口处有无影响？
6. 容量瓶和移液管的刻度以上部分有液滴挂壁时，对校准有何影响？



二、食用醋中酸含量测定





一、实验目的

1. 进一步掌握滴定管、容量瓶、移液管的操作技术；
2. 了解强碱滴定弱酸过程中溶液pH的变化，会计算化学计量点的pH并选择指示剂。

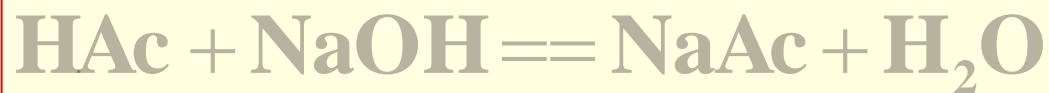
二、实验原理

食用醋的主要成分是醋酸 (HAc)，此外还含有少量其它弱酸如乳酸等。醋酸为有机弱酸 ($K_a = 1.8 \times 10^{-5}$)，凡是 $K_a > 10^{-7}$ 的弱酸，均可由NaOH标准溶液滴定。滴定时，不仅HAc与NaOH反应，食用醋中可能存在其它各种形式的酸也与NaOH反应，所以滴定所得为总酸度。计算公式如下：

$$\text{HAc (g/100mL)} = \frac{C_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} \times \frac{M_{\text{HAc}}}{1000}}{25 \times \frac{25}{250}} \times 100 \quad M_{\text{HAc}} = 60.05$$



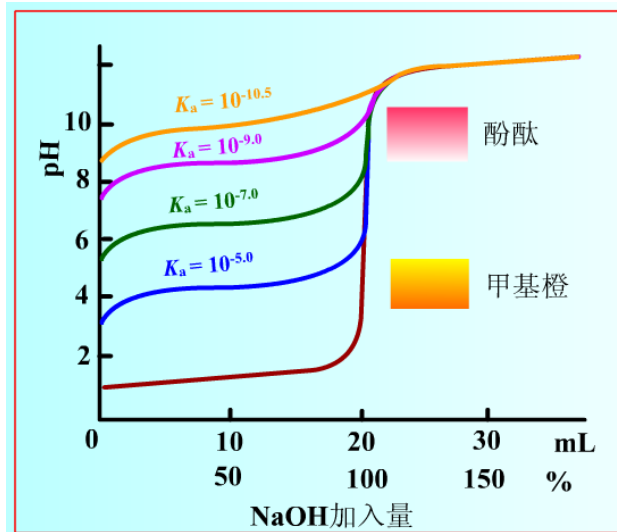
反应方程式:



产物 pH > 7 (≈ 8.7)

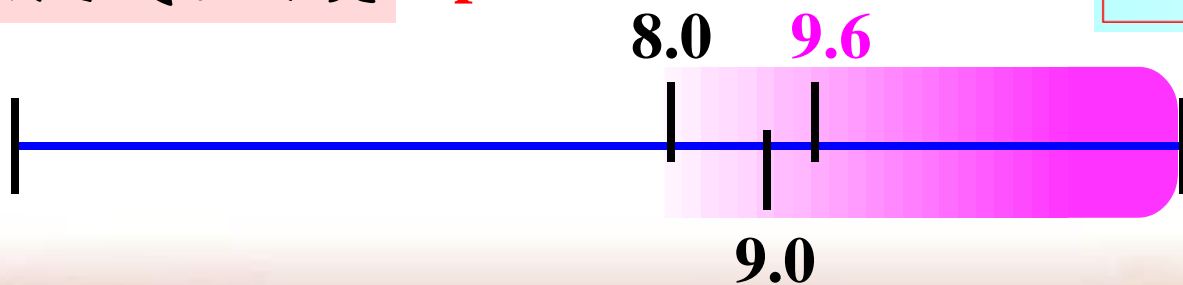
$$[\text{OH}^-] = \sqrt{c_b K_b} = \sqrt{c_0/2 \times K_w/K_{a\text{HAc}}}$$

反应产物 pH > 7，滴定的突跃范围在碱性范围内，故可以选用在碱性范围内变色的指示剂 **酚酞** 来确定终点。



指示剂: 酚酞

pKa = 9.2





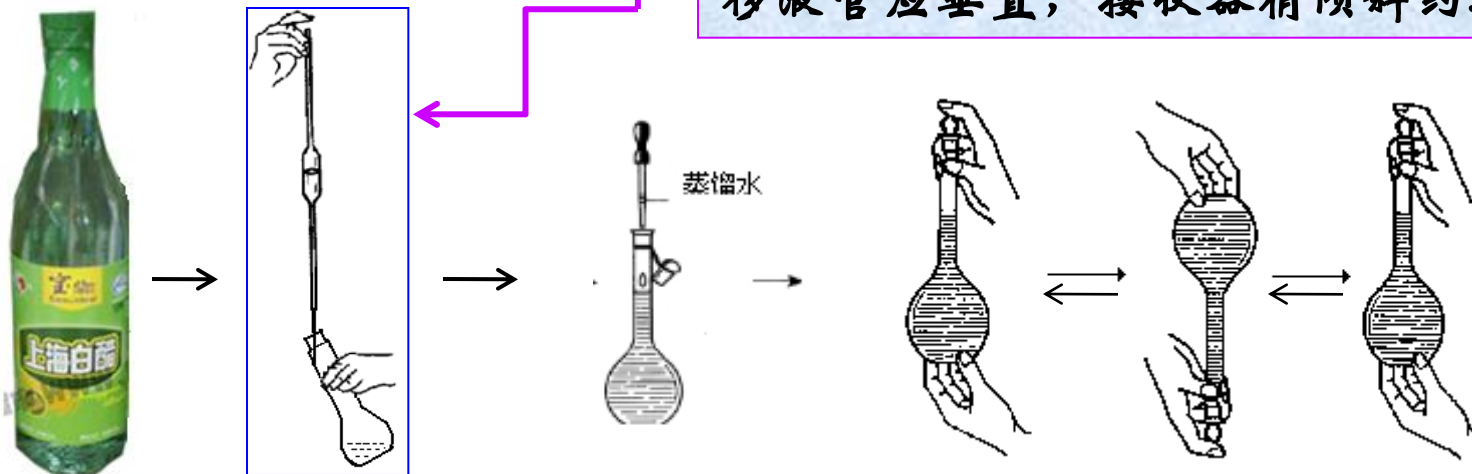
三、实验步骤

1、测定样的配制：

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**。

左手拿洗耳球，右手拇指和中指拿管颈标线上方，食指堵住管口控制液面

放液时，管的末端靠在接收器内壁，移液管应垂直，接收器稍倾斜约 30°



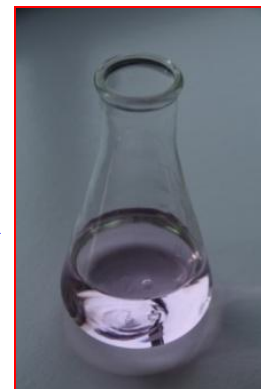
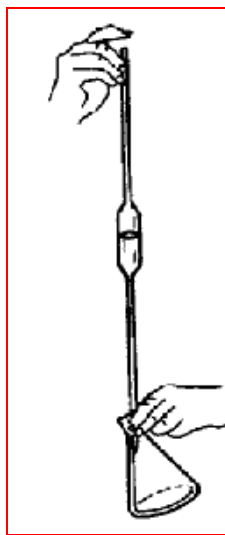
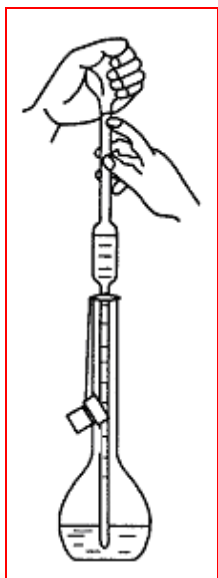
★用已配制好的测定液润洗与容量瓶配套的**移液管**

预先洗净



2、测定 准确移取25.00 mL食用醋稀释液于干净的250 mL锥形瓶中，加**2滴**酚酞指示剂，用已标定的准确浓度的NaOH标准溶液滴定至溶液呈微红色30'不褪即为终点。记下滴定所用NaOH标准溶液的体积数。**平行测定3次**，用公式计算食用醋的总酸量。

★ 使用滴定管的同一段体积





四、注意事项

1. 本次实验，**移液操作是关键**，直接影响测定的精密度和准确度，因此要注意规范操作并准确移取溶液。
2. **试液配好后必须摇匀，且移液管应用试液润洗三次。**
3. 此滴定受空气中 CO_2 影响较大，故滴定过程不宜时间太长，防止终点拖后。
4. 滴定至终点的溶液呈碱性，放置时容易吸收空气中 CO_2 ，溶液碱性逐渐减弱，致使酚酞红色褪去，因此滴定应以充分摇匀后溶液微红色在30'内不褪来判断终点。



五、思考题

1. 滴定时，如NaOH标准溶液滴入太多而超过终点，是否可以用盐酸回滴，回滴后结果如何计算？
2. 试样配制后，如未摇匀，对测定结果有何影响？
3. 配制试样前，容量瓶是否需要先用醋酸原样润洗？
4. 锥形瓶是否需要用试样润洗？
5. 草酸、酒石酸能否用NaOH标准溶液分别滴定？

草 酸

$$Ka_1 = 5.0 \times 10^{-2}$$

$$Ka_2 = 6.4 \times 10^{-5}$$

酒石酸

$$Ka_1 = 9.1 \times 10^{-4}$$

$$Ka_2 = 4.3 \times 10^{-5}$$



提示：实验结束，NaOH 溶液回收

准备实验：

注意记录

在分析天平上用减量法准确称取纯金属锌粒（1粒），放入容量瓶，加入1:1盐酸10mL，放入纸条，轻盖塞，入柜，下周备用。

预习：

EDTA标准溶液浓度的标定 ----- p40