

PHARMACY

药物分析实验指导

张少华◎主编



YAOWU FENXI
SHIYAN ZHIDAO



北京师范大学出版集团
BEIJING NORMAL UNIVERSITY PUBLISHING GROUP
安徽大学出版社

PHARMACY

药物分析实验指导

YAOWU FENXI
SHIYAN ZHIDAO

主 编 张少华

参编人员 (按姓氏笔画排序)

马黄英 王秋华

张小丽 张少华

常州大学图书馆
藏书章



北京师范大学出版集团
BEIJING NORMAL UNIVERSITY PUBLISHING GROUP
安徽大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

药物分析实验指导/张少华主编. —合肥:安徽大学出版社,2017.9

ISBN 978-7-5664-1496-0

I. ①药… II. ①张… III. ①药物分析—实验 IV. ①R917—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2017)第 223818 号

药物分析实验指导

张少华 主编

出版发行:北京师范大学出版集团
安徽大学出版社
(安徽省合肥市肥西路3号 邮编 230039)
www.bnupg.com.cn
www.ahupress.com.cn

印刷:安徽昶颀包装印务有限责任公司

经销:全国新华书店

开本:184mm×260mm

印张:7.5

字数:147千字

版次:2017年9月第1版

印次:2017年9月第1次印刷

定价:33.00元

ISBN 978-7-5664-1496-0

策划编辑:刘中飞 武溪溪

责任编辑:刘贝 武溪溪

责任印制:赵明炎

装帧设计:李军

美术编辑:李军

版权所有 侵权必究

反盗版、侵权举报电话:0551-65106311

外埠邮购电话:0551-65107716

本书如有印装质量问题,请与印制管理部联系调换。

印制管理部电话:0551-65106311

前 言

《药物分析实验指导》是中职药剂专业的专业基础实验教材,本书编写的目的是强化学生对理论知识的学习,同时加强学生对实验操作技能的练习。

本书的编写有两大特点:一是改变以往教材重理论、轻实践的特点,将理论知识和实验操作相结合。理实相结合,更适合中职学生学习好专业课。二是改变以往教材章节式的编写形式,采用模块化、项目化、任务化方式。本书结合常见药物的分析,共分为基础实验仪器操作、标准试剂的配制、典型药物的鉴别、典型药物的杂质检查、典型药物的含量分析等五大模块、十八个小项目,每个项目由若干个任务构成。为了保持实验的完整性,书后附有实验报告,学生在完成实验的同时可完成实验报告,检验实验操作练习的效果。药物分析的理论知识最终是要与操作技能结合的,最终是要应用到实践工作当中去的。希望同学们本着认真、负责的态度,努力练习,提高自己的操作技能水平。

鉴于作者水平有限、时间仓促,本书可能存在不足之处,希望广大读者朋友批评指正,也欢迎各位读者朋友对本书提出宝贵的建议。

张少华

2017年7月

实验要求

药物分析实验是一门很严肃、很认真的课程,望同学们在实验时做到:

一、认真验证实验教材指定的药物分析理论,加深对本学科专业知识的理解。

二、正确掌握实验教材中各类代表性药物的分析方法,熟练掌握各种分析技术的操作技术,培养独立开展药物分析工作的能力。

三、全面了解药物分析工作的性质和内容,培养严肃认真、实事求是的科学态度和工作作风。

四、认真预习,明确实验目的,弄清实验原理和操作要点,预先安排好实验进程,预估实验中可能发生的问题及处理办法。

五、严格按实验规程操作,操作应力求正规,并细心观察实验现象。

六、及时做好完整、确切的原始记录。原始记录不得记于纸条上、手上或其他笔记本上,再撰写,应直接记于实验记录本上。

七、防止试剂、药品污染,取用时应仔细观察标签和取用工具上的标志,杜绝错盖或不盖瓶塞的现象。公用试剂、药品应在指定位置取用,不得随意挪动。

八、爱护仪器、小心使用仪器,破损仪器应及时登记报损、补发。动用精密仪器时,须经教师同意,用毕须登记、签名。

九、实验时确保安全,时刻注意防火、防爆。发现事故苗头应及时报告,不懂时不要擅自动手处理。

十、爱护公物,节约水电、药品和试剂。

十一、实验完毕应认真清理实验台,仪器洗净后放回原位,锁好柜子,经教师同意后,方可离开。值日生应负责全面打扫实验室卫生。

十二、认真总结实验结果,按指定格式写好实验报告,并按时提交。

目 录

模块一	基础实验仪器的操作	1
项目一	容量瓶	1
项目二	移液管	4
项目三	滴定管	7
项目四	托盘天平和电子天平	12
项目五	紫外分光光度计	17
模块二	标准试剂的配制	22
项目一	0.1 mol · L ⁻¹ 氯化钠溶液配制	22
项目二	标准酸碱滴定液的配制与标定	25
项目三	高锰酸钾标准溶液的配制与标定	30
模块三	典型药物的鉴别	32
项目一	芳酸及其酯类药物的鉴别	32
项目二	磺胺甲恶唑的鉴别	37
模块四	典型药物的杂质检查	39
项目一	药物的杂质检查	39
项目二	葡萄糖中 Cl ⁻ 和 SO ₄ ²⁻ 的检查	54
项目三	有关物质的色谱检查	55
模块五	典型药物的含量测定	59
项目一	苯甲酸的含量测定	59
项目二	阿司匹林含量的测定	61
项目三	异烟肼片的质量分析	64
项目四	维生素 C 制剂分析	65
项目五	紫外-可见分光光度法测定水杨酸的含量	67

模块一 基础实验仪器的操作

项目一 容量瓶

任务一 认识容量瓶

容量瓶是为配制准确的一定物质的量浓度的溶液而使用的精确仪器,容量瓶也叫量瓶。它是一种带有磨口玻璃塞的细长颈、梨形的平底玻璃瓶,颈上有刻度。当瓶内体积在所指定温度下达到标线时,其体积即为所标明的容积数,这种容量瓶一般是“量入”的容量瓶。但也有刻两条标线的容量瓶,上面一条表示量出的容积。容量瓶常和移液管配合使用,把某种物质分为若干等份,主要用于直接法配制标准溶液和准确稀释溶液以及制备样品溶液。容量瓶有多种规格,小的有 5 mL、25 mL、50 mL、100 mL 等,大的有 250 mL、500 mL、1000 mL、2000 mL 等,实验中常用的是 100 mL 和 250 mL 的容量瓶。

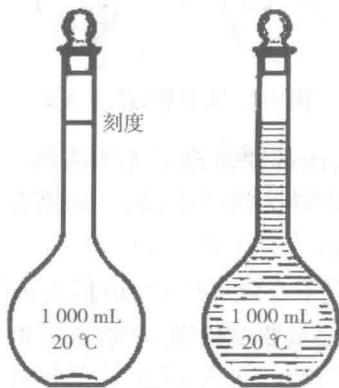


图 1-1 容量瓶

任务二 容量瓶的使用

实验目的

1. 认识容量瓶。
2. 正确使用和清洗容量瓶。

实验用品

器材:容量瓶、烧杯、药匙、玻璃棒、胶头滴管等。

试剂:纯化水、氯化钠等。

实验步骤

1. 检漏。使用前检查瓶塞处是否漏水。具体操作方法是:在容量瓶内装入适量水,塞紧瓶塞,用右手食指顶住瓶塞,左手五指托住容量瓶底,将其倒立(瓶口朝下),观察容量瓶是否漏水。若不漏水,将容量瓶正立且将瓶塞旋转 180° 后,再次倒立,检查容量瓶是否漏水,操作如图 1-2 所示。若两次操作时,容量瓶瓶塞周围皆无水漏出,即表明容量瓶不漏水。经检查不漏水的容量瓶才能使用。

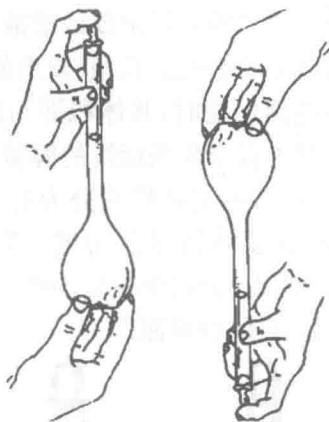


图 1-2 容量瓶的检漏操作

2. 洗涤。容量瓶在使用前都要洗涤。先用洗液洗,再用自来水冲洗,最后用蒸馏水洗涤干净(内壁不挂水珠为洗涤干净)。如果有难以洗涤的污渍,可以用肥皂水或者重铬酸钾溶液洗涤。

3. 转移。取 2 g NaCl 置于小烧杯中,加适量水溶解,然后用玻璃棒引流至容量瓶中,玻璃棒的顶端贴住容量瓶颈内壁,使溶液顺玻璃棒流下,待溶液全部流完后,用纯化水洗涤烧杯、玻璃棒 3~4 次,洗液全部转移至容量瓶。

4. 定容。定量转移后,加纯化水到容量瓶容积的 $2/3$ 。旋转容量瓶,使溶液初步混合。然后慢慢加纯化水至距标线 1 cm 左右,改用滴管滴加,直到液体凹液面最低点与标线相切。盖好瓶塞,倒转容量瓶,摇动数次,再直立,如此反复十余次即可把定容后的溶液摇匀。

5. 装瓶。把配制好的溶液倒入试剂瓶中,盖上瓶塞,贴上标签。

实验说明

容量瓶是用于配制标准溶液或稀释溶液的仪器,常和移液管配合使用。通常有 25 mL、50 mL、100 mL、250 mL、500 mL 和 1000 mL 等规格。

1. 在使用容量瓶之前应先做如下检查:

- (1) 瓶塞是否已用绳系在瓶颈上。
- (2) 标线位置距离瓶口的远近,若太近则不宜使用。
- (3) 磨口瓶塞是否配套,要求密闭、不漏水。

2. 用容量瓶配制标准溶液时,根据所需溶液的浓度和体积,计算基准试剂的需要量,在分析天平上准确称取基准试剂,置于小烧杯中。根据基准试剂的性质,用水、酸或其他溶剂溶解。如果基准试剂易溶于水,则将玻璃棒下端紧靠烧杯内壁,沿玻璃棒倒入少量蒸馏水,并搅拌使基准试剂溶解,注意防止溶液溅出。若基准试剂难溶于水,可盖上表面皿,稍加热,但须冷却后才能定量转移至容量瓶中。转移时,右手拿玻璃棒,左手拿烧杯,玻璃棒插入容量瓶内。玻璃棒下端靠着容量瓶颈内壁,烧杯嘴紧靠玻璃棒以使溶液沿玻璃棒慢慢流入。待溶液流完后,用洗瓶吹洗玻璃棒和烧杯内壁,按同法转入容量瓶中。重复洗涤 5~6 次。当溶液稀释到容量瓶容积的 $\frac{3}{4}$ 左右时,盖上瓶塞,拿起容量瓶摇动数次,使溶液混匀。继续加蒸馏水至接近标线 1~2 cm 处,等待 1~2 min,待沾在容量瓶颈内壁的溶液流下后,用滴管逐滴加入蒸馏水至凹液面与标线相切。盖好瓶塞,用食指压住瓶塞,另一只手握住容量瓶的底部,不断转动,待气泡上升至顶部时,再倒转摇动,如此反复几次使溶液充分混合均匀。根据基准试剂的称取量及容量瓶的容积,计算所配制标准溶液的浓度,有时容量瓶也用来稀释溶液。用移液管移取一定量准确浓度的溶液至容量瓶中,稀释到刻度,摇匀,可得准确浓度的稀溶液。

注意事项

1. 溶液必须冷却至室温后,才能稀释到标线,否则溶液的体积会造成误差。
2. 不要用容量瓶长期存放溶液,尤其是碱溶液,它会侵蚀瓶壁并使瓶塞粘住,无法打开,配好的溶液如需保存,应转移到磨口试剂瓶中。
3. 容量瓶不能在烘箱中烘烤,也不能用任何方式对其加热(包括热水和温水)。

任务三 课堂练习

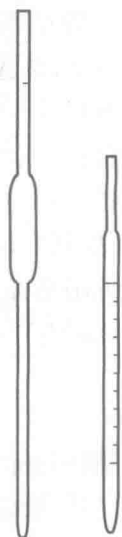
1. 练习容量瓶的检漏和洗涤。
2. 练习容量瓶的使用。

项目二 移液管

任务一 认识移液管

移液管是用来准确移取一定体积的溶液的量器。移液管是一种量出式仪器，只用来测量它所放出溶液的体积。它是一根中间有一膨大部分的细长玻璃管。其下端为尖嘴状，上端的管颈处刻有一条标线，是移取准确体积溶液的标志。

常用的移液管有 5 mL、10 mL、25 mL 和 50 mL 等规格。通常又把具有刻度的直形玻璃管称为吸量管(如图 1-3 所示)。常用的吸量管有 1 mL、2 mL、5 mL 和 10 mL 等规格。移液管和吸量管所移取的体积通常可准确到 0.01 mL。



移液管 吸量管

图 1-3 移液管和吸量管

任务二 移液管的使用

实验目的

1. 学会移液管、吸量管的洗涤方法。
2. 掌握移液管、吸量管的正确使用方法，正确拿捏洗耳球。
3. 区分移液管和吸量管。
4. 培养学生严谨认真的科学态度和实际操作能力。

实验用品

器材：烧杯、吸量管(5 mL)、移液管(20 mL)、洗耳球、烧杯、毛刷等。

试剂：纯化水、铬酸洗液等。

实验步骤

1. 检查。使用移液管前,首先要看一下移液管标记、准确度等级、刻度标线位置等。

2. 洗涤。一般情况下,玻璃仪器的洗涤尽量使用自来水,如果内壁上的水均匀细润而内壁上不挂水珠,则表明仪器洁净。否则,可用毛刷蘸取肥皂液或洗涤剂刷洗。如仍不能洗净,可以用铬酸洗液处理。

3. 润洗。移取溶液前,应先用滤纸将移液管末端内外的水吸干,然后用待移取的溶液润洗移液管壁 2~3 次,以确保所移取溶液的浓度不变。

4. 吸液。用右手的拇指和中指捏住移液管的上端,将移液管的下端插入待吸取的溶液中,插入不要太浅或太深,一般深度为 10~20 mm,太浅会产生吸空,把溶液吸到洗耳球内弄脏溶液,太深又会在管外沾附过多溶液。左手拿洗耳球,先把洗耳球中的空气压出,再将球的尖嘴接在移液管上口,慢慢松开压扁的洗耳球,使溶液吸入移液管内。先吸入该移液管容量 1/3 左右的溶液,用右手的食指按住移液管上口,取出,横持,并转动移液管,使溶液接触到刻度以上部位,以除去移液管内壁的水分,然后将溶液从移液管的下口放出。如此反复洗 3 次后,即可吸取溶液至刻度以上,立即用右手的食指按住移液管上口。

5. 调节液面。将移液管向上提升至末端离开液面,移液管的末端仍靠在盛溶液器皿的内壁上,管身保持直立,略微放松食指(有时可微微转动吸管),使移液管内的溶液慢慢地从下口流出,直至溶液的凹液面与标线相切,立即用食指压紧移液管上口。将尖端的液滴靠壁去掉,移出移液管,插入承接溶液的器皿中。

6. 放出溶液。承接溶液的器皿如果是锥形瓶,应使锥形瓶倾斜 30°,移液管直立,移液管下端紧靠锥形瓶内壁,稍松开食指,让溶液沿瓶壁慢慢流下。全部溶液流完后,需等 15 s 再拿出移液管,以便使附着在管壁上的部分溶液流出。如果移液管上未标明“吹”字,则残留在管尖末端内的溶液不可吹出,因为移液管所标定的量出容积并未包括这部分残留溶液。

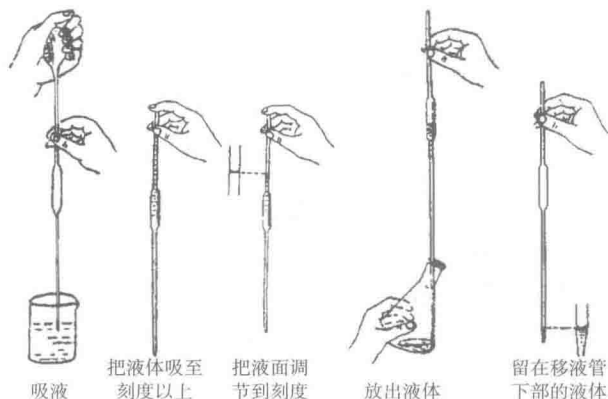


图 1-4 移液管吸取溶液的操作步骤

实验说明

1. 移液管是一根细长而中间有一膨大部分的玻璃管,在管颈上端刻有标线。膨大部分标有在一定温度下流出溶液的体积。如标记“25 mL, 20 °C”,表示在 20 °C 时该移液管移取溶液的凹液面与标线相切,然后让此溶液自然流出,流出溶液的体积等于移液管上所标示的体积(25 mL)。当溶液从移液管自由流出时,因毛细管作用,最后总有少量溶液留在移液管管尖末端。不要将这部分溶液吹出,因为移液管所指示的容积是根据自然流出的溶液体积来确定的。

2. 常用移液管有 5 mL、10 mL、25 mL 和 50 mL 等规格。常用的吸量管有 1 mL、2 mL、5 mL 和 10 mL 等规格。量取整数体积的溶液如 5 mL、10 mL、25 mL 等,应该用大小相应的移液管,不用吸量管。

3. 移液管和吸量管的洗涤同样需要洗液,而且还需较长时间浸泡,洗液洗过的移液管和吸量管用自来水充分冲洗后,再用少量蒸馏水洗 3 次。

4. 使用移液管移取溶液前,需用吸水纸将移液管尖端内外的水吸干,然后再用少量待移取的溶液洗涤 3 次。应注意,吸出的溶液不要回流,以防稀释溶液,用移液管自容量瓶中移取溶液时,右手拇指及中指放在移液管颈标线上方。将移液管尖端插到容量瓶内液面以下 1~2 mL 处,左手拿洗耳球,排除空气后,紧接移液管上口,借吸力使液面上升。当移液管内液面上升到标线以上时,迅速用右手食指按紧移液管上口,将移液管下口端提高至液面上。食指轻轻按住移液管上口,使移液管内液面缓慢平稳地下降。待移液管中溶液的凹液面与标线相切时,按紧食指,使溶液不再流出。将移液管放入承接器皿中,使出口尖端接触器皿内壁,器皿稍斜,而移液管保持直立,松开食指,让溶液自然地流出,待全部溶液流尽后,等待 15 s 取出。不要吹出残留溶液。吸量管的使用与移液管相同,为减少误差,吸量管每次都应从最上方刻度为起点,往下放出所要体积。而不是需要多少体积就吸取多少体积。

5. 标有“吹”字的吸量管放出溶液时,要吹出最后一滴溶液。标有“快”字的吸量管中的溶液流出较快,但不吹出最后残留的溶液。

6. 注意实验完毕后,要用自来水将移液管和吸量管冲洗干净。移液管和吸量管均不能在烘箱里烘干。

注意事项

1. 用滤纸轻轻擦去管体外面沾附的溶液。
2. 让空气从指缝中进入移液管内,使溶液慢慢地从移液管下口流出。
3. 放液时,承接溶液的器皿应倾斜,移液管直立,移液管下端紧靠器皿内壁。
4. 让溶液沿器皿内壁自然流下。
5. 溶液流完后,移液管尖端接触器皿内壁需停留 15 s。
6. 残留在移液管末端的少量溶液不可吹出。

任务三 课堂练习

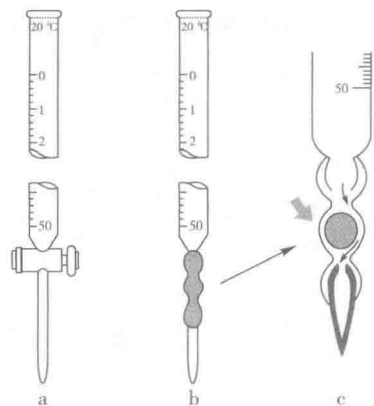
1. 洗涤和润洗移液管。
2. 使用移液管和吸量管量取适量的液体。

项目三 滴定管

任务一 认识滴定管

滴定管分为碱式滴定管和酸式滴定管。前者用于量取对玻璃管有侵蚀作用的液态试剂；后者用于量取对橡皮有侵蚀作用的液体。滴定管容量一般为50 mL，刻度的每一大格为1 mL，每一大格又分为10小格，故每一小格为0.1 mL。滴定管的精确度是百分之一，即可精确到0.01 mL。滴定管为一细长的管状容器，一端具有活栓开关，其上具有刻度指示量度。一般在上部的刻度读数较小，靠底部的读数较大。

酸式滴定管的下端具有玻璃活塞。碱式滴定管的下端用橡皮管连接一支带有尖嘴的小玻璃管。对于见光易分解的溶液，用棕色滴定管。还有一种滴定管为通用型滴定管，它带有聚四氟乙烯旋塞。



a. 酸式滴定管 b. 碱式滴定管 c. 碱式滴定管局部放大

图 1-5 酸式滴定管和碱式滴定管

一、酸式滴定管的构造特点

1. 酸式滴定管具有玻璃活塞，能取或滴定酸性溶液或氧化性试剂。
2. 滴定管上边的刻度小(有“0”刻度)，下边的刻度大。
3. 滴定管的精确度是百分之一，即可精确到0.01 mL。
4. 下部尖嘴内的液体不在刻度内，量取或滴定溶液时不能将尖嘴内的液体放出。

二、碱式滴定管的构造特点

1. 碱式滴定管具有橡胶管、玻璃珠,能量取或滴定碱性溶液。
2. 滴定管上边的刻度小(有“0”刻度),下边的刻度大。
3. 滴定管的精确度是百分之一,即可精确到 0.01 mL。

任务二 滴定管的使用

实验目的

1. 掌握滴定管的洗涤、干燥及存放方法。
2. 掌握滴定管的规范使用方法及使用注意事项。
3. 正确完成酸碱滴定操作,正确把握滴定终点。

实验原理

滴定管是滴定操作时准确测量标准溶液体积的一种量器。滴定管的管壁上有刻度线和数值,最小刻度为 0.1 mL,“0”刻度线在上,自上而下数值由小到大。滴定管分酸式滴定管和碱式滴定管两种。酸式滴定管下端有玻璃旋塞,用以控制溶液的流出。酸式滴定管只能用来盛装酸性溶液或氧化性溶液,不能盛碱性溶液,因为碱与玻璃作用会使磨口旋塞粘连而不能转动。碱式滴定管下端连有一段橡皮管,管内有玻璃珠,用以控制液体的流出,橡皮管下端连接一支带有尖嘴的玻璃管。凡能与橡皮起作用的溶液,如酸性溶液和强氧化性溶液,均不能使用碱式滴定管。

在滴定分析中,要用到 3 种能准确测量溶液体积的仪器,即滴定管、移液管和容量瓶。这 3 种仪器的正确使用是滴定分析中最重要的基本操作。准确、熟练地使用这些仪器,可以减少溶液体积的测量误差,为获得准确的分析结果创造先决条件。

实验用品

器材:滴定管、毛刷管等。

试剂:自来水、洗涤剂、蒸馏水、重铬酸钾洗液(将 8 g 重铬酸钾用少量水润湿,慢慢加入 180 mL 硫酸,搅拌以加速溶解,冷却后贮存于磨口试剂瓶中)、盐酸—乙醇洗液(将化学纯的盐酸和乙醇按 1:2 的体积比混合)、肥皂水洗液等。

实验步骤

滴定管的基本操作如下。

1. 试漏。关闭酸式滴定管活塞,装入蒸馏水至一定刻度线,直立滴定管约 2 min。仔细观察液面是否下降,滴定管下端有无水滴滴下,及活塞的隙缝中有无水滴渗出。然后将滴定管活塞转动 180°后等待 2 min,再观察,如有漏水现象,应重

新擦干并涂油。

碱式滴定管中装蒸馏水至一定刻度线,直立滴定管约 2 min,仔细观察液面是否下降,或滴定管下端的尖嘴上有无水滴滴下。如有漏水,则应调换胶管中的玻璃珠,选择一个大小合适且比较圆滑的玻璃珠配上再试。玻璃珠太小或不圆滑都可能导致漏水,玻璃珠太大则操作不方便。

2. 涂油。如果酸式滴定管的密闭性不是很好,可以把酸式滴定管的旋塞芯取出,用吸水纸将旋塞芯和旋塞槽内擦干,然后分别在旋塞的大头表面和旋塞槽的小口内壁沿圆周均匀地涂一层薄薄的凡士林,同时在旋塞芯的两头也薄薄地涂上一层凡士林,然后把旋塞芯插入旋塞槽内,旋转使油膜在旋塞内均匀透明,且旋塞转动灵活。

3. 洗涤。无明显油污及不太脏的滴定管,可直接用自来水冲洗,或用肥皂水或洗衣粉水泡洗,但不可用去污粉刷洗,以免划伤滴定管壁,影响体积的准确测量。若有油污不易洗净时,可用铬酸洗液洗涤。洗涤时将酸式滴定管内的水尽量除去,关闭活塞,倒 10~15 mL 洗液于滴定管中,两手拿住滴定管,边转动边向管口倾斜,直至洗液布满全部管壁。立起滴定管后打开活塞,将洗液放回原瓶中。如果滴定管内的油垢较多,需用较多的洗液洗涤,并且浸泡十几分钟或更长时间,甚至可以用温热洗液浸泡一段时间。洗液放出后,先用自来水冲洗滴定管,再用蒸馏水淋洗 3~4 次,洗净的滴定管内壁应完全被水均匀地润湿而不挂水珠。

碱式滴定管的洗涤方法与酸式滴定管基本相同,要注意铬酸洗液不能直接接触橡胶管,否则胶管会变硬而损坏。将胶管连同尖嘴部分一起拔下,滴定管下端套上一个滴瓶塑料帽,然后装入洗液进行洗涤。也可用另外一种方法洗涤,即将碱式滴定管的尖嘴部分取下,胶管还留在滴定管上,将滴定管倒立于装有洗液的烧杯中,将滴定管上的胶管(现在朝上)连接到抽水泵上,打开抽水泵,轻捏玻璃珠,待洗液慢慢上升至接近胶管处即停止,让洗液浸泡一段时间后放回原瓶中。然后用自来水冲洗滴定管,再用蒸馏水淋洗 3~4 次备用。

4. 装溶液和赶气泡。准备好滴定管即可装标准溶液。装之前应将容量瓶中的标准溶液摇匀,使附着在容量瓶内壁的水混入溶液。为了除去滴定管内残留的水分,确保标准溶液的浓度不变,应先用此标准溶液淋洗滴定管 2~3 次,每次用约 10 mL。从滴定管上下口放出少量的标准溶液(约 1/3)以洗涤尖嘴部分,然后关闭活塞,横持滴定管并慢慢转动,使溶液与滴定管内壁全面接触,最后将溶液从滴定管上口倒出,但不要打开活塞,以防活塞上的油脂冲入管内。尽量倒空后再洗第二次,每次都要冲洗滴定管的尖嘴部分。淋洗 2~3 次后,即可装入标准溶液至“0”刻度线以上,然后转动活塞使溶液迅速冲下,以排出下端存留的气泡,再调节液面在 0.00 mL 处。如果溶液不足,可以补充,如果液面距 0.00 mL 处很近,也可记下初读数,不必补充溶液再调,但一般是液面在 0.00 mL 处较方便,这样可不用记初读数。

碱式滴定管将胶管向上弯曲,用力捏挤玻璃珠使溶液从尖嘴喷出,以排除气

泡。碱式滴定管的气泡一般藏在玻璃珠附近,必须对光检查胶管内的气泡是否完全赶走,赶尽后再调节液面至 0.00 mL 处,或记下初读数。

装标准溶液时,应从盛标准溶液的容器内直接将标准溶液倒入滴定管中,尽量不用小烧杯或漏斗等其他辅助容器,以免改变标准溶液的浓度。

5. 正确安装滴定管。将滴定管正确安装在铁架台上,如图 1-6 所示。

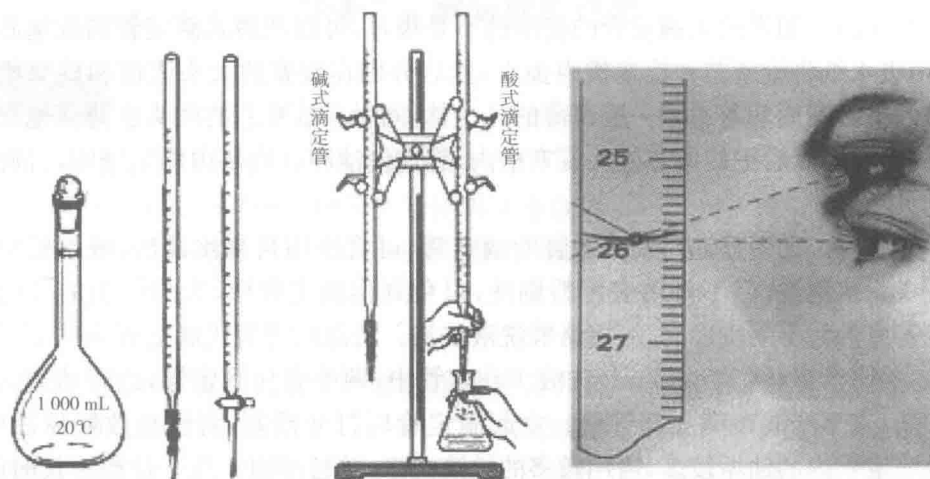


图 1-6 滴定管的安装及读数

6. 滴定。滴定最好在锥形瓶中进行,必要时也可在烧杯中进行。滴定操作是左手进行滴定,右手摇瓶。使用酸式滴定管的操作是左手的拇指在管前,食指和中指在管后,手指略微弯曲,轻轻向内扣住活塞,手心空握,以免活塞松动或可能顶出活塞,使溶液从活塞隙缝中渗出。滴定时转动活塞,控制溶液的流出速度,要求做到:逐滴放出;只放出 1 滴;使溶液成悬而未滴的状态。

使用碱式滴定管的操作是左手的拇指在前,食指在后,捏住胶管中玻璃珠所在部位稍上处,捏挤胶管使其与玻璃珠之间形成一条缝隙,溶液即可流出。但注意不能捏挤玻璃珠下方的胶管,否则空气易进入而形成气泡。

滴定前,先记下滴定管液面的初读数,如果是 0.00 mL,则可以不记。用小烧杯内壁碰一下悬在滴定管尖端的液滴。

滴定时,应使滴定管尖嘴部分插入锥形瓶口(或烧杯口)下 1~2 cm 处。滴定速度不能太快,以每秒 3~4 滴为宜,切不可成液柱流下。边滴边摇(或用玻璃棒搅拌烧杯中的溶液),向同一方向做圆周旋转但不应前后振动,否则会溅出溶液。临近终点时,应 1 滴或半滴地加入,并用洗瓶吹入少量水冲洗锥形瓶内壁,使附着的溶液全部流下,然后摇动锥形瓶,观察滴定是否已达到终点(为便于观察,可在锥形瓶下放一块白瓷板),如果未到终点,则继续滴定,直至准确到达终点。

7. 读数。由于水溶液的附着力和内聚力的作用,滴定管液面呈弯月形。无色水溶液的弯月面比较清晰,有色溶液的弯月面的清晰程度较差,因此,两种情况的读数方法稍有不同。为了正确读数,应遵守下列规则:

(1)注入溶液或放出溶液后,需等待 0.5~1 min 后才能读数(使附着在管壁上的溶液流下)。

(2)应用拇指和食指拿住滴定管的上端(无刻度处),使管身保持垂直后读数。

(3)对于无色溶液或浅色溶液,应读弯月面下缘实线的最低点。因此,读数时,视线应与弯月面下缘实线的最低点相切,即视线与弯月面下缘实线的最低点在同一水平面上。对于有色溶液,应使视线与液面两侧的最高点相切,初读和终读应用同一标准。

(4)有一种蓝线衬背的滴定管,它的读数方法(对无色溶液)与上述方法不同。无色溶液有两个弯月面相交于滴定管蓝线的某一点,读数时视线应与此点在同一水平面上,对有色溶液的读数方法与上述普通滴定管的读数方法相同。

(5)滴定时,最好每次都从 0.00 mL 开始,或从接近 0.00 mL 的任一刻度开始,这样可固定在某一段体积范围内滴定,减少测量误差。读数必须准确到 0.01 mL。

(6)为了协助读数,可采用读数卡,这种方法有利于初学者练习读数,读数卡可用黑纸或涂有黑长方形(约 3 cm×1.5 cm)的白纸制成。读数时,将读数卡放在滴定管背后,使黑色部分在弯月面下约 1 mm 处,此时即可看到弯月面的反射层成为黑色,然后读此黑色弯月面下缘的最低点。

注意事项

1. 滴定管使用前和使用后都应进行洗涤。洗前要将酸式滴定管的旋塞关闭。滴定管中注入水后,一手放在滴定管上端无刻度的位置,另一手放在旋塞或橡皮管上方无刻度的位置,边转动滴定管边向管口倾斜,使水浸湿全管。然后直立滴定管,打开旋塞或捏挤橡皮管使水从尖嘴口流出。滴定管洗干净的标准是玻璃管内壁不挂水珠。

2. 装标准溶液前应先用水淋洗滴定管 2~3 次,洗去滴定管内壁的水膜,以确保标准溶液的浓度不变。装液时要将标准溶液摇匀,然后不借助任何器皿直接注入滴定管内。

3. 滴定管在使用时,必须固定在滴定管架上。读取滴定管的数值时,要使滴定管垂直,视线应与溶液的弯月面下沿最低点在同一水平面,要在装液或放液后 1~2 min 进行读数。每次滴定时最好从“0”刻度开始。

4. 常量分析采用的是常量滴定管,其中最常用的常量滴定管容积为 50 mL 和 25 mL,它们的最小刻度为 0.1 mL。读数时,两小格之间可以估计读出一位数,所以滴定管要估读至 0.01 mL。

5. 滴定管按其用途可分为酸式滴定管和碱式两种。下端带有玻璃磨口活塞的滴定管称为酸式滴定管。下端用一个橡皮管和尖嘴的玻璃管相连的滴定管称为碱式滴定管,橡皮管内有一个玻璃珠用以堵住溶液和控制溶液的流速。酸式滴定管是用于盛放酸性溶液和氧化性溶液,因为磨口活塞容易被碱性溶液腐