

微量滴定实验在定量化学分析中的应用

徐锡琼

(西昌学院 生化系, 四川 西昌 615022)

【摘要】 本文在讨论微量滴定实验误差的基础上,探索了微量滴定实验在快速查验指示剂和药品浓度的可行性与实验能否进行的可能性,对标定配制的药品浓度方法简便快捷,节约经费,效果良好。

【关键词】 微量滴定; 实验; 定量分析

【中图分类号】 O655 **【文献标识码】** A **【文章编号】** 1008-6307(2004)03-0139-02

微量化学实验是国内外日益广泛应用的一种化学实验方法。1985年,Butcher等人首次发表了微量实验在有机化学中的应用的论文。从1989年开始,美国化学教育杂志开辟了〈微型化学实验〉专栏的讨论。国内,以周宁怀教授为首的一批教学工作者,在该领域中进行了广泛的应用研究。在定量化学分析中的应用已开始见有少量报导。

微量化学实验主要有三大优点:①减少环境污染;②减少了试剂用量,从而可减少教学经费的开支;③在某些实验中,应用微量化学实验方法可取得较好的效果。

1 微量滴定实验分析仪器

1.1 微量滴定分析仪器主要用一个带刻度的试管的一支胶头毛细滴定管构成,刻度试管精密刻度,用于取基准物质(单位毫升)和滴管加入量的毫升数可从刻度试管读出,刻度试管代替了锥形瓶和酸碱滴定管的用途,胶头毛细滴定管可以代替滴定管的用途。加入试剂的量在刻度试管读数,这种方法操作方便,仪器小型,价格便宜,穷困的山区教学实用有效。

1.2 可以用微量滴定管进行测定图1(C)

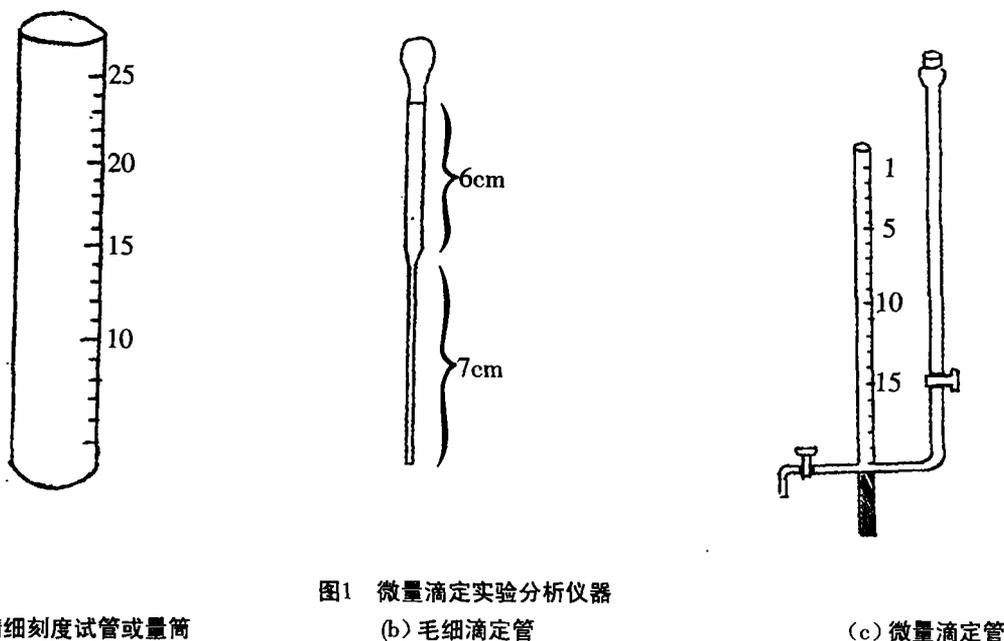


图1 微量滴定实验分析仪器

(a) 精细刻度试管或量筒

(b) 毛细滴定管

(c) 微量滴定管

收稿日期:2004-06-08

作者简介:徐锡琼(1954—),女,实验师。

致谢:本文的撰写得到了李道华副教授的指导,在此表示诚挚的谢意!

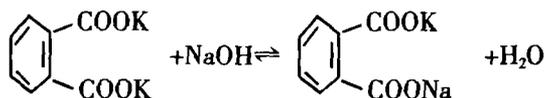
2 微量滴定实验在定量化学分析中的应用

以NaOH溶液的标定为例。

2.1 试剂

邻苯二甲酸氢钾, 固体在100—125℃干燥后备用。

2.2 原料



邻苯二甲酸氢钾易得到纯制品, 在空气中不吸水, 容易保存, 它与NaOH起反应比为1:1, 其摩尔质量较大, 是较好的基准物质, 若NaOH的物质的量浓度达0.1mol·L⁻¹, 计量点时, 溶液是微碱性, 其pH约9.1, 可用酚酞作指示剂。

2.3 实验步骤

1、准确称取0.1—0.15g基准物质邻苯二甲酸氢钾, 分析天平称量后分别置于刻度试管中, 加入5—7毫升去离子水。

2、加入1—2滴酚酞指示剂, 用NaOH溶液滴定至溶液呈微红色, 半分钟不褪色, 即为终点(用胶头毛细滴定管慢慢滴入)或微量滴管加入。

3、计算NaOH的浓度。

2.4 数据处理

根据NaOH浓度的计算分式 $C = \frac{M_T}{M_T \cdot V_a} \times 1000$, 可

以计算出待测NaOH的浓度, 其结果列于表1。由表1可知, 通过三次实验测得待测NaOH液的浓度分别为0.1059mol·L⁻¹、0.158mol·L⁻¹、0.1029mol·L⁻¹, 平均值为0.1048mol·L⁻¹, 其相对平均偏差为1.2%。

表1 微量滴定实验结果

实验次数	1	2	3
KHC ₈ H ₄ O ₄ 质量/g	0.14666	0.14676	0.14675
加入水的体积数/ml	7	7	7
KHC ₈ H ₄ O ₄ +NaOH读数/ml	13.78	13.79	13.98
KHC ₈ H ₄ O ₄ NaOH用体积数/ml	6.78	6.79	6.98
NaOH液溶液体的浓度/mol·L ⁻¹	0.1059	0.1058	0.1029
NaOH溶液浓度的平均值/mol·L ⁻¹	0.1048		
相对平均偏差	1.2%		

2.5 分析讨论

此次实验误差很小, 滴定三次平均值接近, 本次实验和其它教科书上的称量0.4—0.5g改为0.1—0.15g, 这种方法从数据看误差较小, 对药品节约10倍, 减小分析药品的损耗, 仪器使用的胶头滴定管可随意加入, 操作方便, 仪器简单, 效果较好。在条件差或教学经费不足的地方也可以使用, 可达到一样的教学目的。

3 结果讨论

1、本文使用的微量滴定实验仪器简便, 实用, 容易操作, 容易普及。从数据计算结果表明可行, 有一定意义。

2、微量滴定实验研究的主要问题是滴定误差大小问题, 本文为解决快速检测出有效实验药品的浓

度的可行性, 解决了采用25ml—50ml的滴定管的大滴使终点误差大等问题, 可使滴定毛细管的误差达到定量化学分析的要求, 本方法可行性较好, 仪器价格便宜, 普及性高, 也可自己制做, 在山区是最好的实验方案。

3、微量滴定分析实验, 由于试剂用量可减少10倍以上, 在实验中所用药品的体积减少10倍以上, 因此可大大减少试剂的使用量, 从而节约教学经费的开支, 且减少了环境的污染, 本方法仪器使用可节约开支。

4、微量滴定的终点确定, 可用两种方法进行, 从带刻度的试管直接读数, 滴定时, 读数直观, 操作简便, 使用胶头毛细滴定管解决了大滴问题, 给实验数据提供了准确的保证。

5、本方法对准备滴定分析时, 标定药品的浓度和检测指示剂的可行性速度快, 效果良好。(下转144页)

向变化,直到干涉条纹的曲率反向.干涉条纹曲率变化的中间有一段是直条纹的范围,此范围就是白光干涉条纹出现的范围.如果移过此范围,条纹的曲率半径就会反向,在此范围细心调节,即刻就有白光干涉条纹出现,一般为一组直彩色条纹。

2 白光干涉条纹的中央是亮条纹还是暗条纹

实验室的迈克尔逊干涉仪是先后购置的,一部分学生在实验中观察到的白光干涉的中央条纹是暗条纹,另一部分学生观察到的中央条纹却是亮条纹,这是为什么?问题出在半透射膜上,半透膜是在分光板 G_1 的第二面(即半反射面A)上镀银或镀铝或镀其

它材料所制成.如果没有半透膜(干涉条纹仍能出现,但可见度低)白光干涉的中央条纹是暗条纹,因②路光经过 G_1 反射时有半波损失,因此①路光和②路光在中央条纹处相遇时正好反相的,所以相消.当有半透膜镀在 G_1 的第二面上时,②路光的半波损失依然存在,①路光经 G_1 反射时如有半波损失,则中央条纹为亮条纹,若①路光经 G_1 反射时没有半波损失,则中央条纹为暗条纹,①路光经 G_1 反射有无半波损失由半透膜光学性质决定.设分光板玻璃的折射率为 n_1 ,半透膜的折射率为 n_2 ,根据菲涅耳公式^[1], $n_1 > n_2$ 时①路光无半波损失, $n_1 < n_2$ 时①路光有半波损失.这样分析白光干涉的中央条纹是暗还是亮就明确了。

注释及参考文献:

- [1]姚启均.光学教程.高等教育出版社,1981.

(上接140页)

注释及参考文献:

- [1]Butcher, Mayo, D., et al, J.chem, Educ, 1985,62(2)147-149.
 [2]第三届全国微型化学实验研究会议论文集.大连理工大学出版社,1993
 [3]周宁怀等编著.微型化学实验.浙江科技出版社,1992
 [4]武汉大学主编.分析化学实验(第三版)北京高等教育出版社,1994。