

十四、滴定管

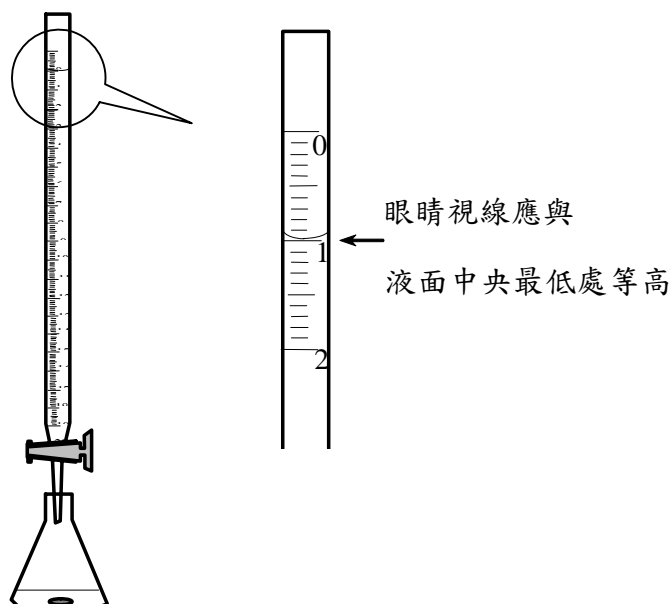


圖 T14-1 滴定管

一、原理：

滴定管 (burette) 是一個均勻的直型玻璃管，有等分的體積刻度線，可以精確測量所流放出的液體體積，常用於定量分析實驗。

二、器材：

實驗器材包含：鐵架、滴定管夾、滴定管以及錐形瓶。滴定管有各種不同體積規格，必須依滴定劑的使用量選用適合者。實驗室中常用的有 25 mL 以及 50 mL 滴定管。滴定管體積刻劃方式是上端為“0”，向下讀值遞增。以圖 14-1 這支滴定管為例，每一大刻度是 1 mL，每一小刻度是 0.1 mL。因此在讀取體積時，可準確讀到十分位，再加上一位百分位的估計值，也就是可以讀記到 0.01 mL。控制滴定管液體流量的活栓 (stopcock)，有玻璃旋塞型及

特夫綸 (Teflon) 活栓二種。玻璃旋塞型，藉著潤滑脂 (grease) 使磨砂玻璃可以緊密接合不滴漏。特夫綸活栓型則是可以耐酸鹼溶液，藉著螺絲帽調控活栓的鬆緊度，無須塗抹潤滑脂。

三、實驗操作：

1. 清洗滴定管

滴定管在使用之前必須先清洗乾淨。如果有水珠附著，表示沒有清洗乾淨。可以使用細長型的滴定管專用毛刷以及清潔劑將滴定管內壁刷洗乾淨，然後再用大量的清水沖乾淨。滴定管因為管徑長，在清洗操作時需要格外小心。沖洗乾淨的滴定管，再用蒸餾水淋洗 3~4 次。剛洗乾淨的滴定管，器壁會形成一均勻的水膜。

2. 淋洗滴定管

為了避免滴定管內殘餘的水分稀釋滴定試劑 (titrant) 的濃度，必須以約 5 mL 待裝填的滴定試劑淋洗滴定管。將滴定管垂直夾放在滴定管夾上，關閉滴定管活栓，使用漏斗裝填試劑；裝填時應稍微提高漏斗，或者是夾放一支鐵線，讓管內的空氣能夠排出，而溶液可以順利流入。將滴定管自滴定管夾取下並傾斜拿置，小心地旋轉，使滴定管壁能完全被滴定試劑浸潤；打開滴定管活栓，將淋洗液排放到廢液杯。由於淋洗溶液的濃度已經改變，因此每次淋洗的溶液應完全排放，不再使用。依照這方式淋洗滴定管三次以上。

3. 裝填試劑

加入滴定試劑到超過滴定管“0”刻度線的位置，以紙巾擦除滴定管外壁所溢出的溶液。此時滴定管活栓下方的玻璃管仍是空的，打開活栓使其充滿溶液，管中的氣泡必需完全排除，以免造成體積的誤差，尤其是與活栓接合處。可重複快速轉動活栓數次，將氣泡趕除；然後再打開活栓，讓滴定管的液面低於“0”刻度處。靜觀 30 秒，檢查有無溶液滴漏現象。若有，則將活栓的螺帽調緊直到溶液不再滴漏，但也不可旋的太緊，而使得滴定操作困難。

4. 讀取滴定初始體積

完成調整後，讀取滴定的初始體積。讀取體積時，眼睛要平視溶液的最低凹面與刻度線疊合處。

5. 準備待分析物

進行滴定操作時，應使用錐形瓶裝盛待滴定之分析物，如此在滴定的搖動混合過程中溶液才不致濺灑，然後依實驗之要求加入適量的指示劑。

6. 進行滴定

對於慣用右手的人，以右手拿持錐形瓶，讓滴定管之流放尖端維持在錐形瓶的瓶口內，滴定时滴定試劑才不致滴漏到瓶外造成誤差。使用左手反扣住滴定管之活栓，如此才可將活栓往內塞緊，不致於鬆脫造成滴漏。轉動活栓，控制滴定劑緩緩流出；同時以穩定速度以圓周運動方式持續搖動錐形瓶，使滴定試劑與待分析溶液充分混合均勻。滴定過程中，必要時可使用少量蒸餾水將附著在錐形瓶瓶壁上的滴定劑沖洗下來。

7. 滴定終點判斷

滴定過程中可觀察到當滴定試劑滴入時，溶液會瞬間變色但很快就褪色的現象；快到當量點時，褪色的時間拉長，此時滴定試劑需改為逐滴慢慢加入。滴到溶液變色且持續 30 秒不褪色時，達到滴定終點，停止滴定。

8. 讀取滴定終體積

靜待 30 秒，讓附在管壁上的溶液流下後再讀取體積。讀取並記錄滴定的終體積到小數點下第二位；滴定終體積扣除起始體積，就是滴定的滴定體積。

9. 實驗結束處理

實驗完畢，需將滴定管中剩餘試劑排放入廢液杯中，再用清水將滴定管清洗乾淨。洗乾淨的滴定管可以倒置在滴定管架上，晾置滴乾。或者是將滴定管加滿乾淨的蒸餾水，塞上塞子。絕不可將滴定試劑留在滴定管

中，這會導致藥品殘留在活栓上，使活栓卡死，無法使用。

四、注意事項：

1. 滴定管因為管徑長，在清洗或操作時需要格外小心。
2. 滴定管在使用前，要清洗乾淨，並用蒸餾水及滴定試劑分別淋洗三次。
3. 玻璃旋塞型滴定管，不宜使用於裝盛強鹼試劑，並且不要塗抹過量潤滑脂以免造成活栓阻塞；特夫綸型活栓則無須塗抹潤滑脂。
4. 滴定進行前，滴定管活栓下方氣泡需先排除，並檢查活栓鬆緊度。
5. 使用錐形瓶裝盛待滴定之分析物。
6. 如果待分析物是固體，需先將固體溶質完全溶解後，再開始滴定操作。
7. 滴定進行前，在錐形瓶之待分析物中加入適量的指示劑。
8. 滴定時，滴定管之流放尖端要保持在錐形瓶的瓶口內。
9. 正確判斷滴定終點。
10. 正確讀取並記錄滴定初始體積與最終體積。
11. 實驗完畢，將剩餘試劑回收，滴定管清洗乾淨。

五、參考資料：

1. 國立台灣大學化學系普化教學小組 大學普通化學實驗；第十版；台大出版中心：台北，民國九十一年。
2. Shugar, G. J.; Shugar, R. A.; Bauman, L.; Bauman, R. S. *Chemical Technicians' Ready Reference Handbook*; 2nd ed.; McGraw-Hill Book Co.: New York, 1981.
3. Skoog, D. A.; West, D. M.; Holler, F. J.; Crouch, S. R. *Analytical Chemistry*; 7th ed.; Saunders College Publishing: New York, 2000.