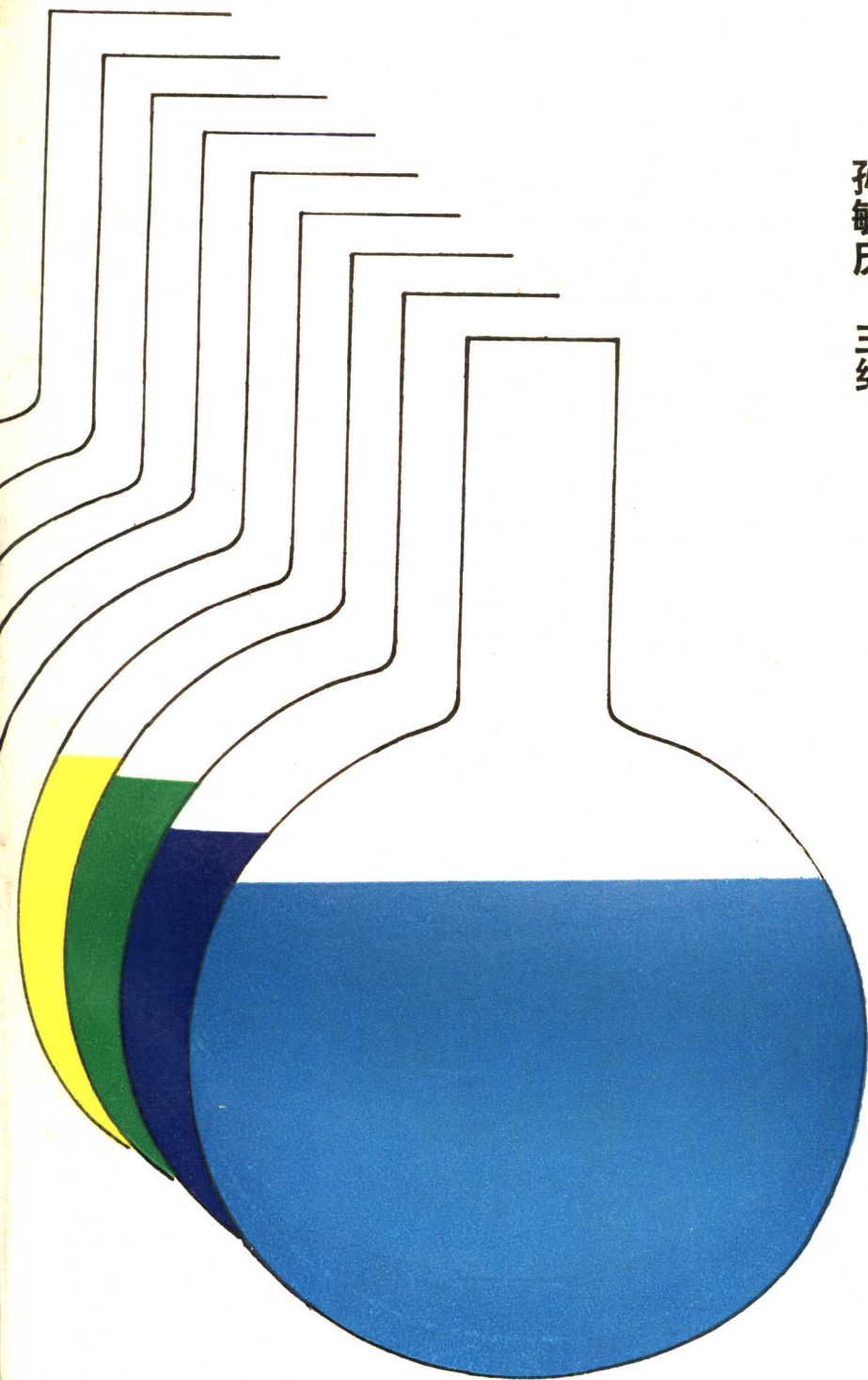


分析化学实验

孙毓庆 主编



人 民 卫 生 出 版 社

分析化学实验

孙毓庆 主编

编写组成员 (姓氏笔划序)

朱钦德 (华西医科大学, 教授)

孙毓庆 (沈阳药科大学, 教授)

吴玉田 (第二军医大学, 教授)

陈玉英 (中国药科大学, 教授)

吾敏之 (上海医科大学, 教授)

郑斯成 (北京医科大学, 教授)

高文兰 (沈阳药科大学, 教授)

人民卫生出版社

(京)新登字081号

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/孙毓庆主编. -北京: 人民卫生出版社, 1994

ISBN 7-117-02117-9

I. 分… II. 孙… III. 分析化学-实验 IV. 065-33

中国版本图书馆CIP数据核字(94)第05684号

分析化学实验

孙毓庆 主编

人民卫生出版社出版

(北京市崇文区天坛西里10号)

北京市卫顺印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

787×1092毫米16开本 17.5印张 403千字

1994年8月第1版 1994年8月第1版第1次印刷

印数: 00 001—7 000

ISBN 7-117-02117-9/R·2118 定价: 16.40元

编写说明

分析化学是一门实践性很强的科学,实验教学是分析化学教学中居重要地位的环节。为了方便分析化学实验教学,编写了与高等医药院校教材供药学类专业用《分析化学》第三版(人民卫生出版社,1992年)配套的分析化学实验教材。

本书是在于如暇主编的《分析化学实验》(中国医药科技出版社,1988年)的基础上,参照《全国普通高等学校药学专业(四年制)分析化学课程基本要求》等文件的精神,并吸取了一些兄弟院校实验讲义的内容修编而成。为了适应较多院校的设备条件、配合理论教学与结合专业实际的需要,本书共选编了84个实验供使用单位选择。本书分上、下两篇,上篇为化学分析,八章,含32个实验;下篇为仪器分析,十章,含52个实验;附篇包括Sadtler标准光谱的查阅方法等内容。

本书由孙毓庆主编,编写小组由朱钦德、孙毓庆、吴玉田、陈玉英、吾敏之、郑斯成及高文兰同志组成,黄跃生同志任小组秘书。参加部分编写工作的有:郑力行、刘荔荔、张玉琴、张夕村、黄跃生、蔡红、班允东、高光恩、王永金及陆军等同志,全书由张玉琴同志校对。

本书编写值得提示的主要内容有:将原二版教材《分析化学》附篇的天平与称量等内容移至本书,另加TLC与HPLC溶剂系统的优化方法及流动注射分析的基本实验等;附篇中还增加了Sadtler NMR标准光谱(化学位移索引)及Sadtler GC保留指数的查阅方法等。为了保持本书的相对独立性及使用上的方便,《分析化学》教材中的有些附录也在本书中出现。

书中错误与不当之处,欢迎读者批评指正。

一九九三年三月

目 录

上篇 化 学 分 析

第一章 分析化学基本操作	1
一、重量分析基本操作	1
二、滴定分析基本操作	6
第二章 分析天平与称量	11
实验一 天平性能的检查	11
实验二 称量练习	12
实验三 天平的砝码校正	14
第三章 重量分析法	18
实验四 氯化钡结晶水的测定	18
实验五 硫酸钠的含量测定	19
第四章 酸碱滴定法	21
实验六 滴定分析操作练习	21
实验七 容量仪器的检定	22
实验八 HCl标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	25
实验九 药用硼砂的含量测定	27
实验十 药用氢氧化钠的含量测定	28
实验十一 NaOH标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	29
实验十二 醋酸的含量测定	31
实验十三 苯甲酸的含量测定	32
实验十四 混合酸的含量测定(HCl+H ₃ PO ₄)	33
第五章 非水溶液滴定法	34
实验十五 高氯酸标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	34
实验十六 水杨酸钠的含量测定	35
实验十七 非水滴定法测定药物的含量	36
一、盐酸苯海拉明的含量测定	36
二、盐酸麻黄碱的含量测定	37
第六章 沉淀滴定法	38
实验十八 硝酸银标准溶液的配制与标定	38
实验十九 氯化铵的含量测定	39
实验二十 三溴合剂的含量测定	40
第七章 络合滴定法	41
实验二十一 EDTA标准溶液 (0.05mol/L) 的配制与标定	41
实验二十二 水的硬度测定	42
实验二十三 明矾的含量测定	43

实验二十四	EDTA法分别测定混合物中钙盐及镁盐的含量	45
实验二十五	氯化钙的含量测定	46
第八章	氧化还原滴定法	47
实验二十六	I_2 标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	47
实验二十七	$Na_2S_2O_3$ 标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	48
实验二十八	维生素C的含量测定 (直接碘量法)	50
实验二十九	铜盐的含量测定 (滴定碘法)	51
实验三十	葡萄糖的含量测定 (间接碘量法)	53
实验三十一	$KMnO_4$ 标准溶液 (0.02mol/L) 的配制与标定	54
实验三十二	过氧化氢的含量测定	56

下篇 仪器分析

第九章	电位法	57
实验三十三	用pH计测定溶液的pH值	57
〔附一〕	25型pH计测定溶液pH值的方法	60
〔附二〕	pHS-2型酸度计测定溶液pH值方法	61
实验三十四	pH计性能检定	62
〔附一〕	UJ1型电位差计的使用方法	65
〔附二〕	UJ25型电位差计的使用方法	65
实验三十五	用氯离子选择性电极测定氯离子浓度	67
〔附一〕	pM标准的参考标准值表(25℃)	70
〔附二〕	国产7601型氯离子选择性电极的性能	70
〔附三〕	氯离子选择性电极的制备方法	70
〔附四〕	用25型pH计测量电动势的使用方法	71
〔附五〕	用pHS-2型酸度计测量电动势的使用方法	72
实验三十六	氟离子选择性电极的性能检验及水样中氟离子含量的测定	72
实验三十七	磷酸的电位滴定	74
实验三十八	永停滴定法标定 I_2 标准溶液 (0.005mol/L)	76
实验三十九	磺胺嘧啶的重氮化滴定 (永停滴定法)	77
实验四十	卡尔费休法测定水份 (永停滴定法)	79
实验四十一	Fe^{3+}/Fe^{2+} 电对条件电位的测定 (作图法)	81
第十章	紫外-可见分光光度法	84
实验四十二	分光光电比色计的性能检查与使用方法	84
实验四十三	微量铁的比色测定	89
实验四十四	吸收曲线的测绘	90
实验四十五	用邻二氮菲测定水中含铁量	91
〔附〕	721型分光光度计的使用方法	94
实验四十六	紫外-可见分光光度计的使用方法与性能检查	95
实验四十七	维生素 B_{12} 注射液的含量测定 (吸光系数法与标准对比法)	102
实验四十八	原料药品的吸光系数测定	103

实验四十九 双波长法测定复方制剂的含量	105
一、双波长法测定安痛定注射液中安替比林的含量	105
二、差示-双波长法测定小儿胺散中磺胺脒的含量	107
实验五十 导数光谱法测定复方制剂的含量	108
一、导数光谱法测定安钠咖注射中咖啡因的含量	108
二、导数光谱法测定小儿胺散中磺胺二甲基嘧啶的含量	110
第十一章 荧光分析法	111
实验五十一 荧光法测定硫酸奎尼丁的含量	111
〔附〕930型荧光光度计及其操作方法	112
实验五十二 硫酸奎宁的激发光谱和发射光谱的绘制	113
〔附〕MPF-4荧光分光光度计、数据处理器及057型记录仪的操作方法	114
第十二章 红外分光光度法	116
实验五十三 红外分光光度计的性能检查	116
实验五十四 样品的红外光谱测定	117
〔附一〕7650型红外分光光度计的使用方法	120
〔附二〕IR-400红外分光光度计的使用方法	122
第十三章 原子吸收分光光度法	123
实验五十五 原子吸收分光光度法检查肝素钠中杂质钾盐的限量	123
〔附一〕WFX-1D型原子吸收分光光度计的使用方法	124
〔附二〕P-E 2100型原子吸收分光光度计的使用方法	125
第十四章 核磁共振波谱法	126
实验五十六 核磁共振波谱仪性能检查	126
实验五十七 有机化合物的结构测定	130
一、环氧苯乙烯核磁共振谱图的绘制	130
二、核磁共振测定乙酰乙酸乙酯互变异构及含量	132
第十五章 液相色谱法	133
实验五十八 氧化铝的活度测定法(柱色谱法)	133
实验五十九 离子交换法测定枸橼酸钠的含量(柱色谱法)	135
实验六十 氧化铝的活度测定法(薄层色谱法)	136
实验六十一 硅胶粘合薄层的活度测定	138
实验六十二 薄层色谱溶剂系统的优化方法(均匀设计法)	139
实验六十三 磺胺类药物的分离与鉴定(薄层色谱法)	143
实验六十四 用薄层色谱法检查盐酸普鲁卡因注射液中对氨基苯甲酸杂质	145
实验六十五 复合维生素制剂中维生素C、维生素B ₂ 和烟酰胺的薄层扫描定量(示教)	146
实验六十六 混合氨基酸的分离与鉴定(纸色谱法)	148
第十六章 气相色谱法	150
实验六十七 固定液的涂渍与色谱柱的填充	150
实验六十八 气相色谱仪性能检查	152
实验六十九 保留时间和归一化法含量测定	157

实验七十 内标法测定酒或酊剂中乙醇含量	159
实验七十一 微量水份的测定(内标法)	161
实验七十二 二种丁醇异构体的相对含量测定	163
实验七十三 最佳流速的测定	164
实验七十四 保留指数的测定	167
实验七十五 毛细管气相色谱法(示教)	169
〔附〕102G型气相色谱仪的使用方法	171
第十七章 高效液相色谱法	174
实验七十六 高效液相色谱仪的性能检查	174
实验七十七 高效液相色谱参数的测定	177
实验七十八 流动相的选择(I)	179
实验七十九 流动相的选择(II) 三角形优化法	181
实验八十 噻氟啉的含量测定(内标法)	183
实验八十一 APC片剂的含量测定	185
〔附〕国产YSB-DZ型高效液相色谱仪的操作方法	187
第十八章 流动注射分析法	189
实验八十二 流动注射分析仪的性能检查	189
实验八十三 流动注射分析法测定自来水中铁含量	191
实验八十四 流动注射分析法测定磺胺嘧啶的含量	192
〔附〕LZ-1000型组合式流动注射分析仪的使用方法	194

附 篇

第一章 分析天平	196
第一节 分析天平的称量原理	196
第二节 分析天平的分类	196
第三节 分析天平的结构	197
第四节 分析天平的计量性能	203
第五节 分析天平的使用规则和称量方法	205
第六节 砝码的校正	206
第七节 微量天平	210
第八节 天平室规则	211
第二章 SADTLER(萨特勒)标准光谱的查阅方法	212
第一节 萨特勒标准光谱的分类	212
第二节 萨特勒标准光谱的查阅方法	214
一、名称索引	214
二、分子式索引	215
三、化学分类索引	215
四、谱线索引	213
五、化学位移索引	229

第三章 质谱八峰值索引的查阅方法	235
第一节 质谱八峰值索引简介	235
第二节 质谱八峰值索引的查阅方法	238
第四章 SADTLER(萨特勒)毛细管气相色谱保留指数数据库的查阅方法	239

附 录

一、国际原子量表 (1981)	241
二、常用式量表	243
三、常用指示剂	244
四、常用缓冲溶液的配制	248
五、常用酸碱的密度和浓度	249
六、常用基准物的干燥条件和应用	250
七、常用溶剂的紫外最大吸收波长、极限波长、折光率及粘度	251
八、在不同激发波长下主要溶剂的拉曼光波长	252
九、原子吸收分光光度法中常用的分析线	252
十、常用氘代溶剂的残留氨的化学位移	253
十一、质谱常见中性碎片与碎片离子	253
十二、薄层色谱固定相与预制板	258
十三、常用气相色谱固定液与载体	260
十四、气相色谱相对重量校正因子	263
十五、常用高效液相色谱固定相及应用	265
十六、溶剂的极性参数与分组	268

上篇 化学分析

第一章 分析化学基本操作

一、重量分析基本操作

(一) 样品的溶解

1. 准备好洁净的烧杯, 配好合适的玻璃棒和表面皿, 玻棒的长度应比烧杯高 5~7 cm, 不要太长。表面皿的直径应略大于烧杯口直径。

2. 称取样品于烧杯后, 用表面皿盖好烧杯。

3. 溶解样品时注意:

溶解样品时, 取下表面皿, 将溶解剂沿玻棒下端加入, 或沿烧杯壁加入。边加边搅拌直至样品完全溶解, 然后盖上表面皿, 此时玻棒不准离开烧杯放到别处 (玻棒已沾有样品溶液)。若样品需加热溶解时, 要盖表面皿使其微热或微沸溶解, 不要暴沸。

(二) 沉淀

1. 沉淀的条件 样品溶液的浓度, pH值, 沉淀剂的浓度和用量, 沉淀剂加入的速度, 各种试剂加入的次序, 沉淀时溶液的温度等条件要按实验操作步骤严格控制。

2. 加沉淀剂 将样品于烧杯中溶解并稀释成一定浓度, 加沉淀剂应沿烧杯内壁或沿玻璃棒加入, 小心操作勿使溶液溅出损失。若需缓缓加入沉淀剂时, 可用滴管逐滴加入并搅拌。搅拌时勿使玻棒碰击烧杯壁或触击烧杯底以防碰破烧杯。若需在热溶液中进行沉淀, 最好在水浴上加热, 用煤气灯加热时要控制温度, 防止溶液暴沸, 以免溶液溅失。

3. 陈化 沉淀完毕, 进行陈化时, 将烧杯用表玻璃盖好, 防止灰尘落入, 放置过夜或在石棉网上加热近沸30分钟至1小时。

4. 检查沉淀是否完全 沉淀完毕或陈化完毕后, 沿烧杯内壁加入少量沉淀剂, 若上层清液出现混浊或沉淀, 说明沉淀不完全, 可补加适量沉淀剂使沉淀完全。

(三) 过滤

1. 滤纸和漏斗的选择 要用定量滤纸或称无灰滤纸 (灰分在 0.1 毫克以下或重量已知) 过滤。滤纸的大小和致密程度由沉淀量和沉淀的性质决定。定量滤纸有快速, 中速, 慢速, 直径有 7cm, 9cm 和 11cm 三种。微晶形沉淀多用 7cm 致密滤纸过滤, 蓬松的胶状沉淀要用较大的、疏松的滤纸过滤。

根据滤纸的大小选择合适的漏斗, 放入的滤纸应比漏斗沿低约 1cm, 不可高出漏斗。需要进行灼烧的无机化合物沉淀, 要用长颈玻璃漏斗 (图 1-1) 过滤, 对不需灼烧的有机化合物沉淀, 要用微孔玻璃漏斗或微孔玻璃坩埚减压过滤 (图 1-2), (图 1-3), (图 1-4)。

2. 滤纸的折迭 (图 1-5、1-6) 先将滤纸沿直径方向对折成半圆, 再根据漏斗角度的大小折迭; 若漏斗顶角恰为 60 度, 滤纸折成 90 度, 展开即成圆锥状其顶角亦成 60

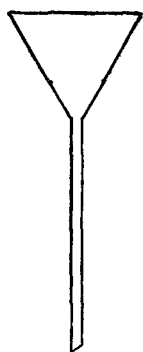


图 1-1 长颈玻璃漏斗

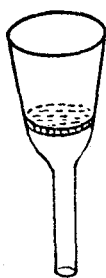


图 1-2 微孔玻璃漏斗

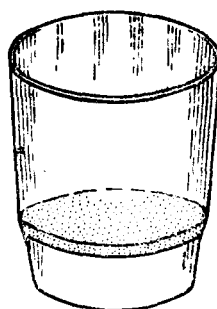


图 1-3 微孔玻璃坩埚

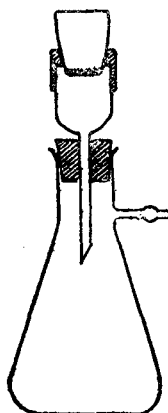


图 1-4 抽滤装置

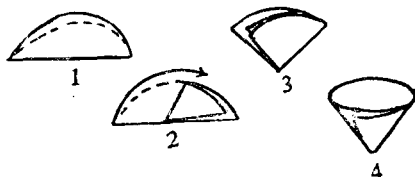


图 1-5 滤纸的折迭方式示意

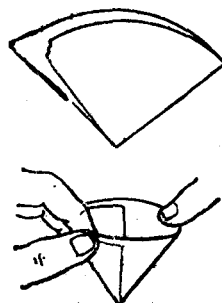


图 1-6 滤纸折迭及安放

度，放入漏斗中，滤纸恰好贴紧漏斗内壁，无空隙也不会使滤纸出现皱折。若漏斗角不是 60° ，则第二次折迭时应折成适合于漏斗顶角度数放入漏斗中。为使滤纸三层部分紧贴漏斗内壁，可将滤纸外层的上角撕下，并留做擦拭沉淀用。

3. 滤纸的安放 将折迭好的滤纸放在洁净的尽可能干燥的漏斗中，用手指按住滤纸，加蒸馏水至满，必要时用手指小心轻压滤纸，把留在滤纸与漏斗壁之间的气泡赶出，使滤纸紧贴漏斗并使水充满漏斗颈形成水柱，以增快滤过速度。

4. 过滤 将漏斗置漏斗架上，接受滤液的洁净烧杯放在漏斗下面，使漏斗颈下端在烧杯沿以下 $3\sim 4\text{cm}$ 处，并与烧杯内壁靠紧。

一般多采用“倾注法”过滤，即待沉淀降于烧杯底部，将上层清液小心倾入漏斗滤纸中，使清液先通过滤纸，尽可能不搅动沉淀，其操作如图 1-7。

一手拿住玻璃棒，使与滤纸近于垂直，玻璃棒位于三层滤纸上方，但不和滤纸接触。另一只手拿住盛沉淀的烧杯，烧杯咀靠住玻璃棒，慢慢将烧杯倾斜，使上层清液沿着玻璃棒流入滤纸中，随着滤液的流

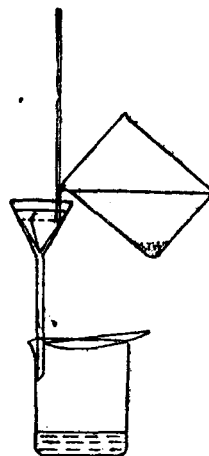


图 1-7 倾注法过滤

注，漏斗中液体的体积增加，至滤液达到滤纸高度的三分之二处，停止倾注，切勿注满滤纸。停止倾注时，可沿玻璃棒将烧杯咀往上提一小段，扶正烧杯，在没扶正烧杯以前不可将烧杯咀离开玻璃棒，并注意不让沾在玻璃棒上的液滴或沉淀损失，把玻璃棒放回烧杯内，但勿把玻璃棒靠在烧杯咀部。

(四) 沉淀的洗涤及沉淀的转移

洗涤沉淀一般也采用倾注法。将少量洗涤液注入盛沉淀的烧杯中，充分搅拌洗涤后静止（图 1-8），待沉淀下沉后，倾注上层清液，如此洗涤数次后再将沉淀转移到滤纸上，进行洗涤。

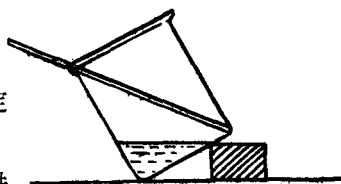


图 1-8 静止沉淀

为了提高洗涤效率，可采用“少量多次”的方法洗涤，即每次用少量洗涤液，以淹没沉淀为度，多洗几次，可得到良好的洗涤效果。同样量的洗涤液分多次洗涤比分少次洗涤效率高，这种方法称为“少量多次”洗涤原则。

经过几次倾注洗涤后，进行沉淀的定量转移，即将沉淀全部转移到滤纸上，进行最后的洗涤。

在烧杯中加入少量洗涤液，其量应不超过滤纸体积的三分之二，用玻璃棒将沉淀充分搅起，立即将沉淀混悬液一次倾入滤纸中，这一转移操作最易引起沉淀损失，要十分小心。然后用洗瓶吹洗烧杯内壁，冲下玻璃棒和烧杯壁上的沉淀，再充分搅起沉淀进行倾注转移，经数次操作可将沉淀全部转移到滤纸上。但玻璃棒和烧杯内壁可能总附着少量沉淀，为使沉淀转移干净可用撕下的滤纸角（或沉淀帚，图 1-9）擦拭玻璃棒后，将滤纸角放入烧杯中，用玻璃棒推动滤纸角使附着在烧杯内壁的沉淀松动，把滤纸角放入漏斗中，如图 1-10 所示方法将沉淀转移到滤纸中。用左手拿住烧杯，玻璃棒横放在烧杯上，使玻璃棒下端靠在烧杯咀的凹部略伸出一些，以食指按住玻璃棒，烧杯咀向着漏斗倾斜，玻璃棒下端指向滤纸三层部分，右手持洗瓶（无洗瓶可用滴管），用吹出的液流冲洗烧杯内壁，这时烧杯内残存的沉淀便随液流沿玻璃棒流入滤纸中。注意不要使洗涤液过多以防超过滤纸高度，造成沉淀的损失。



图 1-9 沉淀帚

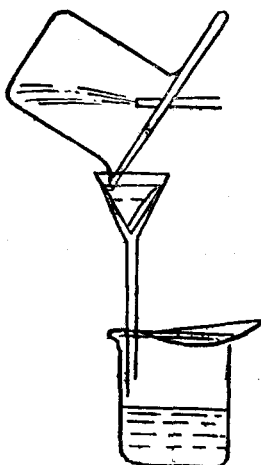


图 1-10 沉淀转移操作

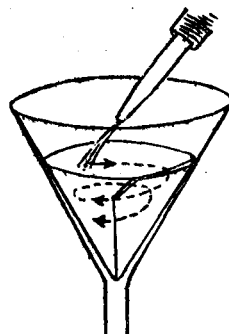


图 1-11 在滤纸上洗涤沉淀

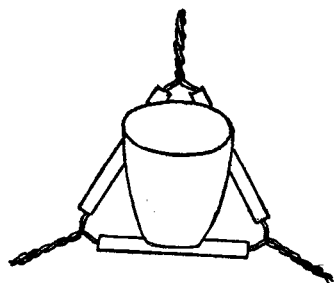
沉淀全部转入漏斗后，在滤纸上进行最后洗涤，以除尽全部杂质（图 1-11）。用洗

瓶吹出液流冲洗沉淀，并使沉淀集中于滤纸锥体最下部，再吹入洗涤液，每次都要沥尽方可吹入第二次洗涤液，这样经过多次洗涤（一般 10 次左右），直至检查无杂质为止。

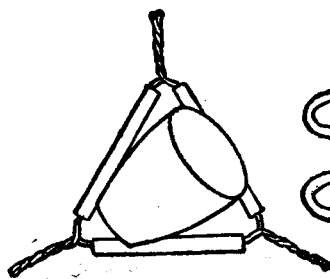
（五）沉淀的干燥和灼烧

1. 坩埚的准备 将坩埚洗净拭干后用架盘天平称粗重。坩埚可用高温炉或煤气灯灼烧至恒重。但灼烧空坩埚的条件应与灼烧沉淀的条件一致。

用煤气灯灼烧时，将坩埚放在泥三角上（图 1-12），用氧化焰加热。先用小火预热坩埚，再加大火焰灼烧，一般从红热开始约 30 分钟撤火，待红热退去 1~2 分钟，用在火焰上微热的坩埚钳夹住，放在保干器中，移天平室冷却至室温称量。坩埚钳咀要保持洁净，用后将弯咀向上放在台面上（图 1-13），不准咀向下放。



a 正确



b 不正确

图 1-12 坩埚在泥三角上的位置



图 1-13 坩埚钳的放置

将热坩埚放入保干器中，要用手握住保干器盖，不时地将盖微微推开，以放出热空气，然后再盖好保干器。

坩埚冷却一定时间后进行称量。可先放好予称粗重的砝码于天平盘上，慢慢推开保干器盖，用坩埚钳夹取坩埚，放于天平盘上称量，记录所称坩埚的重量。再按同法加热灼烧，放置，称量。若两次称量之差不超过规定值（一般 0.2mg）为恒重，以轻者为恒重坩埚的重量。

2. 干燥器的使用 干燥器是一种保持物品干燥的玻璃器皿（图 1-14），内盛干燥剂，使物品不受外界水分的影响，常用放置坩埚或称量瓶等。干燥器内有一带孔的白瓷板、瓷板下面放干燥剂，但不要放得太多，否则会沾污在瓷板上的物品。

干燥器盖边的磨砂部分应涂上一层薄薄的凡士林，这样可以使盖子密合而不漏气。由于涂有凡士林，开启干燥器时应同时用姆指按住其盖，以防滑落而打碎。

干燥剂的种类很多，有无水氯化钙、有色硅胶，无水硫酸钙，高氯酸镁等；浓硫酸浸润的浮石，也是较好的干燥剂。各种干燥剂都具有一定的蒸气压，因此在干燥器内并非绝对干燥，只是湿度较低而已。

搬动干燥器时用双手拿稳并紧紧握住盖子（图 1-15），打开盖子时（图 1-16），用左手抵住干燥器身，右手把盖子往后拉或往前推开，一般不应完全打开，只开到能放入器皿为度。关闭时将盖子往前推或往后拉使其密合。不要将打开的盖子放在别的地方去。

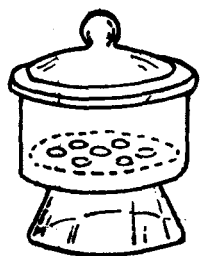


图 1-14 干燥器

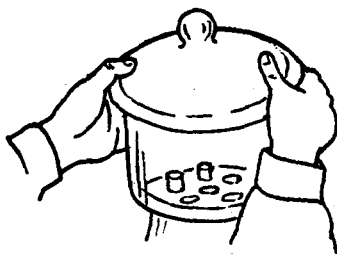


图 1-15 搬移干燥器的方法



图 1-16 打开干燥器的方法

3. 沉淀的包裹 用玻棒或干净的手指将滤纸三层部分掀起，把滤纸连同沉淀从漏斗中取出，然后打开滤纸，用图 1-17 所示方法，(1) 保持滤纸的半圆形，(2) 沿右端相距约为半径的三分之一处，把滤纸自右向左折起，(3) 沿着与直径平行的直线把滤纸上边向下折起来 (4) 最后自右向左将整个滤纸卷成小包 (5)。

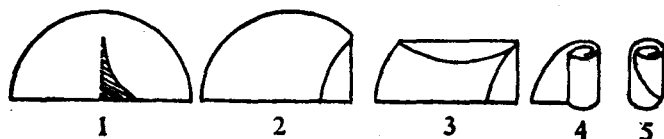


图 1-17 沉淀的包裹

还有一种折包方法：将滤纸取出，保持其圆锥散开部分封折 再将左右两边向里折起，尖端向下（有沉淀的锥顶）放在坩埚里。

4. 沉淀的干燥 包好的沉淀可在恒温箱中干燥，也可用煤气灯加热烤干。将包好的沉淀放入已恒重的坩埚里，滤纸三层部分朝上，有沉淀的单层部分朝下，坩埚斜放在泥三角上（图 1-18），坩埚盖半掩坩埚口，在坩埚盖下部用小火焰烘烤，借热空气流将滤纸和沉淀迅速烘干。

5. 沉淀的炭化和灰化 沉淀烘干后，将火焰移向坩埚底部，小火加热至滤纸逐渐变为炭黑为炭化。若火焰温度过高，滤纸可能燃着，此时应立即移去火焰，加盖密闭坩埚火即灭，且勿用咀吹熄，以防沉淀散失。

滤纸全部炭化后，可加大火焰，并不时用坩埚钳旋转坩埚至炭黑全部烧掉为止。

6. 沉淀的灼烧 灰化后将坩埚竖直，加大火焰，灼烧一定时间，如 BaSO_4 沉淀约 15 分钟， Al_2O_3 约 30 分钟，但无严格规定。灰化灼烧的目的是除去沉淀中的挥发性杂质和将沉淀形式转变成称量形式。灼烧一般不用加盖，灼烧后待红热退去约 1~2 分钟，放入干燥器中，移天平室冷却一定时间，一般约 30 分钟，称量并记录重量。再按上法操作一次，但在保干器中放置时间应与第一次放置时间一致。称量时可先将第一次称量时

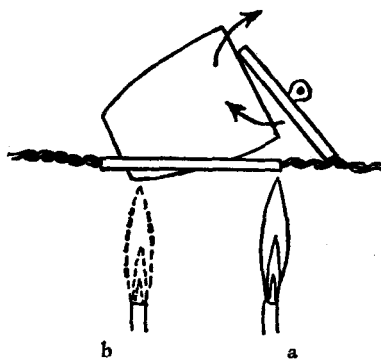


图 1-18 沉淀在坩埚中干燥(a)和灼烧 (b)

砝码重放好，再放坩埚，迅速称量，观察停点，必要时用骑码调节停点与第一次停点一致，记录重量，两次重量之差不超过规定重量为恒重。

若用高温炉灼烧时，要用特制的长柄坩埚钳将坩埚放入高温炉内，并加盖，防止污物落入坩埚。恒温加热一定时间后，先将电源关闭，然后打开炉门，将坩埚移至炉口附近，放置片刻，再取出置干燥器中，移天平室冷却至室温，恒重称量。

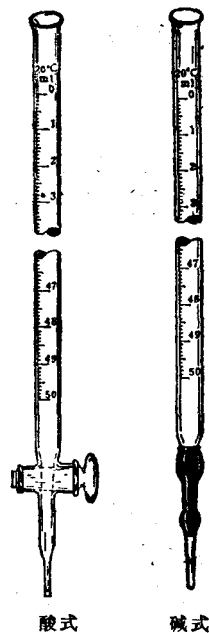
二、滴定分析基本操作

在滴定分析中，准确地测量溶液的体积，是获得良好分析结果的重要因素。为此，必须了解如何正确地使用容量器皿如滴定管、容量瓶和移液管等，现分别叙述如下：

(一) 滴定分析器皿及其使用方法

1. 滴定管 滴定管是用来进行滴定的器皿，用于测量在滴定中所用溶液的体积，滴定管是一种细长，内径大小比较均匀而具有刻度的玻璃管，管的下端有玻璃尖嘴（图1-19）。有25、50毫升等不同的容积。如25毫升滴定管就是把滴定管分成25等分，每一等分为1毫升，1毫升中再分10等分，每一小格为0.1毫升，读数时，在每一小格间可再估计出0.01毫升。

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。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，因为碱液常使活塞与活塞套粘合，难于转动。盛放碱液时要用碱式滴定管，它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，这种滴定管不能盛放酸或氧化剂等腐蚀橡皮的溶液。



酸式 碱式
图 1-19 滴定管

为了防止滴定管漏水，在使用之前要将已洗净的滴定管活塞拔出，用滤纸将活塞及活塞套擦干，在活塞粗端和活塞套的细端分别涂一薄层凡士林，把活塞插入活塞套内，

来回转动数次，直到在外面观察时呈透明即可。亦可在玻璃活塞孔的两端涂上一薄层凡士林，小心不要涂在塞孔处以防堵塞孔眼，然后将活塞插入活塞套内，来回旋转活塞数次直至透明为止（图1-20）。在活塞末端套一橡皮圈以防在使用时将活塞顶出。然后在滴定管内装入蒸馏水，置滴定管架上直立2分钟观察有无水滴下，缝隙中是否有水渗出，然后将活塞转180度再观察一次，放在滴定管架上，没有漏水即可应用。

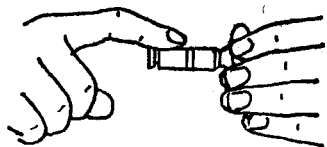


图 1-20 涂凡士林操作

为了保证装入滴定管溶液的浓度不被稀释，要用该溶液洗滴定管3次，每次约用7~8毫升。洗法是注入溶液后，将滴定管横过来，慢慢转动，使溶液流遍全管，然后将溶液自下放出。洗好后，即可装入溶液。装溶液时要直接从试剂瓶倒入滴定管，不要再经过漏斗等其它容器。

将标准溶液充满滴定管后，应检查管下部是否有气泡，如有气泡，可转动活塞，使溶液急速下流驱去气泡。如为碱式滴定管，则可将橡皮管向上弯曲，并在稍高于玻璃珠所在处用两手指挤压，使溶液从尖嘴口喷出，气泡即可除尽（图 1-21）。

滴定管的读数：在读数时，应将滴定管垂直地夹在滴定管夹上，并将管下端悬挂的液滴除去。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最低点应在同一水平上，眼睛的位置不同会得出不同的读数（图 1-22）；为了使读数清晰，亦可在滴定管后边衬一张白纸片做为背景，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（图 1-23）。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。读数时应估计到 0.01 毫升。

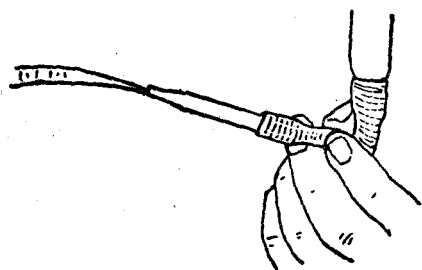


图 1-21 排除气泡方法

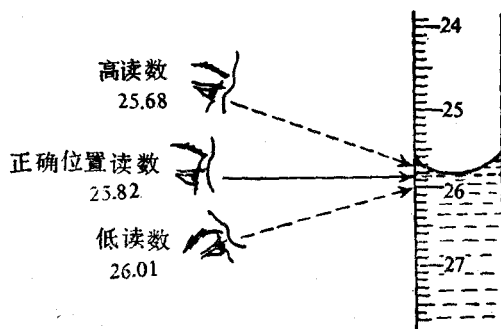


图 1-22 目光在不同的位置得到的滴定管的读数

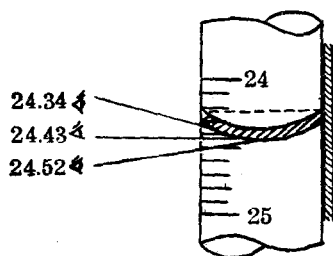


图 1-23 衬托读数

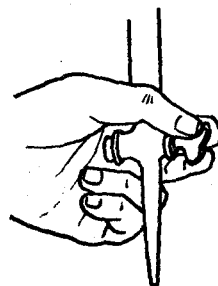


图 1-24 滴定管的拿法

由于滴定管刻度不可能非常均匀，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部位，例如第一次滴定是在 0~30 毫升的部位，那么第二次滴定也使用这个部位。这样由于刻度不准确而引起的误差可以抵消。

滴定操作：用左手控制滴定管的活塞，右手拿锥形瓶。使用酸式滴定管时（图 1-24），左手拇指在前，食指及中指在后，一起控制活塞，在转动活塞时，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（图 1-25）。使用碱式滴定管时，用手指捏玻璃珠所在部位稍上的橡皮，使形成一条缝隙，溶液即可流出（图 1-26）。

滴定时，按图 1-25 所示，左手控制溶液流量，右手拿住瓶颈，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。但注意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壁，使溅起的溶液淋下，充分作

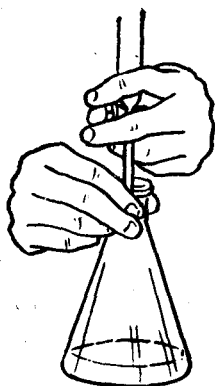


图 1-25 酸滴定管滴定操作

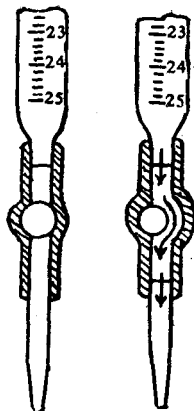


图 1-26 碱滴定管滴定操作

用完全。同时，滴定速度要放慢，以防滴定过量，每次加入 1 滴或半滴溶液，不断摇动，直至达终点。

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。右手持搅棒在右前方搅拌溶液。在左手滴加溶液的同时，搅拌应作圆周搅动，但不得接触烧杯壁和底（图 1-27）。在加半滴溶液时，用搅棒下端承接悬挂的半滴溶液，放入烧杯中混匀。注意，搅拌只能接触溶液，不要接触滴定管尖。

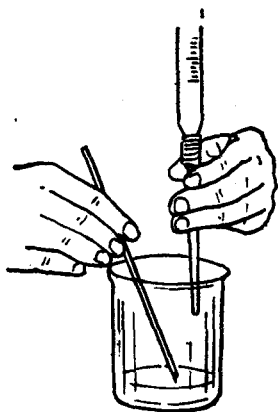


图 1-27 在烧杯中滴定姿势



图 1-28 容量瓶

滴定结束后，滴定管中剩余的溶液应弃去，不得将其倒回原瓶，以免沾污整瓶溶液。随即洗净滴定管，并用蒸馏水充满全管，备用。

2. 容量瓶 是一种细颈梨形的平底瓶（图 1-28），带有磨口塞或塑料塞。颈上有标线，表示在所指温度下当液体充满到标线时，液体体积恰好与瓶上所注明的体积相等。容量瓶一般用来配制标准溶液或试样溶液。

容量瓶在使用前先要检查其是否漏水。检查的方法是，放入自来水至标线附近，盖好瓶塞，瓶外水珠用布擦拭干净，用左手按住瓶塞，右手指顶住瓶底边缘，把瓶倒立 2 分钟，观察瓶周围是否有水渗出，如果不漏，将瓶直立，把瓶塞转动约 180 度后，再倒