

ICS 71.040.40
G 04

DB13

河北省地方标准

DB 13/T 2104—2014

实验室化学分析滴定操作规程

Operating Regulation for Chemical Analysis by Titration of Laboratory

实验室化学分析滴定操作规程

1 范围

本标准规定了实验室化学分析滴定操作的术语和定义、滴定用量器、检定与核查、量器的准备、溶液注入、滴定操作及滴定管使用后的清洗与放置。

本标准适用于容量分析中使用具塞滴定管、无塞滴定管的滴定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12805-2011 实验室玻璃仪器 滴定管

GB/T 12810-1991 实验室玻璃仪器 玻璃量器的容量校准和使用方法

JJG 196 常用玻璃量器检定规程

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

滴定 Titration

容量分析方法的定量分析手段，通过两种溶液的定量反应来确定某种溶质的含量。

4 滴定用量器

滴定所用的量器为具塞滴定管、无塞滴定管，应符合GB/T 12805-2011的规定。

5 检定与核查

5.1 滴定管在使用前应按 JJG 196 规定进行检定。

5.2 使用过程中应定期对滴定管进行核查，容量误差应符合 GB/T 12805-2011 中表 10 的要求，核查方法按 GB/T 12810-1991 中 9 的规定。

6 量器的准备

6.1 选择

- 6.1.1 滴定管的规格应根据滴定量合理选择，保证在滴定管的容量范围内一次完成滴定。
- 6.1.2 使用酸性、氧化性滴定液应选择具塞滴定管；使用碱性滴定液应选择无塞滴定管。
- 6.1.3 需要避光的滴定液应选择棕色滴定管。

6.2 洗涤

滴定管使用前应洗涤。洗涤方法按 GB/T 12810-1991 中附录A的规定。洗涤所用的水应符合 GB/T 6682 的要求。

6.3 具塞滴定管的润滑及试漏

6.3.1 涂润滑剂：将滴定管平放，取下旋塞，擦干旋塞和旋塞槽，取少量凡士林（或硅脂），在旋塞孔的细口端（不超过流液孔）及旋塞的粗端（不超过流液孔）沿圆周均匀涂布。将旋塞插入旋塞孔，向同一方向旋转，从外面观察旋塞和旋塞槽整体透明，转动灵活。用橡皮筋固定旋塞。如出现润滑剂堵塞流液孔，可将旋塞及滴定管下端放入热水中使润滑剂融化流出，然后重新涂布。

6.3.2 试漏：用水充满滴定管并将液面调至“0”刻度线，将滴定管夹持在滴定管架上静置约 2min，用干燥洁净滤纸检查滴定管下端及旋塞两端不应有液体渗出，观察液面无下降。将活塞旋转 180°，再静置约 2min 再次检查。若漏液，应重新涂润滑剂。

6.4 无塞滴定管的试漏

6.4.1 检查乳胶管是否老化，玻璃珠大小是否合适。

6.4.2 试漏：用水充满滴定管并调至“0”刻度线，将滴定管直立夹持在滴定管架上静置 5min。观察液面无下降，滴定管下端无渗出。若有漏水应更换橡皮管或管内玻璃珠，直至不漏水且能灵活控制液滴为止。

7 溶液的注入

7.1 润洗

用待测溶液润洗滴定管，每次加入约滴定管容量1/3的溶液，双手平端滴定管慢慢转动，使溶液布满滴定管内壁，并使溶液接触管壁1min~2min，先从上管口放出部分溶液，剩余溶液从下端出液口放出，并尽量放尽残留液。如此反复润洗2~3次。

7.2 注入溶液

将待测溶液注入滴定管“0”刻度以上。

7.3 排气泡

7.3.1 具塞滴定管：右手拿滴定管上端，保持滴定管竖直，左手迅速打开旋塞冲出气泡后关闭旋塞。

7.3.2 无塞滴定管：右手拿滴定管上端，并保持滴定管竖直，左手拇指和食指拿住玻璃珠所在部位侧上方，弯曲乳胶管，使出液口斜向上，挤捏玻璃珠，使溶液从出液口快速喷出，排除气泡，一边仍挤压橡皮管，一边把乳胶管放直，然后松开手指，将滴定管的外壁擦干。

8 滴定操作

8.1 固定和调零

如滴定管内液面低于“0”刻度，应补充溶液至“0”刻度以上几毫米，将滴定管竖直夹持在滴定管架的右侧。放置时间30s后调节零点，除去悬挂在滴定管尖端外的液滴。记录初读数。

8.2 滴定

8.2.1 具塞滴定管：使滴定管的尖嘴部分插入锥形瓶口内约1cm~2cm处，左手无名指和小指向手心弯曲，轻抵出口管，用其余三指稍向内抠，控制旋塞转动，使溶液平稳滴下。滴定时，左手不能离开旋塞任溶液自流。

8.2.2 无塞滴定管：使滴定管的尖嘴部分插入锥形瓶口内约1cm~2cm处，左手无名指及小指夹住出口管，拇指与食指往玻璃珠所在部位侧上方，挤捏乳胶管，使溶液流出滴下。停止滴定时，应先松开拇指和食指，再松开无名指与小指。

8.2.3 为便于观察滴定终点的颜色变化，可在滴定管架的台面衬以白纸或白板，并保证滴定位置光线充足。当自然光强度较暗时，可用日光灯作为辅助光源。相关标准对光线有特殊要求时，依据标准要求

8.2.4 开始滴定时，应边摇锥形瓶边滴定，根据不同的反应类型选择适宜的滴定速度。避免锥形瓶接触滴定管，摇动锥形瓶宜向同一方向作圆周运动，摇动力度均匀、适度。接近终点时，每加一滴溶液摇一次，最后每次加半滴，直至标准要求的滴定终点。加半滴溶液的方法：使溶液悬挂在尖嘴上不落下，用锥形瓶内壁将其沾落，再用洗瓶以少量溶剂冲洗锥形瓶内壁。

8.3 读数

8.3.1 滴定结束，应静置30s后记录终读数。读数前要检查管壁不应挂液，尖嘴部不得有气泡。

8.3.2 读数时用手捏滴定管上部无刻度处，使滴定管保持自然下垂。

8.3.3 对于无色或浅色溶液，视线应与弯月面下缘最低点在同一水平面上；对于深色溶液，视线应与滴定管内两侧的最高点在同一水平；对于蓝线衬背的滴定管，取上下两尖端相对点的位置读数。初读数与终读数方法应一致。

8.3.4 按所使用的滴定管精度要求确定初读数和终读数的有效数字位数。

9 滴定管使用后的清洗与放置

实验完毕，放出滴定管内的剩余溶液，洗净，倒置于滴定管架上。具塞滴定管长期保存时，应在旋塞与旋塞孔间放一纸条。