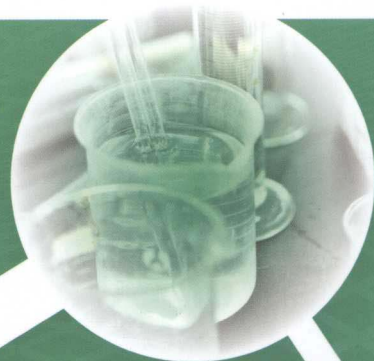


国家级实验教学示范中心教材

现代分析化学实验

邓湘舟 主 编
李 晓 副主编



化学工业出版社

国家级实验教学示范中心教材

现代分析化学实验

邓湘舟 主 编

李 晓 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是国家级实验教学示范中心教材,全书共分为化学分析实验、仪器分析实验和附录三大部分,共八章。主要包括分析化学实验基本知识、基本操作、部分现代仪器的使用操作方法、基础实验、综合性和设计性实验,实验项目多,可灵活选择使用。

本书可作为高等院校化学类专业的分析化学实验教材,也可作为化学工程与工艺、生命科学、环境科学、环境工程、食品科学、商品检验、卫生检疫、给排水工程等专业的大学本科教学用书。

图书在版编目(CIP)数据

现代分析化学实验/邓湘舟主编. —北京:化学工业出版社, 2013.1
国家级实验教学示范中心教材
ISBN 978-7-122-15980-9

I. ①现… II. ①邓… III. ①分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 288615 号

责任编辑:宋林青
责任校对:顾淑云

文字编辑:刘志茹
装帧设计:史利平

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
印 装:大厂聚鑫印刷有限责任公司
787mm×1092mm 1/16 印张9¼ 字数222千字 2013年2月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:20.00 元

版权所有 违者必究

《国家级实验教学示范中心教材》

编写组织委员会

主 任 苏育志

副主任 张建华 王正平

委 员 (以姓名拼音为序)

陈国术 陈胜洲 陈 爽 陈亿新 邓湘舟

耿新华 刘天穗 尚小琴 苏育志 王正平

吴惠明 徐常威 徐 敏 张建华 张 平

周爱菊 邹汉波

前言

分析化学实验是一门实践性很强的学科，它分为两大部分：化学分析实验和仪器分析实验，其课时占整个分析化学课时的一半，甚至高出理论课课时。分析化学实验技术发展快速，新技术、新方法不断涌现，实验教材很难跟上分析化学技术的发展步伐，加上分析仪器种类多，同一种类型还有不同型号，更新快。我们在此书的编写过程中，分析仪器尽量选用国产仪器；在贯彻大学本科生分析化学教学大纲对基本仪器、基本方法和基本操作技术训练要求的同时，编写的实验项目力求理论联系实际，做到适用、简便、先进。

本书的内容包括两大部分：化学分析实验和仪器分析实验。化学分析和仪器分析都是分析化学不可或缺的内容。化学分析法适用于常量和半微量组分的分析，具有简单、价廉、准确度和精密度高的特点；国家标准的分析方法中就规定有大量的化学分析法，而且随着自动滴定仪等的出现，化学分析法也更加快捷准确。仪器分析法特别适用于微量组分、痕量组分、超痕量组分的分析，具有灵敏度高、分析速度快、自动化程度高的特点。因此，化学分析法和仪器分析法是相辅相成的，在应用上应根据具体情况，取长补短，互相配合，充分发挥各种方法的特长，才能更好地解决分析化学中的问题。

化学分析实验部分包含化学分析实验的基本知识、基本操作技能及化学分析实验项目。仪器分析实验部分包含仪器分析实验的基本知识、常用仪器使用说明和仪器分析实验项目。其宗旨在于加强实验基本技能训练，系统掌握分析化学基础和现代技术，巩固和加深对分析化学理论知识的理解和应用，同时适应新形势下分析化学实验课教学改革的要求。那就是既要增加知识面，获得知识，提高素质，又通过综合和设计实验训练，调动积极性，改变单纯依赖实验讲义做实验的现象，培养和启发学生发现问题、思考问题、自己动手解决问题的综合能力。

教材首先选用有代表性的分析化学基础实验内容作为必做实验，目的是熟悉和掌握常用分析实验操作，加深理解基础理论知识和常用分析仪器的原理，并且对现代比较先进的分析仪器使用有一定程度的了解。

其次，安排了对分析实验特点和仪器操作熟练的基础上，结合其他学科的知识 and 内容，如有机合成、分离、制备等知识，运用分析化学方法对其反应过程和生成产物进行检验的综合实验，以锻炼学生的综合知识和技能的运用能力。

参加本书编写的有：广州大学分析化学教研室邓湘舟、李晓、刘汝锋、张平、耿新华、刘文峰，另外，广州大学毕业生黄敏蕊、郑丽珠、郑丽玲在本书编写中做了大量的实验改进和文字图片编辑工作，在此深表感谢。

编者

2012年11月

目 录

第一部分 化学分析实验

第一章 化学分析实验基本知识	1
第一节 分析化学实验的要求	1
第二节 分析化学实验的一般知识	2
第二章 化学分析实验操作规范	4
第一节 滴定分析基本操作	4
第二节 分析天平的使用	13
第三节 重量分析基本操作	16
第三章 定量分析实验	19
【实验一】 滴定分析基本操作练习	19
【实验二】 容量仪器的校准	21
【实验三】 NaOH 和 HCl 标准溶液浓度的标定	23
【实验四】 铵盐中氮含量的测定 (甲醛法)	25
【实验五】 混合碱的分析 (双指示剂法)	26
【实验六】 EDTA 标准溶液的配制与标定	28
【实验七】 白云石中钙、镁含量的测定	30
【实验八】 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	31
【实验九】 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	33
【实验十】 过氧化氢含量的测定	35
【实验十一】 水中高锰酸盐指数的测定	36
【实验十二】 SnCl_2 - TiCl_3 - $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法测定铁矿石中铁的含量 (无汞法)	38
【实验十三】 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制及标定	40
【实验十四】 间接碘量法测定铜盐中的铜	42
【实验十五】 碘量法测定葡萄糖的含量	44
【实验十六】 可溶性氯化物中氯含量的测定 (莫尔法)	45
第四章 重量分析法实验	48
【实验十七】 钡盐中钡含量的测定 (沉淀重量法)	48
【实验十八】 钢铁中镍含量的测定	50
【实验十九】 重量法测定稀土氧化物含量	52

第五章 化学分析设计综合性实验	54
【实验二十】 水样中钙、镁、铝含量的测定	54
【实验二十一】 乙二胺四乙酸铁钠的制备及组成测定	57
【实验二十二】 从蛋壳中制备乳酸钙及其成分分析	59
【实验二十三】 硅酸盐水泥中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	61

第二部分 仪器分析实验

第六章 仪器分析实验的基本知识	64
第一节 仪器分析实验的基本要求	64
第二节 常用分析仪器操作规程	66
第七章 仪器分析基础实验	83
【实验二十四】 邻二氮菲分光光度法测定微量铁的条件试验	83
【实验二十五】 邻二氮菲分光光度法测定微量铁	85
【实验二十六】 紫外吸收光谱法测定水中的苯酚	89
【实验二十七】 苯甲酸红外吸收光谱的测绘	90
【实验二十八】 原子吸收光谱法测定饮用水中的钙	92
【实验二十九】 原子吸收光谱法测定水中镁的含量	94
【实验三十】 原子吸收光谱法测定铝合金中的铜	96
【实验三十一】 电感耦合等离子体原子发射光谱法 (ICP-AES) 测定锌锭 中铅的含量	98
【实验三十二】 分子荧光法测定奎宁的含量	99
【实验三十三】 自来水中含氟量的测定 (标准曲线法)	100
【实验三十四】 离子电极测定牙膏中的微量氟 (标准加入法)	102
【实验三十五】 水中 I^- 和 Cl^- 的连续测定 (电位滴定法)	104
【实验三十六】 自动电位滴定法测定硫酸铜电解液中氯离子	105
【实验三十七】 库仑滴定法测定药片中维生素 C 的含量	106
【实验三十八】 苯及同系物的测定	108
【实验三十九】 废水中苯、甲苯、二甲苯含量的气相色谱分析	110
【实验四十】 气相色谱法测定酒中甲醇含量	113
【实验四十一】 反相液相色谱法分离芳香烃	114
第八章 仪器分析综合设计性实验	116
【实验四十二】 巯基棉分离富集-原子吸收法测定痕量镉	116
【实验四十三】 高效液相色谱法测定饮料中的咖啡因	118
【实验四十四】 从肉桂皮等中药材中提取肉桂油及其主要成分的鉴定	118

第三部分 附 录

附录 1 洗涤液的配制及使用	120
附录 2 市售酸碱试剂的浓度及相对密度	120
附录 3 常用指示剂	121
附录 4 不同温度下, 稀溶液体积对温度的补正值	123
附录 5 化学试剂纯度分级表	123
附录 6 元素的相对原子质量表 (1989 年)	124
附录 7 化合物的相对分子质量 (1989 年)	125
附录 8 常用基准物质的干燥条件和应用	128
附录 9 无机酸在水溶液中的解离常数 (25℃)	129
附录 10 EDTA 的 $\lg\alpha_{Y(H)}$ 值	130
附录 11 标准电极电势	131
附录 12 难溶化合物的溶度积常数	135
附录 13 原子吸收分光光度法中常用的分析线	138
参考文献	139

第一部分 化学分析实验

第一章 化学分析实验基本知识

第一节 分析化学实验的要求

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验与分析化学理论教学紧密结合，是化工、环境、生物、医药、食品、材料等专业的基础课程之一。

通过本课程的学习，重在加深学生对分析化学基本概念和基本理论的理解；正确和较熟练地掌握分析化学实验基本操作，学习分析化学实验的基本知识，掌握典型的化学分析方法；建立起“量”的概念，运用误差理论和分析化学理论知识，找出实验中影响分析结果的关键环节，在实验中做到心中有数、统筹安排，学会正确合理地选择实验方法和实验仪器，正确处理实验数据，以保证实验结果准确可靠；培养良好的实验习惯，实事求是的科学态度、严谨细致的工作作风和坚韧不拔的科学品质；提高观察、分析和解决问题的能力，为学习后续课程和将来实际工作打下良好的基础。

为了达到上述目的，对分析化学实验课提出以下基本要求。

1. 认真预习

每次实验前必须明确实验目的和要求，了解实验步骤和注意事项，写好预习报告，做到心中有数。

2. 仔细实验，如实记录，积极思考

实验过程中，要认真学习有关分析方法的基本操作技术，在教师的指导下正确使用仪器，要严格按照规范进行操作。细心观察实验现象，及时将实验条件和现象以及分析测试的原始数据记录在实验记录本上，不得随意涂改；同时要勤于思考分析问题，培养良好的实验习惯和科学作风。

3. 认真写好实验报告

根据实验记录进行认真整理、分析、归纳、计算，并及时写好实验报告。实验报告一般包括实验名称、实验日期、实验原理、主要试剂和仪器、工作条件、实验步骤、实验数据及其分析处理、实验结果和讨论。实验报告应简明扼要，图表清晰。

4. 严格遵守实验室规则，注意安全

保持实验室内安静、整洁。实验台面保持清洁，仪器和试剂按照规定摆放整齐有序。爱护实验仪器设备，实验中如发现仪器工作不正常，应及时报告教师处理。实验中要注意节约、安全使用电、水和有毒或腐蚀性的试剂。每次实验结束后，应将所用的试剂及仪器复

原,清洗好用过的器皿,整理好实验室。

第二节 分析化学实验的一般知识

一、玻璃器皿的洗涤

分析化学实验中使用的玻璃器皿应洁净透明,其内外壁能为水均匀地润湿且不挂水珠。

1. 洗涤方法

洗涤分析化学实验用的玻璃器皿时,一般要先洗去污物,用自来水冲净洗涤液,至内壁不挂水珠后,再用纯水(蒸馏水或去离子水)淋洗三次。去除油污的方法视器皿而异,烧杯、锥形瓶、量筒和离心管等可用毛刷蘸合成洗涤剂刷洗。滴定管、移液管、吸量管和容量瓶等具有精密刻度的玻璃量器,不宜用刷子刷洗,可以用合成洗涤剂浸泡一段时间。若仍不能洗净,可用铬酸洗液洗涤。洗涤时先尽量将水沥干,再倒入适量铬酸洗液洗涤,注意用完的洗液要倒回原瓶,切勿倒入水池。光学玻璃制成的比色皿可用热的合成洗涤剂或盐酸-乙醇混合液浸泡内外壁数分钟(时间不宜过长)。

2. 常用的洗涤剂

(1) 铬酸洗液 是饱和 $K_2Cr_2O_7$ 的浓溶液,具有强氧化性,能除去无机物、油污和部分有机物。其配制方法是:称取 10g $K_2Cr_2O_7$ (工业级即可)于烧杯中,加入约 20mL 热水溶解后,在不断搅拌下,缓慢加入 200mL 浓 H_2SO_4 ,冷却后,转入玻璃瓶中,备用。铬酸洗液可反复使用,当溶液由暗红色变成绿色时,表示已经失效,需重新配制。铬酸洗液腐蚀性很强,且对人体有害,使用时应特别注意安全,不可将其直接排入下水道。

(2) 合成洗涤剂 主要是洗衣粉、洗洁精等,适用于去除油污和某些有机物。

(3) 盐酸-乙醇溶液 是化学纯盐酸和乙醇(1+2)的混合溶液,用于洗涤被有色物污染的比色皿、容量瓶和移液管等。

(4) 有机溶剂洗涤液 主要是丙酮、乙醚、苯或 NaOH 的饱和乙醇溶液,用于洗去聚合物、油脂及其他有机物。

二、实验室安全知识

分析化学实验中,经常使用水、电、大量易破损的玻璃仪器和一些具有腐蚀甚至易燃、易爆或有毒的化学试剂。为确保人身和实验室的安全而且不污染环境,实验中需严格遵守实验室的安全规则。主要包括如下规则。

(1) 禁止将食物和饮料带进实验室,实验中注意不要用手摸脸、眼等部位。一切化学药品严禁入口,实验完毕后必须洗手。

(2) 使用浓酸、浓碱以及其他腐蚀性试剂时,切勿溅在皮肤和衣物上。涉及浓硝酸、盐酸、硫酸、高氯酸、氨水等的操作,均应在通风橱内进行。实验中强酸、强碱、刺激性液体等不慎溅到、流到皮肤、眼睛、衣物上时,应首先用大量清水冲洗,再视情况进行处理(如强酸入眼可用稀氨水清洗,强碱可用稀硼酸清洗)。需要时送医院治疗。夏天开启浓氨水、盐酸时一定要先用自来水将其冷却,再打开瓶盖。使用汞、汞盐、镉盐、六价铬、砷化物、氰化物等剧毒品时,要实行登记制度,取用时特别小心,切勿泼洒在实验台面和地面上,用过的废物、废液切不可乱扔,应分别回收,集中处理。实验中的其他废物、废液也要按照环保的要求妥善处理。

(3) 注意防火。实验室严禁吸烟。万一发生火灾,要保持镇静,立即切断电源和燃气源,并采取针对性的灭火措施。一般的小火用湿布、防火布或沙子覆盖燃烧物灭火。不溶于水的有机溶剂以及能与水起反应的物质如金属钠,一旦着火,绝不能用水浇,应用二氧化碳灭火器灭火。如电器起火,不可用水冲,应当立即切断电源,用 1211 (二氟一氯一溴甲烷) 灭火器灭火。情况紧急应立即报警。

(4) 使用各种仪器时,要在教师讲解或自己仔细阅读并理解操作规程后,方可动手操作。

(5) 安全使用水、电。离开实验室时,应仔细检查水、电、气、门、窗是否关好。

(6) 如发生烫伤和割伤应及时处理,严重者应立即送医院治疗。

第二章 化学分析实验操作规范

第一节 滴定分析基本操作

滴定分析又称容量分析。规范地使用容量器皿及准确地测量溶液的体积，是保证良好分析结果的重要因素。现将滴定分析常用器皿（滴定管、容量瓶、移液管等）及其基本操作分述如下。

一、滴定管

滴定管是用来进行滴定操作的器皿，用于测量滴定中所用标准溶液的体积。

1. 形状及分类

滴定管是一种细长、内径大小均匀具有刻度的玻璃管，管的下端有玻璃尖嘴。有25mL、50mL等不同容积规格。如50mL滴定管就是把滴定管分成50等份，每一等份为1mL；1mL中再分为10等份，每一小格为0.1mL。读数时，在每一小格间可估计出0.01mL。常用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（见图2-1）。酸式滴定管的下端有玻璃活塞，可盛放酸液及氧化剂，不能盛放碱液，因为碱液会使活塞与活塞套黏合，难以转动。碱式滴定管的下端连接一橡皮管，内放一玻璃珠，以控制溶液的流出，下面再连一尖嘴玻璃管。这种滴定管可盛放碱液，而不能盛放酸或氧化剂等腐蚀橡皮的溶液。

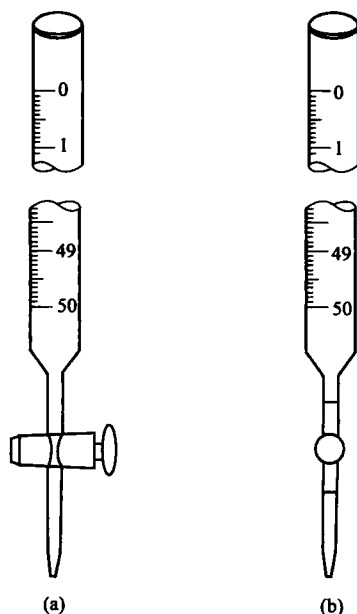


图 2-1 酸式滴定管 (a) 和碱式滴定管 (b)

2. 滴定管使用前的准备

(1) 酸式滴定管，活塞加橡皮圈；碱式滴定管加滴头（橡皮管、玻璃珠及尖嘴玻璃管，橡皮管中的玻璃珠应大小合适）。

(2) 试漏 装水至零刻度线, 并放置 2min, 检查否漏水。对酸式滴定管, 检查活塞两端是否有水, 2min 后, 旋转活塞 180° , 再检查活塞两端是否有水。如果发现漏水, 酸式滴定管则应该涂凡士林, 碱式滴定管则应更换玻璃珠或橡皮管。

(3) 洗涤

① 当滴定管没有明显污染时, 可直接用自来水冲洗、或用洗涤剂溶液浸洗 (不可用去污粉)。

② 当用洗涤剂洗不干净时, 可用铬酸洗液润洗。从滴定管上口倒入约 10mL 洗液, 用双手边转动滴定管边向管口倾斜, 使洗液布满全管, 反复转动 2~3 次, 然后从滴定管尖嘴将洗液放回原瓶中。滴定管粘有的残余洗液, 用少量的自来水洗后, 倒入废液缸中。滴定管再用自来水冲洗, 随后用蒸馏水 (每次 5~10mL) 润洗三次即可使用。

对于碱式滴定管, 用洗液洗涤后可考虑更换橡皮管。

(4) 酸式滴定管的活塞涂油 当滴定管活塞转动不灵活或漏水时, 活塞应该涂油 (凡士林)。

先取下活塞上的小橡皮圈, 取下活塞, 用软布或软纸将活塞、活塞槽擦拭干净, 用软布或软纸卷成小卷, 插入活塞槽, 来回擦拭, 以使内壁擦拭干净。

用手指粘少量凡士林擦在活塞的两头, 沿四周各涂一薄层; 使活塞孔与滴定管平行并将活塞插入活塞槽中, 然后向同一方向转动活塞, 直到全部透明为止 (见图 2-2), 并套上小橡皮圈。套橡皮圈时, 应该将滴定管放在台面上, 一手顶住活塞大头, 一手套橡皮圈, 以免活塞顶出。

如仍转动不灵活或有纹路, 表明涂油不够; 如有油从旋塞缝挤出, 表明涂油太多。遇到这种情况, 必须重新涂油。如发现活塞孔或出水口被凡士林堵塞, 必须清除。如果是活塞孔堵塞, 可以取下活塞, 用细铜丝捅出; 如果是出水口堵塞, 则用水充满全管, 并将出水口浸入热水中, 片刻后打开活塞, 使管内的水突然冲下, 将熔化的凡士林带出。如这样还不能解决, 则可用有机溶剂 (四氯化碳) 浸溶。如还不能解决, 则用导线的细铜丝, 如图 2-3 操作, 将堵塞物带出, 操作应十分小心, 转动时应轻。

3. 滴定管的使用及滴定操作

(1) 操作溶液的装入

① 用操作溶液润洗: 装入操作溶液之前, 用此操作溶液润洗三次, 每次用液 10~15mL。润洗时, 先将活塞关好, 将试剂瓶中的溶液摇匀, 直接从试剂瓶倒入溶液, 然后双手边转动滴定管边向管口倾斜, 使溶液布满全管, 最后尖嘴全部放出润洗液 (尽量放净), 重复润洗 2~3 次。

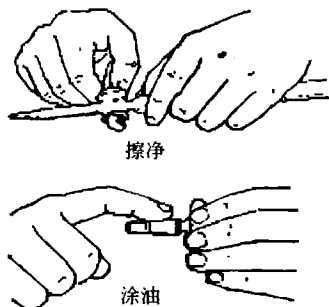


图 2-2 擦凡士林

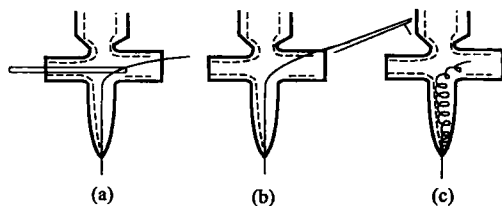


图 2-3 滴定管管尖堵塞物清除

② 操作液的装入：摇匀操作液，直接将操作液从滴定管上口加入，不可借助其他器皿，直到溶液达到零刻度线以上为止。

③ 排气：将操作液充满滴定管后，应检查管的出口下部尖嘴部分是否充满溶液。若有气泡，如为酸式滴定管可转动活塞，使溶液急速流下驱除气泡；如为碱式滴定管，则可将橡皮管向上弯曲，管身倾斜 $30^{\circ} \sim 40^{\circ}$ ，并在稍高于玻璃珠所在处用手指挤压，使溶液从尖嘴口喷出，气泡即可除尽，如图 2-4 所示。

(2) 滴定管的读数 读数前，先将管下端悬挂的液滴除去。读数时应将滴定管从滴定架上取下，用右手拇指和食指轻捏滴定管上部无刻度处，使滴定管保持垂直。

滴定管内的液面呈弯月形，无色溶液的弯月面比较清晰。读数时，眼睛视线与溶液弯月面下缘实线的最低点相切。眼睛的位置不同会得出不同的读数（见图 2-5）。为了使读数清晰，亦可在滴定管后面衬一张白纸片作为背景，形成颜色较深的弯月带，读取弯月面的下缘，这样做不受光线的影响，易于观察。也可在滴定管后面衬黑白色卡片，该卡片是在厚白纸上涂一黑长方形，使用时将读数卡紧贴于滴定管后面，并使黑色的上边缘位于弯月液面最低点约 1mm 处（见图 2-6）。深色溶液的弯月面难以看清，如 KMnO_4 溶液，可观察液面的上缘（见图 2-7）。有些滴定管的背后有一条白底蓝线，称“蓝带”滴定管。在这种滴定管中，液面呈现三角交叉点，读取交叉点与刻度相交点即可。滴定管读数时应估读到 0.01mL。

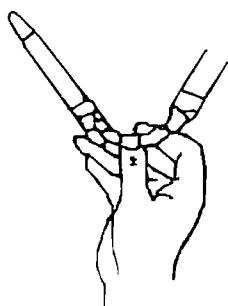


图 2-4 碱式滴定管排气泡的方法

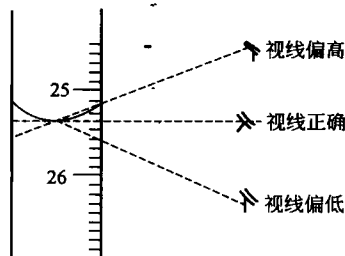


图 2-5 滴定管的读数

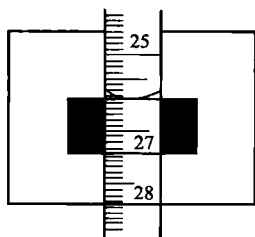


图 2-6 后背衬纸片的读数方法

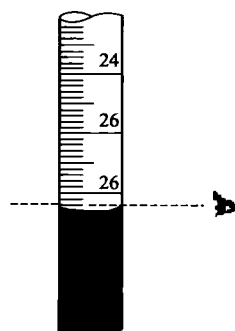


图 2-7 深色溶液读数

由于滴定管刻度不可能完全均匀，所以在同一实验的每次滴定中，溶液的体积应该控制在滴定管刻度的同一读数段，例如第一次滴定是在 $0 \sim 30\text{mL}$ 的读数段，那么第二次滴定也使用这个读数段。这样由于刻度不准确而引起的误差可以减小。注意：滴定时所用操作溶液的体积不能超过滴定管的容量。

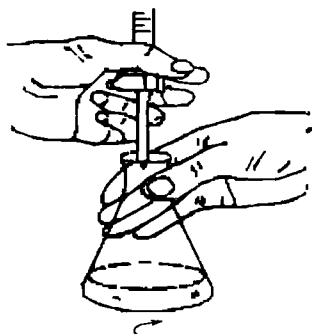


图 2-8 酸式滴定管滴定操作

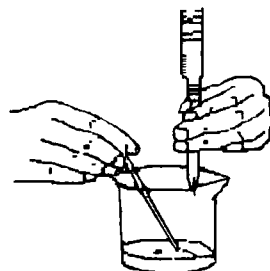


图 2-9 碱式滴定管滴定操作

(3) 滴定管的操作 使用酸式滴定管时 (见图 2-8), 左手拇指在前, 食指及中指在后, 一起控制活塞。转动活塞时, 手指微微弯曲, 轻轻向里扣住, 手心不要顶住活塞小头一端, 以免顶出活塞使溶液溅漏。使用碱式滴定管时 (见图 2-9), 用左手的大拇指和食指捏挤玻璃珠所在部位稍上的橡皮管 (注意不要捏挤玻璃珠下部, 如捏下部, 则放手时管尖就会产生气泡), 使之与玻璃珠之间形成一条可控制的缝隙, 溶液即可流出。

滴定时, 按图 2-8 所示, 左手控制溶液流量, 右手拿住锥形瓶的瓶颈, 并向同一方向作圆周运动旋摇, 这样使滴下的溶液能较快地被分散进行化学反应。注意: 溶液滴出速率不要太快, 约 3~4 滴/s, 不能形成水柱; 旋摇时不要使瓶内溶液溅出。在接近终点时, 必须用少量蒸馏水吹洗锥形瓶内壁, 使溅起的溶液流下, 作用完全。同时, 滴定速率要放慢, 以防滴定过量, 每次加入 1 滴或半滴溶液后, 不断摇动, 直至到达终点。滴加 1 滴或半滴的方法是: 使液滴悬挂管尖而不让液滴自由滴下, 再用锥形瓶内壁将液滴碰下, 然后用洗瓶吹入少量水, 将内壁的溶液洗入瓶中, 或用洗瓶直接将悬挂的液滴冲入瓶内。

在烧杯中滴定时, 调节滴定管的高度, 使滴定管的下端伸入烧杯内 1cm 左右。滴定管下端应在烧杯中心的左后方处, 但不要靠内壁。右手持搅拌棒左右搅拌溶液。在左手滴加溶液的同时, 右手应做圆周搅动, 但不得接触烧杯壁和底 (见图 2-9)。在加半滴溶液时, 用搅棒下端承接悬挂的半滴溶液, 放入烧杯中搅匀。注意: 搅拌只能接触溶液, 不能接触滴定管尖和烧杯壁。

滴定结束后, 滴定管剩余的溶液应弃去, 不得将其倒回原瓶, 以免沾污整瓶溶液。随即洗净滴定管, 然后用蒸馏水充满全管, 并盖住管口, 或用水洗净后倒置在滴定管架上。

二、容量瓶

容量瓶 (也称量瓶) 是一种细颈梨形的平底玻璃瓶, 通常由无色或棕色玻璃制成, 带有磨口玻璃塞。颈上有一标线, 表示在指定温度下, 当溶液充满至液面的弯月面与标线相切时, 所容纳的溶液体积等于瓶上标示的体积。容量瓶一般用来准确配制标准溶液、试样溶液或定量的稀释溶液。

容量瓶常用的规格有 10mL、25mL、50mL、100mL、250mL、500mL 及 1000mL 等。使用容量瓶时应注意以下几点。

1. 检漏

容量瓶在使用前先要检查其是否漏水。检查的方法是: 加水至标线附近, 盖上瓶塞后, 一手用食指按住瓶塞, 其余手指拿住瓶颈, 另一手用指尖托住瓶底边缘, 将瓶倒立 2min,

用滤纸片检查瓶塞周围是否有水渗出；将瓶塞旋转 180° 再检查一次。检查两次很有必要，因为有时瓶塞与瓶口不是任何位置都密合的。合格后用皮筋或塑料绳将瓶塞和瓶颈上端拴在一起，一方面防止瓶塞摔碎或与其他瓶塞弄混，另一方面还可避免瓶塞因放在实验台上而引起沾污。

2. 洗涤

配制溶液时，应将容量瓶洗净。用水冲洗后，观察内壁是否挂水珠，如还不洁净，可倒入铬酸洗液浸泡内壁，也可使用去污粉、洗洁精、肥皂液洗涤，然后依次用自来水和纯净水洗净，使内壁不挂水珠。

3. 定量转入溶液

(1) 用固体物质配制溶液时，最常用的方法是将待溶固体准确称出，置于小烧杯中，加水或其他溶剂将固体溶解，溶解时搅拌棒不能碰烧杯壁，更不能用搅拌棒碾磨、压搅。必要时可加热加速溶解，但要冷却到室温后，才能转移到容量瓶。

(2) 定量转移溶液时，一手将搅拌棒悬空插入容量瓶内 $2\sim 3\text{cm}$ ，一手拿烧杯，烧杯嘴紧靠搅拌棒，倾斜烧杯，使溶液沿搅拌棒慢慢流入，搅拌棒的下端要靠紧瓶颈内壁，注意搅拌棒不要与瓶口接触，以免溶液溢出（见图 2-10）。待烧杯中溶液倒完后，把烧杯沿搅拌棒向上提起，同时使烧杯直立，再将搅拌棒放回烧杯中。然后，用洗瓶吹洗搅拌棒和烧杯内壁，再将溶液按上述方法转移到容量瓶中。如此转移、吹洗的操作一般应重复 5 次以上，以保证定量转移完全。然后加溶剂稀释，当加入溶剂至容量瓶的 $2/3$ 容积时，用一手食指和中指夹住瓶塞的扁头，将容量瓶拿起，沿水平方向旋摇容量瓶，使溶液初步混匀。继续加溶剂至接近瓶颈标线，等 $1\sim 2\text{min}$ 使附在瓶颈内壁的溶液流下，改用滴管加溶剂至溶液的弯月面下缘与标线相切（ 500mL 以下的容量瓶用两只手指拿着溶液以上部位观察， 500mL 或以上的可放在水平的桌面观察）。盖上瓶塞。一手捏住瓶颈上端，食指压住瓶塞，另一手指尖托住瓶底边缘，将容量瓶倒立，使气泡全部到底部后以圆周摇荡（见图 2-10），以混匀溶液，再将容量瓶直立，使气泡全部回到颈部，如此重复 10 次左右，可使溶液充分混匀。

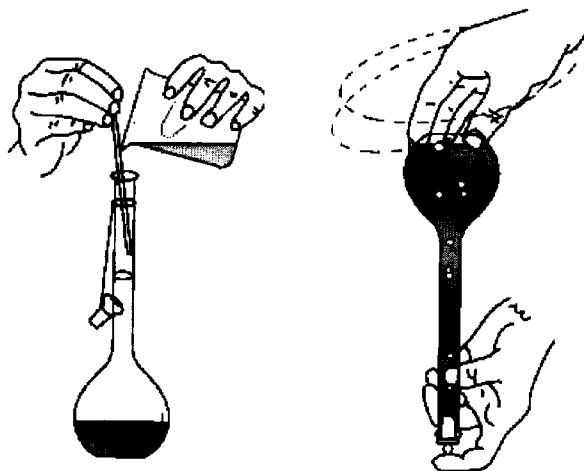


图 2-10 容量瓶的使用

托容量瓶的手要尽量减少与瓶身的接触面积，以免体温对溶液体积造成影响。如用容量瓶来稀释溶液，则用移液管或吸量管移取一定体积的溶液于容量瓶中，然后，再按前述方法稀释、混匀溶液。

4. 存放

容量瓶不能久储溶液，尤其是碱性溶液。所以配好溶液后，应将溶液倒入清洁、干燥的试剂瓶中储存，容量瓶不能用火直接加热及烘烤。

容量瓶使用完毕应立即用水冲洗干净。如长期不用，磨口处应洗净擦干，并用纸片将磨口隔开。

三、移液管、吸量管及其使用

1. 移液管

移液管（吸量管）用于准确移取一定体积的溶液。通常有两种形状，一种移液管中间有膨大部分，称为单标移液管（胖肚吸管），在管的上端有一环形标线，膨大部分标有它的体积和标定时的温度；常用的有 2mL、5mL、10mL、25mL、50mL 等几种规格。另一种是直形的，管上有分刻度，称为吸量管（刻度吸管）；常用的有 1mL、2mL、5mL、10mL 等规格（见图 2-11）。通常，单标移液管比刻度吸量管有更好的精度，但两者都可满足化学分析和仪器分析的精度要求。

2. 洗涤

移液管使用前应吸取洗涤液洗涤。若污染严重，则可放在高型玻璃桶或大量筒内用洗涤液浸泡。移液管和吸量管的管口小，不能刷洗，可用铬酸洗液泡洗。其洗涤方法与滴定管相似，洗至内壁和外壁不挂水珠，并用蒸馏水润洗三次。

3. 润洗

移取溶液之前，必须先用待移取的溶液润洗，方法是：吸取一定量的溶液，立即用右手食指按住管口（尽量勿使溶液回流），将管放平，用两手拿住并转动移液管，使溶液布满全管内壁，再将管直立，使溶液由尖嘴放出，弃去；重复三次。

4. 移取溶液

用移液管移取溶液时，右手拿移液管，左手拿洗耳球；拿移液管的手，拇指与中指拿住移液管上端距管口 2~3cm 的部位，食指在管口的上方，将移液管插入待吸溶液液面以下 1~2cm（若插入太深，外壁粘带溶液较多；若插入太浅，液面下降时会吸空气）；左手先排出洗耳球中的空气，再将洗耳球紧靠在移液管上口。慢慢松开洗耳球，借助吸力吸取溶液（见图 2-12）。当管中的液面上升至标线以上时，迅速用食指按住管口，嘴尖紧贴盛装溶液容器的内壁并沿内壁转两圈，以除去管外壁上的溶液。然后使容器倾斜成约 30°，其内壁与移液管尖紧贴，此时右手食指微微松动，使液面缓缓下降，直到视线平视时弯月面与标线相切，这时立即用食指按紧管口。移开待吸液容器，左手改拿接收溶液的容器，并将接收容器倾斜约 30°，使内壁紧贴移液管尖（见图 2-13）。然后松开右手食指使溶液自由地沿容器壁流下，待下降的液面静止后，再等待 15s，然后拿出移液管（注意：在调定零点和排放溶液的过程中，移液管都要保持垂直）。流液口内残留的一点溶液是移液管设计时所保留的，不计入转移溶液的体积，绝不可用外力使其被振出或吹出。

移液管用完后应放在管架上，不要随便放在实验台上，尤其要防止管颈下端被污染。

吸量管使用方法与移液管相同，通常是使液面从吸量管的最高刻度降低到另一刻度，两刻度之间的体积则为所需的体积。要注意的是，平行移取或同一标准系列移取不同体积的溶液时，应使用同一支吸量管，而且尽可能使用上面部分，最大移取体积不得大于吸量管的标称体积。如吸量管中的溶液需全部放出，要注意吸量管上的标示，若上面标有“吹”字的，