

高等学校教材

大学化学实验

主编 尹荣 王艳茹

吉林人民出版社



高等学校教材

大学化学实验

主 编	尹 荣	王艳茹
编 者	魏永慧	邹宪芝
	陈晓波	黎敏霞



吉林人民出版社

大学化学实验

主 编 尹 荣 王艳茹
责任编辑 李艳萍
责任校对 尹 荣

封面设计 尹 荣

出 版 者 吉林人民出版社 0431—5649710
(长春市人民大街 124 号 邮编 130021)

发 行 者 吉林人民出版社
印 刷 者 北华大学印刷厂

开 本 787×1092 1/16
印 张 15.25
字 数 380 千字
版 次 2004 年 5 月第 1 版
印 次 2004 年 5 月第 1 次印刷
印 数 1—2 700 册

标准书号 ISBN 7-206-03507-8/G·1455
定 价 24.00 元

如图书有印装质量问题,请与承印工厂联系。

前 言

《大学化学实验》是为适应 21 世纪着重培养学生创新精神和进行整体化知识教育的现代教育思想及课程设置改革的需要,结合中国高校教学研究中心组织的教研立项“二十一世纪中国高校农、林、医、药类化学课程体系创新与实践”课题,构建适合普通高等学校化学公共基础课程实验教学内容的框架,建立多层次、多学科的实验教学需要的教学体系而编写的。

教材旨在面向农、林、医、药类普通高等学校化学公共基础课程的实验教学,从教材体系、教材内容的深度、广度等多方面适应这一层次学生的需要。实现培养具有高素质的创新型人才的培养目标,建立大学化学实验课程新体系,成为一门系统的、完整的、独立的新的课程——大学化学实验。

教材将基础化学实验、有机化学实验、分析化学实验内容进行了整体优化,自成体系,避免了学科间的重复和脱节,有助于在较短的时间内使学生系统地掌握一套完整的化学实验操作技能和科研基本的思路。

教材在内容和结构安排上,从化学实验基础知识入手,分为基本操作、物理常数测定、物质组成及含量测定、物质的提取和制备、综合设计实验、英文实验、生活中的化学、附录几大部分,内容由基础到技能至综合,由浅入深,既有化学实验自身的系统性、科学性和独立性,又考虑到与相关化学理论课程及其它专业课程的衔接与联系;既可单独作为一门课程独立开设,也可作为现阶段化学理论的配套教材使用。

教材中的综合设计性实验,可以加深学生对本门课程的教学内容的全面了解和掌握,有利于对学生综合能力和创新能力的培养。

教材配有部分英文实验,目的是使学生在逐渐与国际接轨,以适应将来国际交流的需要。

教材配有部分微量和半微量实验,不仅能培养学生节约化学试剂的良好习惯,还可以加强学生的环保意识,并使学生了解化学实验的发展趋势。

教材引入一些与生活密切相关的化学知识和趣味化学实验,体现出化学在生活、实验中生动有趣的一面,目的是能够激发学生学习化学的兴趣,激发学生创新的欲望。

全书所用量纲均采用国家法定计量单位。

全书由尹荣、王艳茹主编,魏永慧(烟碱的提取、沸点的测定)、邹宪芝(醋酸质子转移平衡常数的测定、水中六价铬的测定及水的净化)、陈晓波(有机官能团的性质、乙酸乙酯的制备)、黎敏霞(水溶液中的解离平衡、氧化还原反应、配合物的生成和性质)参加编写。

由于编者水平有限,书中难免有疏漏、欠妥之处,敬请各位专家、老师和读者批评指正。

目 录

第一篇 化学实验基础知识

一、大学化学实验目的	1
二、大学化学实验学习方法	1
三、化学实验室学生守则	2
四、化学实验室安全守则和常见事故的处理	3

第二篇 化学实验基本操作

一、玻璃细工和塞子钻孔	4
(一)玻璃细工	4
(二)塞子及塞子钻孔	5
二、玻璃仪器的洗涤与干燥	6
(一)玻璃仪器的洗涤	6
(二)玻璃仪器的干燥	6
三、容量仪器的使用及校正	7
(一)容量仪器的使用	7
(二)容量仪器的校正	11
四、称量仪器的使用	13
(一)台秤	13
(二)扭力天平	14
(三)分析天平	15
五、试剂的取用与配制	22
(一)固体和液体试剂的存放和取用	22
(二)溶液的配制	23
六、分离与提纯	24
(一)液-液分离	24
1. 常压蒸馏	24
2. 分馏	26
3. 减压蒸馏	27
4. 水蒸汽蒸馏	30
5. 萃取	32
6. 色谱分离技术	35
(二)固-液分离	37
1. 倾析法	37
2. 离心分离法	37
3. 过滤法	37
(三)固-固分离	39

1. 重结晶	39
2. 升华	42
七、物质密度的测定	43
(一) 密度瓶的使用	44
(二) 密度计的使用	44
八、物质溶解度的测定	44
九、实验室常用的加热、冷却方法和灯的使用	45
(一) 实验室常用的加热器具	45
(二) 酒精灯和酒精喷灯的使用	45
(三) 加热方法	47
(四) 冷却方法	47
十、温度计的使用及校正	48
(一) 温度计的使用	48
(二) 温度计的校正	48
第三篇 物理常数的测定	
实验一 熔点的测定	50
实验二 沸点的测定	54
实验三 折光率的测定	56
实验四 旋光度的测定	60
实验五 <u>凝固点降低法测苯的相对分子质量</u>	64
实验六 醋酸质子转移平衡常数的测定	67
实验七 化学反应速率和活化能的测定	70
实验八 化学反应热效应的测定	74
实验九 电极电势的测定	78
实验十 银氨配离子配位数和稳定常数的测定	80
第四篇 物质组成及含量的测定	
实验一 常见离子的分别鉴定	83
实验二 混合离子的分离鉴定及未知物的鉴别	87
实验三 有机化合物元素定性分析	91
实验四 水溶液中的解离平衡	94
实验五 氧化还原反应	97
实验六 配合物的生成和性质	100
实验七 溶胶的制备与性质	103
实验八 纸色谱法分离鉴定无机离子	106
实验九 氨基酸的纸上层析	109
实验十 氨基酸的纸上电泳	111
实验十一 有机官能团的性质	113
实验十二 葡萄糖干燥失重的测定	118
实验十三 苯甲酸含量的测定	120

实验十四	混合碱的分析及测定	122
实验十五	氨水中 NH_3 含量的测定	124
实验十六	过氧化氢含量的测定	126
实验十七	维生素 C 含量的测定	128
实验十八	水中钙、镁离子含量的测定	131
实验十九	生理盐水中氯化钠含量的测定	135
实验二十	分光光度法测定铁	137
第五篇 物质的提取、制备		
实验一	粗盐的提纯	140
实验二	萘的提纯	142
实验三	苯胺的提纯	144
实验四	乙醚的制备	146
实验五	乙酸乙酯的制备	148
实验六	乙酰苯胺的制备	150
实验七	从茶叶中提取咖啡因	152
实验八	烟碱的提取	154
第六篇 综合设计实验		
综合实验一	硫酸亚铁铵的制备及产品质量检测	156
综合实验二	硫酸四氨合铜的制备及组成测定	159
综合实验三	铅铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续滴定	162
综合实验四	水中六价铬的测定及水的净化	164
综合实验五	农药(除草剂)2,4-二氯苯氧乙酸的合成	171
综合实验六	局部麻醉剂苯佐卡因的合成	174
综合实验七	阿司匹林的合成、鉴定与含量的测定	176
综合实验八	新鲜蔬菜中 β -胡萝卜素的提取、分离和测定	179
设计实验一	物质的分离、鉴定与鉴别	181
设计实验二	氯化铅溶度积的测定	181
设计实验三	从废感光 X 胶片回收银	181
设计实验四	草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成及其组成测定	181
设计实验五	对硝基苯胺的制备及应用	181
设计实验六	从肉桂皮中提取肉桂油及其主要成分的鉴定	182
第七篇 生活中的化学		
实验一	日用化学品的配制	183
实验二	趣味实验	190
实验三	掺假食物的鉴别	193
第八篇 英文实验		
Experiment 1	Solution Preparation and "the Iodine Clock"	195
Experiment 2	The Synthesis and Analysis of Copper(I) Iodide	197
Experiment 3	Determination Of Glucose In Blood Serum	199

Experiment 4	The Preparation of Isopentyl Acetate(Banana Oil)	201
Experiment 5	Designing Experiment——Measuring Soil Phosphates Ion – Exchange Resins	203
第九篇 附录		
附录一	元素的相对原子质量	205
附录二	常见化合物的相对摩尔质量	207
附录三	实验室常用酸、碱溶液的浓度	209
附录四	常用弱酸及弱碱的离解常数	210
附录五	常用缓冲溶液的 pH 范围	212
附录六	常用指示剂	213
附录七	常用试剂的配制	216
附录八	不同温度下水的蒸气压	219
附录九	难溶化合物的溶度积常数	220
附录十	常见无机化合物在水中的溶解度	222
附录十一	一些配合物的稳定常数	224
附录十二	羧酸配合物的稳定常数	225
附录十三	一些物质的热力学常数	227
附录十四	标准电极电位	229
附录十五	常用基准物质的干燥条件和应用范围	231
附录十六	常用有机溶剂的沸点、密度	232
附录十七	国际单位制(SI)	233
参考文献		235

第一篇 大学化学实验基础知识

一、大学化学实验目的

化学是一门实验科学,化学中的定律和学说大都来源于实验,因此,大学化学实验在大学教育中,占有特别重要的地位。大学化学实验既独立又与大学化学理论课有紧密的联系。大学化学实验的研究对象可概括为:以实验为手段来研究和理解大学化学中的重要理论、重要方法、元素及其化合物的性质。学生经过严格的训练,能够规范地掌握基本操作、基本技术和基本技能。

通过实验,学生可以掌握大量的化学学科的第一手感性知识,经思维、归纳、总结,从感性认识上升到理性认识,从而加深理解大学化学的基本理论及基本知识。

在实验过程中,学生自己动手进行操作,由提出问题、查阅资料、设计方案、动手实验、观察现象、测定数据,到正确地处理、概括实验结果和解决化学问题。化学实验的全过程是综合培养学生全面智力因素(动手、观测、查阅、记忆、思维、想象、表达)的最有效的方法,从而使具备分析问题、解决问题的能力。

在培养智力因素的同时,大学化学实验又是对学生进行其他方面素质训练的理想场所,包括艰苦创业、勤奋不懈、谦虚好学、善于协作、求实、求真、存疑等科学品德和科学精神的训练,这些都是每一位学生将来从事科学研究及实际工作获得成功所不可缺少的因素。

二、大学化学实验学习方法

(一)预习

预习是做好实验的必要基础。预习可以使实验有目的地进行以获得良好的效果,认真而充分的预习是实验成功的重要前提。

- 1.明确本实验的任务、目的。
- 2.阅读和理解实验教材和教科书中的有关内容、原理。
- 3.明确实验的操作步骤,搞清实验所需仪器、药品和操作注意事项,做到心中有数。

(二)检查

实验开始前由指导教师进行集体或个别提问,也可以在讲解实验的目的、原理等内容后提问。一方面了解学生对本实验的目的、内容、原理、操作和注意事项的准备情况;另一方面,可以具体指导学生的学习方法和解答学生对本实验的疑问。

(三) 实验

化学是一门实验性很强的学科,科学实验是理论联系实际的重要环节。根据实验教材上所规定的方法步骤亲手操作,对实验现象由表及里地探索,才能对本实验有深刻的理解,提高观察事物和解决问题的能力。

1. 认真操作,细心观察,并把观察到的现象和数据如实详细地记录在实验记录本上。
2. 手与脑并用,进行每一步操作都要积极思考操作的目的是和作用,理论联系实际,实践表明在实验中“照方抓药”往往学不到真正的知识。
3. 实验中遇到疑难问题和使用不熟悉其性能的仪器和药品之前,应查阅有关书籍或请教指导教师等,不可盲目操作。
4. 自觉遵守实验室规则,保持实验室肃静,实验台整洁。

(四) 实验报告

1. 实验报告的主要内容包括实验名称、实验日期、实验目的、简要原理、仪器和药品、实验主要步骤(简图、表格、化学式、流程)、测量数据的处理与结果、各种观察与注解、实验结果、问题和讨论等内容。
2. 实验报告要简明扼要、结论明确,只要能符合实验报告要求,能简化的应尽可能简化,需保留的必须保留,同时要求字迹清楚、书写工整。
3. 实验记录必须准确、简明、清楚。记录本的篇页应有编号,不能随便撕去。记录若有错误,可划掉重写,不得涂改。严禁在小纸片上记录实验数据。
4. 如实地记录实验现象和数据,绝对不允许抄袭和杜撰数据。

三、化学实验室学生守则

1. 实验前要做好预习和实验准备工作,检查实验所需的器材和药品,如有缺少应立即报告教师,请求补领。
2. 实验时要严守纪律,保持肃静,注意安全,认真按照实验内容和操作规程进行实验,仔细观察实验现象,真实地做好详细的记录。若实验失败,找出原因,经教师同意方可重作。
3. 实验时保持实验室的清洁整齐。火柴杆、废纸等废物应放入指定地点,严禁倒入水槽内,以防水槽和下水管道堵塞或腐蚀。
4. 爱护财物,精心使用仪器和实验设备,注意节约水、电、药品。实验时仪器若有损坏应按有关规定进行赔偿和补领。
5. 实验结束后,应将玻璃仪器洗刷干净并放回原处。整理好药品和实验台面,清理水槽和地面,检查自来水开关是否关紧和电源是否切断,最后洗净双手。得到教师允许后,方能离开实验室。
6. 根据原始记录,按要求严肃认真地写出实验报告,并按时交给教师。

四、化学实验室安全守则和常见事故的处理

化学实验室中,常常会用到一些易燃、易爆、有腐蚀性和有毒性的化学药品,所以必须十分重视注意安全问题。在实验前应充分了解每次实验中的安全问题和注意事项。在实验过程中要集中精力,严格遵守操作规程和安全守则,这样,才能避免事故的发生。万一发生了事故,要立即紧急处理,必要时送医院治疗。

(一)安全守则

1. 一切易燃、易爆物质的操作都要在远离明火的地方进行,并严格按照操作规程操作。
2. 一切有毒、有刺激性的气体的操作都要在通风橱内进行。当需要嗅闻气体时,应用手轻拂少量气体进行嗅闻。
3. 加热、浓缩液体的操作要十分小心,不能俯视正在加热的液体,试管在加热中管口不能对着别人,以免液体溅出而烫伤。
4. 使用具有强腐蚀性的浓酸、浓碱、洗液时,应避免溅在皮肤或衣服上,更要注意保护眼睛。
5. 有毒的药品如铬盐、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞和汞的化合物、氰化物等严格防止进入口内或接触伤口。剩余的药品或废液也不许倒入下水道,应回收集中处理。
6. 绝对不允许任意混合不明性质的化学药品,严禁在实验室内饮食和吸烟,以免发生意外事故。

(二)常见事故的处理

1. 割伤:伤口内若有异物,须先挑出,然后涂上碘酒或贴上“止血贴”并包扎。
2. 烫伤:切勿用水冲洗。可在烫伤处涂上烫伤膏或凡士林。
3. 酸碱腐蚀:若在眼睛或皮肤上溅上强酸、强碱时,应先用干净的干布或吸水纸揩干,再用大量水冲洗,然后相应地用碳酸氢钠溶液或硼酸溶液冲洗,最后用大量水冲洗。
4. 吸入刺激或有毒气体:若吸入氯气、氯化氢气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气;若吸入硫化氢而感到不适(头晕、胸闷、恶心)时,立即到室外呼吸新鲜空气。
5. 起火:起火后,要立即一面灭火,一面防止火势蔓延(如采取切断电源,移走易燃药品等措施)。灭火的方法要针对起因选用合适的方法。若因酒精、苯或乙醚等有机物引起着火,应立即用湿布或砂土等扑灭;若遇活泼金属如K、Na、Mg、Al等引起着火不能用水、泡沫灭火器、二氧化碳灭火器灭火,只能用砂土、干粉等灭火;若不慎触电或电器设备着火,应首先切断电源,再用防火布或灭火器灭火;若实验人员的衣服着火时,切勿惊慌乱跑,赶快脱下衣服或用石棉布覆盖着火处。
6. 若遇毒物入口时,可内服一杯含有5~10 mL稀硫酸铜溶液的温水,再用手伸入咽喉部,促使呕吐。

第二篇 化学实验基本操作

一、玻璃细工和塞子钻孔

(一)玻璃细工

1. 截割和熔光玻璃管(棒)

截割 将玻璃管(棒)平放在实验台上,用锉刀在预截割的地方向一个方向锉,不许来回锉,锉出来的凹痕应与玻璃管(棒)垂直,以保证折断后的玻璃管(棒)截面的平整。然后双手握住玻璃管(棒)(凹痕向外),用拇指在凹痕的后面轻轻向前推,同时两手往外拉,折断玻璃管(棒)。如图 2-1 所示。

① 截割: 方向一个方向锉。

② 凹痕与玻璃棒垂直。

③ 拇指在凹痕后面向前推。



④ 酒精喷灯

⑤ 缓慢转动, 受热均匀

图 2-1 玻璃管截痕处的折断

熔光 玻璃管(棒)的截面很锋利,容易把手划破,所以必须熔光。把截断面斜插入酒精喷灯的氧化焰中熔烧,并缓慢地转动玻璃管(棒)使熔烧均匀,直到熔烧光滑为止。灼热的玻璃管(棒)应放在石棉网上,不要放在桌面上也不要用手去摸,以免烫伤。

2. 弯曲玻璃管

先将玻璃管用小火预热,然后用双手持玻璃管,把要弯曲的地方斜插入酒精喷灯的氧化焰中,以增大玻璃管的受热面积。同时缓慢而均匀地转动玻璃管,两手用力均等,转速要一致,以免玻璃管在火焰中扭曲。加热到发黄变软。

将玻璃管自火焰中取出,准确地把它弯成所需要的角度。弯管的正确手法是“V”字形,两手在上方,玻璃管的弯曲部分在两手中间的下方(如图 2-2 所示)。弯好后待冷却变硬才把它放在石棉上继续冷却。冷却后,应检查角度是否正确,整个玻璃管是否处在同一平面上。要求角度大于 120° 的玻璃管,可以一次弯成。角度较小的可以分几次弯成,先弯成一个较大角度,再在第一次受热部位的稍偏左或偏右处进行第二次加热弯曲,然后进行第三次加热弯曲,直到弯成所需角度为止。

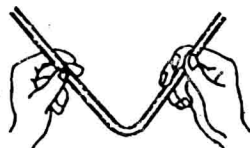


图 2-2 玻璃管的弯曲

3. 拉细玻璃管

拉细玻璃管时,加热玻璃管的方法与弯曲玻璃管时基本相同,不过加热温度要高一些。玻璃管应烧至红黄色时才从火焰中取出,顺着水平方向拉细到所需程度时,一手持玻璃管,使玻璃管垂直下垂。如 2-3 图所示。

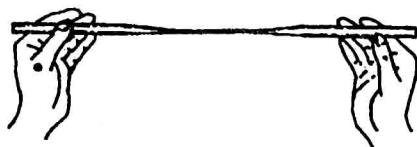


图 2-3 玻璃管的拉细

冷却后,可按需要截断。拉细的玻璃管截断后,中间部分可做毛细管,两边可做滴管。毛细管的两头和滴管的细头要熔光,方法与玻璃管熔光的方法相同,但注意时间要短,以免封死。滴管的另一头要扩口以便安放胶帽。扩口的方法有两种:一是将管口灼热到红热后,用金属锉刀柄斜放管口内迅速而均匀旋转;二是将管口灼热至红黄后,将其用力向下按在石棉上。

操作:制作一个玻璃棒、二个弯管(90° , 120°)、二个滴管、二个毛细管。

(二)塞子及塞子钻孔

容器上常用的塞子有:软木塞、橡皮塞和玻璃磨口塞。软木易被酸碱所腐蚀,但与有机物作用较小。橡皮塞可以把瓶子塞得很严密,并可以耐强碱性物质的侵蚀,但它易被强酸和某些有机物质(如汽油、苯、氯仿、丙酮、二硫化碳等)所侵蚀。玻璃磨口塞把瓶子也塞得很严,它适用于除碱和氢氟酸以外的一切盛放液体或固体物质的瓶子。

各种塞子都有大小不同的型号,可根据瓶口或仪器口径的大小来选择合适的塞子。通常是选用能塞进瓶口或仪器口 $1/2 \sim 1/3$ 的塞子,过大或过小的塞子都是不合适的。

实验时,有时要在塞子上安装温度计或插入玻璃管,所以要在软木塞和橡皮塞上钻孔。

钻孔要用钻孔器或钻孔机(如图 2-5 所示)。钻孔器是一组直径不同的金属管,一端有柄,另一端的管口很锋利,可用来钻孔。另外还有一个带圆头的细铁棒,用来捅出钻孔时进入钻孔器中的橡皮或软木。

钻孔时选择一个比要插入橡皮塞的玻璃管略粗一点的钻孔器。将塞子的小头向上,放置在桌面上,用左手按住塞子,右手握住钻孔器的手柄,在选定的位置上,沿顺时针方向垂直地边转边往下钻,钻到一半深时,反方向旋转并拔出钻孔器。调换橡皮塞另一头,对准原孔的方位按同样的操作钻孔,直到打通为止。把钻孔器中的橡皮条捅出。钻孔时可用一些润滑剂(如甘油、凡士林)涂在钻孔器前端,以减小摩擦力(如图 2-4 所示)。

软木塞的钻孔方法和橡皮塞大同小异。钻孔前,首先用压塞机把软木塞压紧一些,以免钻孔时钻裂,其次,选择钻孔器直径应比玻璃管略细一些,因为软木塞没有橡皮塞那样大的弹性。其它操作则两者完全一样。



图 2-4 钻孔操作

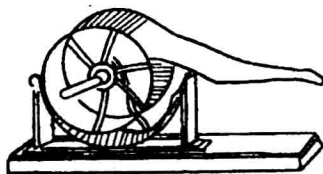


图 2-5 钻孔机

二、玻璃仪器的洗涤与干燥

(一) 玻璃仪器的洗涤

为了得到准确的实验结果,实验所用的仪器必须是清洁的。洗涤时应根据实验的要求、污物的性质和仪器的沾污程度来选择适宜的洗涤方法。

1. 对试管、烧杯、量筒等普通玻璃仪器,可在容器内先注入 $1/3$ 左右的自来水,振荡仪器,反复几次,即可将可溶性污物冲洗掉。若仪器内壁附有不溶于水的物质,可选用大小合适的毛刷沾取去污粉或洗衣粉刷洗,这样可将油污或一些有机物洗掉。对于不溶性的用刷洗法洗涤不掉的污物,需根据其性质选用适当的试剂通过化学方法除去。

2. 对于比较精密的容量仪器(滴定管、移液管、容量瓶等),洁净程度要求较高,这些仪器形状又特殊,不宜用去污粉刷洗,常用铬酸洗液或适宜的试剂进行洗涤。用铬酸洗液洗涤时,先用少量水润湿容器内壁,然后加入少量洗液,转动容器使其内壁全部为洗液润湿,稍等片刻后将洗液倒回原瓶(严重污染的仪器需用洗液浸泡),再用自来水把仪器壁上残留的洗液洗去。

用自来水冲洗后的仪器还留有一些杂质离子,若实验中不允许存在这些杂质离子,就要用蒸馏水或去离子水冲洗 2~3 次。

已洗干净的仪器应清洁透明,当把仪器倒置时,可观察到器壁上只留下一层均匀的水膜而不挂水珠。

凡是已洗净的仪器,决不能再布或纸去擦拭仪器内壁。否则,布或纸的纤维将会留在器壁上反而沾污了仪器。

(二) 玻璃仪器的干燥

实验用的仪器除必须洁净外,有时还要求是干燥的。干燥的方法有以下几种:

1. 晾干:把洗净的仪器倒置于干净的仪器柜中或搪瓷盘内,让其自然干燥(倒置不稳的仪器应平放)。

2. 烤干:仪器的外壁擦干后,用小火烤干。此法常用于可加热或耐高温的玻璃仪器。注意火焰不要集中在一个部位。

3. 吹干:用吹风机(热风或冷风)直接吹干。如果吹前用易挥发的水溶性有机溶剂(酒精、丙酮)等淋洗一下则效果更好。

4. 烘干: 将洗净的仪器放在电热烘干箱内烘干(控制烘箱的温度有 105°C 左右)。仪器放进烘箱前应尽量把水倒净, 在烘箱的最下层放入一个搪瓷盘, 接受容器上滴下的水珠, 以免直接滴在电炉丝上损坏炉丝。

操作: 洗涤试管、烧杯、量筒、移液管、容量瓶各一个, 并烘干一个试管, 交给教师检查。

三、容量仪器的使用及校正

(一) 容量仪器的使用

1. 量筒的使用

量筒是实验室常用的量取一定体积的液体的玻璃量器。按容量大小有多种规格。量取液体时, 应选用规格合适的量筒, 以便减小测量误差。例如, 量取 6.0mL 的液体时, 应选用 10mL 量筒; 量取 30.0mL , 应选用 50mL 量筒。读取量筒的刻度时, 一定要让量筒垂直, 且使视线与量筒内液面的最低点处于同一水平面上, 如图 2-6 所示, 否则会增大体积的测量误差。

✱ 量筒不能做反应容器用, 也不能量热的液体。

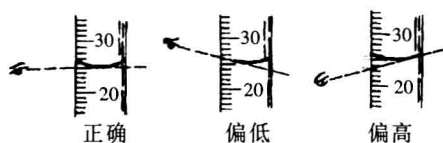


图 2-6 量筒的读数方法

2. 移液管及吸量管的使用



图 2-7 移液管



图 2-8 吸量管

移液管及吸量管是准确量取液体体积的仪器。中间有膨大部分、管径上部刻有一标线的玻璃管, 通常称为移液管(如图 2-7 所示); 刻有分度的内径均匀的玻璃管, 通常称为吸量管(如图 2-8 所示)。使用吸量管时, 总是从某一分度(通常为最高标线)落到另一分度, 使两分度间的体积刚好等于所需体积, 很少把液体一直放到底; 尽可能在同一实验中, 使用同一吸量管的同一段, 且尽可能使用上面部分, 不用末端收缩部分。

移液管和吸量管在使用前应检查其尖端是否破损, 若没有则先用洗液润洗或浸泡后, 用自来水充分冲洗, 再用蒸馏水或去离子水冲洗干净, 最后用少量待取液润洗 2~3 次。

量取液体时, 左手拿洗耳球, 右手拇指、中指及无名指拿住管径标线以上部位, 把移液

管的尖端插入液面以下 1~2 厘米(如图 2-9 所示)。这时用洗耳球吸取液体,眼睛注意管中液面上升情况,移液管应随液体的液面的下降而往下伸。当液体上升到刻度线以上约 2 厘米时,迅速用右手食指堵住管口,将移液管提离液面,将食指稍稍放松,使管内液体的弯月面降到与刻度线相切。如有悬挂的液滴,可使移液管的尖端与器壁接触,使其落下。然后取出移液管移入准备接收液体的容器中,使移液管的尖端与接收液体的容器接触,放开食指,使液体沿器壁自由流下。待移液管内液体全部流尽后,稍停片刻,再取出移液管(如图 2-10 所示)。

此时可见尖端残留少量液体,除移液管上有特别注明“吹”字的以外,这部分液体可不必用外力使之放出。因为移液管的容量只考虑自由流出的液体的体积,刻制标线时已把留在管内的液体考虑在内了。

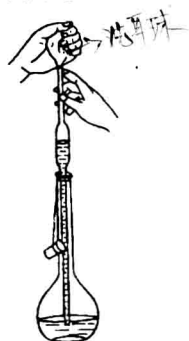


图 2-9 移液管的取液



图 2-10 移液管的放液

3. 容量瓶的使用

容量瓶是一种细颈梨形带磨口塞的平底玻璃瓶。颈上有标线,一般表示在 20℃ 时,液体充满到刻度标线时的体积。它主要是用来配制标准溶液的量器。

容量瓶在使用前应先检查是否漏水。检查的方法是:在瓶内注入一定量水,盖好瓶塞后,左手食指按住塞子,右手用指尖托住瓶底边缘,将瓶倒立 2 分钟,如无水渗出,把瓶直立转动瓶塞约 180° 后,再倒过来试一次(这样做两次是十分必要的,因为有时瓶塞与瓶体不是在任何位置都是密合的),如再不漏水方可使用。合适的瓶塞应用线绳或橡皮圈将它系在瓶颈上。容量瓶的洗涤是先用洗液润洗或浸泡,再用自来水充分冲洗,最后用蒸馏水或去离子水冲洗 2~3 次。

在配制溶液时,先将量好的溶质放入干净的烧杯中,用少量蒸馏水溶解,然后将烧杯中的溶液沿玻璃棒小心地转移到容量瓶中,再用少量蒸馏水淋洗烧杯 2~3 次,并将每次的淋洗液移入容量瓶中。最后加水到标线,盖好塞子。将容量瓶倒转多次,并在倒转时加以摇动,以保证瓶中溶液浓度各部分均匀。如图 2-11 和图 2-12 所示。

4. 滴定管的使用

滴定管是滴定时用于准确测量标准溶液体积的玻璃量器。常用的滴定管一般分为两种,一种是酸式滴定管,另一种是碱式滴定管,如图 2-13 所示。酸式滴定管的下端有玻璃活塞,可盛放酸性溶液和氧化性溶液,不能盛放碱液,因碱性溶液会腐蚀玻璃旋塞,而使其粘合。碱式滴定管下端连接橡皮管,内有一玻璃珠,以控制溶液流出,下面再连一个尖嘴玻璃管。碱式滴定管用来盛装碱性和非氧化性溶液,不能盛放 KMnO_4 , I_2 , AgNO_3 等能与橡胶发生反应的溶液。另外有一种自动滴定管是将贮液瓶与具塞滴定管通过磨口塞连接

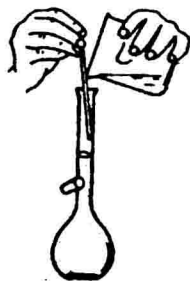


图 2-11 溶液定量转移操作



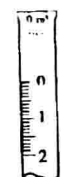
图 2-12 容量瓶中溶液的混匀

在一起的滴定装置,加液方便,还能自动调零点,适用于常规分析中的经常使用同一标准溶液的滴定操作。

滴定管中总容量最小的为 1mL,最大的为 100mL,常用的是 50mL,10mL 和 25mL 的滴定管。滴定管的容量精度分为 A 和 B 两个等级。国家规定的常用规格和精度的滴定管容量允差见表 2-1。

表 2-1 滴定管的容量允差

标称总容量/mL		2	5	10	25	50
分度值/mL		0.02	0.02	0.05	0.1	0.1
容量允差/mL	A	± 0.010	± 0.010	± 0.025	± 0.05	± 0.05
	B	± 0.020	± 0.020	± 0.050	± 0.10	± 0.10



酸式滴定管



碱式滴定管



自动滴定管

图 2-13 酸式、碱式滴定管及自动滴定管

(1) 滴定管使用前的准备

① 酸式滴定管使用前要先在旋塞上涂抹凡士林。方法是取下旋塞,用吸水纸擦干净旋塞与旋塞套,用手指沾少量凡士林在旋塞的两头涂上薄薄一层。在旋塞孔附近应少涂凡士林,以免堵住旋塞孔。把旋塞插入旋塞槽内,向同一方向旋转,直至旋塞与旋塞套接触。