

“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材配套教材
卫生部“十二五”规划教材配套教材
全国高等医药教材建设研究会“十二五”规划教材配套教材

全国高等学校配套教材
供基础、预防、临床、口腔医学类专业用

基础化学实验 (中英对照版)

第**3**版

主 编 魏祖期 李雪华

副主编 胡 新 席晓岚



人民卫生出版社
PEOPLE'S MEDICAL PUBLISHING HOUSE

“十二五”普通高等教育本科国家级规划教材配套教材

卫生部“十二五”规划教材配套教材

全国高等医药教材建设研究会“十二五”规划教材配套教材

全国高等学校配套教材

供基础、预防、临床、口腔医学类专业用

基础化学实验

(中英对照版)

第3版

主 编 魏祖期 李雪华

副主编 胡 新 席晓岚

编 委 (以姓氏笔画为序)

丁 琼 (武汉大学)

王金玲 (山西医科大学汾阳学院)

尹计秋 (大连医科大学)

申小爱 (中国药科大学)

刘国杰 (中国药科大学)

李振泉 (济宁医学院)

邱 莉 (广西医科大学)

张利民 (蚌埠医学院)

武世奎 (内蒙古医科大学)

赵全芹 (山东大学)

席晓岚 (贵阳医学院)

傅 迎 (大连医科大学)

魏祖期 (华中科技大学)

于 昆 (大连医科大学)

王美玲 (内蒙古医科大学)

石婷婷 (蚌埠医学院)

母昭德 (重庆医科大学)

李 蓉 (贵阳医学院)

李雪华 (广西医科大学)

宋 慧 (广西医科大学)

陈志琼 (重庆医科大学)

周昊霏 (内蒙古医科大学)

胡 新 (北京大学医学部)

黄燕军 (广西医科大学)

蒙法艳 (广西医科大学)

图书在版编目 (CIP) 数据

基础化学实验: 汉、英 / 魏祖期, 李雪华主编. —3 版.
—北京: 人民卫生出版社, 2014
ISBN 978-7-117-19500-3

I. ①基… II. ①魏… ②李… III. ①化学实验 - 医学
院校 - 教材 - 汉、英 IV. ① 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 155186 号

人卫社官网	www.pmph.com	出版物查询, 在线购书
人卫医学网	www.ipmph.com	医学考试辅导, 医学数 据库服务, 医学教育资 源, 大众健康资讯

版权所有, 侵权必究!

基础化学实验 (中英对照版)

第 3 版

主 编: 魏祖期 李雪华

出版发行: 人民卫生出版社 (中继线 010-59780011)

地 址: 北京市朝阳区潘家园南里 19 号

邮 编: 100021

E - mail: pmph@pmph.com

购书热线: 010-59787592 010-59787584 010-65264830

印 刷: 北京华联印刷有限公司

经 销: 新华书店

开 本: 787 × 1092 1/16 印张: 18

字 数: 484 千字

版 次: 2005 年 2 月第 1 版 2014 年 8 月第 3 版

2014 年 8 月第 3 版第 1 次印刷 (总第 10 次印刷)

标准书号: ISBN 978-7-117-19500-3/R · 19501

定 价: 30.00 元

打击盗版举报电话: 010-59787491 E-mail: WQ@pmph.com

(凡属印装质量问题请与本社市场营销中心联系退换)

▶ 前 言

这本实验教材融合了全国多所高等医科院校基础化学教学改革的成果,汲取了国内外先进教材的编写经验,并且在编写内容和编写方法上做了创新。自2004年第1版教材出版以来,受到使用单位的欢迎。经过10年的使用,在认真听取使用单位意见的基础上,在实验教学改革取得新的进展以后,对之前教材进行了修订,编写了《基础化学实验(第3版)》。

编写《基础化学实验(第3版)》同时也是人民卫生出版社出版的普通高等教育“十二五”国家级规划教材、国家卫生和计划生育委员会“十二五”规划教材、全国高等医药教材建设研究会规划教材《基础化学》(第8版)的配套教材,供高等医学院校五年制基础、预防、临床、口腔医学类专业使用。

《基础化学实验(第3版)》教材以基础化学实验教学作为培养学生综合实验技能的载体之一,从教学主体、教学内容、教学手段、教学计划等多方面考虑,通过巧妙设置相融于本教材中,构建有效培养学生自主学习能力、发现问题、分析问题、解决问题的能力,的教学手段与方法。在实施实验教学的过程中,学生的角色准确定位,在完成《基础化学实验(第3版)》课程的学习过程中逐渐获得和完善自主学习能力和批判性思维等综合能力及综合素质。

教材分为“基础化学实验基本知识”和“基础化学实验课题”两个部分;基础化学实验课题部分,按基本操作训练实验、滴定分析实验、分光光度法实验、化学原理实验、化合物制备实验、综合及研究实验和自行设计实验7个课题编写了20个实验。这20个实验中根据内容或方法的不同可包含多个子课题。我们希望这样的编排分类清楚、目的明确,便于学生掌握要领。

为了加强学生外语能力的培养、便于全英语教学和双语教学,本实验教材用中、英文编写,内容基本一一对应。

新修订的教材突显了以下新的特点:

1. 更新教学和人才培养模式的观念 注重教材的启发性,合理设置实验的编写内容,从实验目的、实验预习、实验步骤、数据记录及结果分析到思考题,多方面强化学生的自主学习能力和培养学生综合实验技能。

2. 增加预习作业 合理的设置实验前的预习作业及思考题,通过完成课前预习作业和实践操作,培养学生的自主学习能力和理论与实践相结合的综合实验技能、创新思维能力和批判性思维等综合能力及综合素质。

3. 优化教材 优化各实验文字表述和思考题,要求论述严谨、语言流畅简洁、层次分明、术语规范、图表直观。

4. 结合发达国家同类教材的编写模式 引进新的理念和内容,进一步提升教材质量。

诚恳希望对书中不妥和错误之处批评指正。

编者

2014年6月

第一部分 基础化学实验基本知识

第一章 实验室规则及安全知识	1
1. 基础化学实验目的	1
2. 化学实验室一般规则	1
3. 化学实验室的安全知识	2
4. 化学实验操作过程中可能发生的事故与处理	2
5. 化学实验室的防火与灭火常识	3
第二章 基础化学实验常用仪器	4
1. 实验室常用玻璃仪器	4
1.1 玻璃仪器的洗涤	4
1.2 玻璃仪器的干燥	4
2. 容量分析仪器	5
2.1 滴定管	6
2.2 容量瓶	7
2.3 移液管和吸量管	8
3. 常用定量分析仪器	9
3.1 分析天平	9
3.2 pH 计	13
3.3 721 型分光光度计	18
3.4 FM-9X 型冰点渗透压计	21
3.5 离心机	23
第三章 实验结果的表示	26
1. 实验误差与有效数字	26
1.1 实验误差	26
1.2 准确度和精密度	26
1.3 有效数字	27
2. 实验数据的处理	28
2.1 列表法	28

2.2 作图法	28
2.3 计算机处理	29
3. 实验报告	29

第二部分 基础化学实验课题

实验课题一 基本操作训练实验	33
实验一 常用容量分析仪器操作练习	33
实验二 分析天平称量练习	41
实验三 缓冲溶液的配制和性质、溶液 pH 测量	44
实验四 胶体溶液的制备与性质	48
实验课题二 滴定分析实验	53
实验五 酸碱滴定分析法	53
1. 标准盐酸溶液浓度的标定	54
2. 标准氢氧化钠溶液浓度的标定	56
3. 草酸纯度的测定	57
4. 硼砂含量的测定	59
5. 返滴定法测定阿司匹林的含量	61
实验六 氧化还原滴定法	63
1. 高锰酸钾法	63
2. 碘量法	66
实验七 配位滴定分析	70
1. 水的硬度的测定	70
2. 明矾含量的测定	74
3. 葡萄糖酸钙含量的测定	77
实验课题三 分光光度法实验	80
实验八 分光光度法测定水样中铁含量	80
1. 邻二氮菲法	81
2. 硫氰酸盐法	83
3. 磺基水杨酸法	85
实验九 分光光度法测定阿司匹林药片的含量	87
实验十 分光光度法测定磺基水杨酸合铁的组成和稳定常数	89
实验十一 荧光分析法测定维生素 B ₂ 的含量	92
实验十二 紫外分光光度法对维生素 B ₁₂ 的鉴别与含量测定	94
实验课题四 化学原理实验	97
实验十三 稀溶液的依数性及其应用	97
1. 凝固点降低法测定溶质的相对分子质量	98

2. 利用溶液的渗透浓度测定溶质的相对分子质量	100
3. 冰点渗透压计的应用	101
实验十四 置换法测定镁的原子量	103
实验十五 化学反应速率与活化能的测定	105
实验课题五 化合物制备实验	110
实验十六 氯化钠的精制	110
实验十七 硫酸亚铁铵的制备	113
实验课题六 综合及研究实验	116
实验十八 醋酸解离平衡常数的测定与市售食醋中 HAc 含量的测定	116
实验十九 茶叶中钙、镁和铁含量的综合测定	119
实验课题七 自行设计实验	123
实验二十 设计及研究	123

Part I Experiment Essentials in Basic Chemistry

Chapter 1 Laboratory Rules and Safety Information	127
1. The Purpose of Experiments in Basic Chemistry	127
2. General Rules in Laboratory	127
3. Safety Information	128
4. The Treatment of Accidents in Chemical Experiments	129
5. Fire Prevention and Extinguishing Knowledge	129
Chapter 2 Ordinary Instruments in Chemical Experiments	131
1. Ordinary Glassware in Chemical Lab	131
1.1 Cleaning Glassware	131
1.2 Drying Glassware	131
2. Volumetric Glassware	132
2.1 Burets	133
2.2 Volumetric Flasks	135
2.3 Pipets	136
3. Analytical Instruments	137
3.1 Analytical Balance	137
3.2 pH Meter	142
3.3 721-Spectrophotometer	147
3.4 FM-9X Osmometer	150
3.5 Centrifuges	153

Chapter 3 Experiment Results and their Expressions	155
1. Experimental Error and Significant Figures	155
1.1 Experimental Error	155
1.2 Accuracy and Precision	155
1.3 Significant Figures	156
2. Treatments of Experimental Data	158
2.1 Tabling	158
2.2 Graphing	158
2.3 Computer treatment	159
3. Experiment Reports	159
 Part II Experiments in Basic Chemistry 	
Chapter 1 Basic Practice Experiments of Operation	163
Experiment 1 Operation of Volumetric Analysis	163
Experiment 2 Weighing Practice of Analytical Balance	173
Experiment 3 Preparation and Properties of Buffers and Measure the pH of the Solution	177
Experiment 4 Preparation and Properties of Colloidal Systems	182
 Chapter 2 Experiments of Titration	188
Experiment 5 Acid-Base Titration Analysis	188
1. The Standardization of HCl Solution Concentration	189
2. The Standardization of the Concentration of NaOH	191
3. Determination of Purity of Oxalic Acid	194
4. Determination of Content of Borax	195
5. Determination of Aspirin by Back Titration	197
Experiment 6 Oxidation-Reduction Titration	200
1. Potassium permanganate method	200
2. Iodimetry	203
Experiment 7 Complexometric Titration	208
1. Determination of the Hardness of Water	209
2. Determination Content of $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ in Alum	213
3. Determination of calcium gluconate	216
 Chapter 3 Spectrophotometry	220
Experiment 8 Determination of the Content of Fe^{3+} (Fe^{2+}) in Water Sample with Spectrophotometry	220
1. O-phenanthroline Method	222
2. Sulfocyan ($MSCN$) Method	224

3. Sulfosalicylic Acid Method	226
Experiment 9 Determination of the Content of Aspirin in Tablets by Visible Spectrophotometry	229
Experiment 10 Determination of the Formula and the Stability Constant for a sulfosalicylate Iron (III) Complex by Spectrophotometry	231
Experiment 11 Determination of the Content of Vitamin B₂ by Fluorescence Spectrophotometry	235
Experiment 12 Identification and Determination of Vitamin B₁₂ with Ultraviolet Spectrophotometry	237
Chapter 4 Chemical Principle Experiments	240
Experiment 13 Colligative Properties of Dilute Solution and Their Application	240
1. Determination of Molar Mass of Glucose by Freezing Point Depression	242
2. Determination of the Molar Mass of Glucose by Determining Osmolarity	244
3. Application of Freezing Point Osmometer	245
Experiment 14 Determination of the Atomic Mass of Magnesium by Replacement Reaction	247
Experiment 15 Determination of the Rate of Chemical Reaction and Activation Energy	249
Chapter 5 Preparation of Compounds	255
Experiment 16 Refining Sodium Chloride	255
Experiment 17 Preparation of Ammonium Iron (II) Sulfate	258
Chapter 6 Comprehensive Experiments	261
Experiment 18 Determination of Dissociation Equilibrium Constant of Acetic Acid and Content of HAc in Commercial Vinegar	261
Experiment 19 Comprehensive Determinations of Content of Ca, Mg and Fe in Tea	264
Chapter 7 Self-Designed Experiment	269
Experiment 20 Design and Research	269
附录 I 国际相对原子量表	272
附录 II 不同温度下水的饱和蒸汽压	274
附录 III 危险药品的分类、性质和管理	275
一、危险药品	275
二、剧毒物品	276
三、化学实验室毒品管理规定	277
附录 IV 标准缓冲溶液	278
附录 V 参考书目	279

第一部分 基础化学实验基本知识

▶ 第一章

实验室规则及安全知识

1. 基础化学实验目的

基础化学实验课是基础化学课程的重要组成部分。基础化学实验的目的不仅仅是印证理论知识和一些实验现象,理解和掌握课程内容,更重要的是学习科学实验方法,锻炼基本实验技能,培养严谨的科学态度。

学生应通过实验课的严格训练,规范地掌握化学实验操作技术,正确记录和处理实验数据、分析实验现象、表达实验结果。通过自己动手设计和完成实验,培养独立思考和独立解决问题的能力,同时培养严谨的科学态度,从而逐步掌握科学研究方法及实验技能的应用。

2. 化学实验室一般规则

(1) 实验前应认真预习实验教程,阅读有关教材及参考书,明确实验目的与要求,了解实验的基本原理、方法和熟悉实验步骤,做好预习报告。

(2) 仔细阅读仪器使用指南,按说明进行操作。不得进行未经许可的实验和操作。

(3) 学生进实验室应穿白大褂。实验过程应严肃认真,正确操作、认真观察,并及时记录实验现象与数据。不得高声谈话。

(4) 实验须有记录本。及时记录实验数据。根据原始记录,写出实验报告,按规定时间交给教师。

(5) 不允许单独一人在实验室工作。实验中的任何事故无论大小均须向教师报告。

(6) 公用仪器与试剂只能在原处使用,不得随意挪动。

(7) 从试剂瓶中取出的试剂,不得再倒回原瓶中。若取了过量试剂,分给其他同学,或必需时抛弃。取试剂前应两次阅读标签,以保证药品名称和浓度正确。

(8) 勿将试剂瓶盖接口内部分朝下放置而接触到其他表面。若取少许液体,先倒少量于烧杯中,然后自烧杯中取用。多数固体试剂瓶有凹陷内盖,取用少量固体试剂时,先敲于内盖中,然后自盖中取用。

(9) 关上试剂瓶盖时往往会污染试剂,为避免污染,一次只允许打开一瓶试剂。如果试剂瓶盖是硬币大小的,倒试剂时,用拿取试剂瓶的那只手的手指夹住瓶盖,就不会弄混瓶盖造成污染。

(10) 禁止将食物带进实验室,勿在实验室吃东西。

(11) 实验中应注意安全,易燃药品应远离火源。爱护仪器,节约药品、水、电、气等。保持实验室和桌面的清洁整齐,实验过程中使用的试纸、火柴梗等,不能随手扔地下,而用烧杯盛放,实验结束后倒入废物缸。腐蚀性液体、有毒试剂须按规定回收处理。固体废物及腐蚀性液体、有毒试剂不得倒入水槽。

(12) 实验结束前,不得擅自离开实验室。实验完毕,立即清洗仪器,整理药品、仪器及实验台,认真作好实验室与天平室、仪器室的清洁。关好门、窗及水、电、气源后,方能离开实验室。

3. 化学实验室的安全知识

(1) 一切能产生毒性或刺激性气体或挥发性有毒物质的实验均应在通风橱内进行。

(2) 谨慎处理易燃和剧毒物质。使用此类物质时,应在通风条件良好并远离火源的地方进行。

(3) 试管加热前,应将外壁的水滴擦干,加热时勿将试管口朝向他人或自己;不要直接加热试管底部,应倾斜试管缓缓加热液体上端到试管底部之间的部位。

(4) 打开盐酸、硝酸、氨水及过氧化氢等试剂瓶塞时小心气体骤然冲出。嗅闻气味时不要将鼻直接接近瓶口,而应用手扇闻。使用浓酸、浓碱和洗液时,应避免接触皮肤或溅在衣服上,更应注意保护眼睛。

(5) 使用热的或腐蚀性液体试剂时应穿防护外套以保护皮肤和衣物。最好穿皮鞋,勿穿布鞋或凉鞋。

(6) 保持台面清洁,及时擦除溅落的酸和碱。若化学药品溅到皮肤上,立即用大量水冲洗患处,然后抹上肥皂,并用水清洗。

(7) 使用各种电器时,必须注意电压、电流与功率的匹配,切勿用湿手接触电源插头。

(8) 熟悉实验室水、电、气的安装情况、灭火器材存放位置及使用方法,以便应急使用。

4. 化学实验操作过程中可能发生的事故与处理

(1) 割伤处理:在伤口上涂抹碘酒后,敷贴创可贴。

(2) 烫伤处理:在伤口上涂抹烫伤药物或用 10% KMnO_4 溶液润湿伤口至皮肤变为棕色,也可用 5% 的苦味酸溶液涂抹伤口。

(3) 酸碱腐蚀:立即用大量水冲洗。酸灼伤时,局部用水冲洗后,再用饱和碳酸氢钠、稀氨水溶液或肥皂水处理;碱灼伤时,局部用水冲洗后,则采用 2% ~ 5% 醋酸或 3% 硼酸溶液处理。若酸溅入眼中,首先用大量水冲洗,然后用 1% ~ 3% 碳酸氢钠溶液处理后再用大量水冲洗。若碱溅入眼睛时,应用大量水冲洗,然后用 3% 硼酸溶液处理。经上述处理后,立即送医院治疗。

(4) 溴、氯、氯化氢等有毒气体吸入时,可吸入少量酒精与乙醚混合的蒸气以解毒,同时应到室外呼吸新鲜空气。吸入硫化氢、一氧化碳气体,应立即到室外呼吸新鲜空气。

(5) 遇毒物入口时,可内服一杯稀硫酸铜的溶液,再用手指伸入咽喉部,促使呕吐,然后立即送医院。

(6) 若遇触电事故,首先切断电源,尽快用绝缘物如干燥的木棍或竹竿等,使触电者脱离电源。必要时进行人工呼吸,并立即送医院抢救。

5. 化学实验室的防火与灭火常识

(1) 引起化学实验室火灾的主要原因

- 1) 易燃物质离火源太近。
- 2) 电线老化、插头接触不良或电器故障等。
- 3) 下列物质彼此混合或接触后易着火,甚至酿成火灾:
 - 活性炭与硝酸铵;
 - 沾染了强氧化剂(如氯酸钾)的衣物;
 - 抹布与浓硫酸;
 - 可燃性物质(木材或纤维等)与浓硝酸;
 - 有机物与液氧;
 - 铝与有机氯化物;
 - 磷化氢、硅烷、烷基金属及白磷等与空气接触。

(2) 灭火方法:化学实验室内一旦着火或发生火灾,切勿惊慌,应冷静果断地按表 1 所示方法采取扑灭措施并及时报警。

表 1 燃烧物灭火方法说明

燃烧物	灭火方法	说明
纸张、纺织品或木材	沙、水、灭火器	需降温 and 隔绝空气
油、苯等有机溶剂	CO ₂ 、干粉灭火器、石棉布、干沙等	适用于贵重仪器上的灭火
醇、醚等	水	需冲淡、降温 and 隔绝空气
电表及仪器燃烧	CCl ₄ 、CO ₂ 等灭火器	灭火材料不能导电,切勿用水和泡沫灭火器灭火
可燃性气体	关闭气源,使用灭火器	
活泼金属(如钾、钠等)及磷化物与水接触	干砂土、干粉灭火器	绝不能使用水或泡沫、CO ₂ 灭火器
身上的衣物	就地滚动,压灭火焰或脱掉衣服、用专用防火布覆盖着火处	切勿跑动,否则将加剧燃烧

▶ 第二章

基础化学实验常用仪器

1. 实验室常用玻璃仪器

实验室常用玻璃仪器指没有准确刻度的仪器,包括试管、烧杯、量筒、烧瓶、漏斗等,如图 1 所示。

1.1 玻璃仪器的洗涤

玻璃仪器的洗涤一般先用洗涤剂刷洗,再用清水冲洗,最后用少量蒸馏水润洗三次。

对于沾有较难清洗的油污的玻璃仪器,首先用热水或热碱液浸泡,然后用毛刷沾上洗涤剂刷洗,再用清水连续冲洗,最后用蒸馏水润洗三次。

若仪器口小、管细、体长,使用毛刷受限制时,可用铬酸洗液*浸泡一段时间。先用烧杯或烧瓶加热洗液,然后转移到仪器中,操作洗液要特别小心。再用清水连续冲洗,最后用蒸馏水润洗三次。

已洗涤干净的玻璃仪器,玻璃表面各处均一,用水润湿时,水会沿器壁均匀流下而不挂水珠。

1.2 玻璃仪器的干燥

(1) 自然晾干:一般洗涤干净的玻璃仪器可以自然晾干。玻璃仪器开口向下,敞开仪器开口,让水分自然流出,挥发。

需要尽快使用的玻璃仪器可用烤干、吹干、烘干、有机溶剂挥干等方法干燥。

(2) 烤干:先将玻璃仪器的外壁擦干,内壁的水分要尽可能倾尽,然后用小火均匀烤干仪器。此方法适合于数量少、体积小的玻璃仪器,如:试管的干燥。

(3) 吹干:先将玻璃仪器内、外壁的水分尽可能倾尽,然后用电吹风或专用的气流烘干机吹干。如:烧杯的干燥。

(4) 烘干:先将玻璃仪器内、外壁的水分尽可能倾尽,然后放入烘箱中,在 105℃ 烘干。此方法特别适合数量较多,口径较小的仪器。

(5) 有机溶剂挥干:先将玻璃仪器内、外壁的水分尽可能倾尽,然后用丙酮或酒精等易挥发的有机溶剂润湿仪器内壁几次,倒出并回收用过的有机溶剂(此后还可再用乙醚润湿仪器一遍),最后晾干或吹干仪器。

* 铬酸洗液的配制:取 10g 工业用 $K_2Cr_2O_7$,置于烧杯中。先用少量水溶解,在不断搅拌下缓慢加入 200mL 工业用浓硫酸,待溶解并冷却后,即可保存于试剂瓶中待用。



图1 实验室常用仪器

2. 容量分析仪器

容量分析仪器是指用来精确测量液体体积的玻璃容器。一般分析实验室的容量分析仪器有滴定管、移液管、吸量管和容量瓶。

由于容量分析仪器具有较高的准确刻度,在洗涤的时候不能使其内部体积发生改变,因此,一般不用毛刷刷洗,可用铬酸洗液浸泡一段时间,然后再用清水连续刷洗,最后用蒸馏水润洗三次。

玻璃仪器热胀冷缩,受热后不易恢复体积。因此,容量分析仪器不应在高过标注温度太多的温度下烘干。

2.1 滴定管

滴定管主要用于滴定分析中精确放取一定体积的溶液。滴定管一般分为两种:一种是下端带有玻璃旋塞的酸式滴定管[图2(a)],用以盛装和滴定酸类溶液或氧化性溶液;另一种是碱式滴定管[图2(b)],用以盛装和滴定碱类溶液,其下端连接一软橡皮管,内放一玻璃珠,以控制溶液的流速,橡皮管下端再连一尖嘴玻璃管。

常用的滴定管容积为25mL和50mL,最小刻度为0.1mL,读数可估计到0.01mL,此外,还有10mL、5mL、2mL、1mL的半微量或微量滴定管,最小刻度为0.05mL、0.01mL或0.005mL。

(1) 滴定管的准备

1) 滴定管的洗涤:无明显油污的酸式滴定管,可直接用自来水冲洗。若有油污,则用铬酸洗液洗涤,每次倒入10~15mL铬酸洗液于滴定管中,双手平端滴定管,并不断转动,直到洗液几乎布满全管为止(切勿使洗液流出,滴在桌上或地上)。然后打开旋塞,将洗液放回原瓶中。滴定管先用自来水冲洗,再用纯水润洗数次。

碱式滴定管的洗涤方法同上,但要注意铬酸洗液不能直接接触橡皮管。为此,可将碱式滴定管倒立于装有铬酸洗液的烧杯中,橡皮管接在抽水泵上,打开抽水泵,轻捏玻璃珠,待洗液徐徐上升到接近橡皮管处即停止。让洗液浸泡一段时间后,再将洗液放回原瓶中。然后用自来水冲洗滴定管,并用纯水润洗数次。

2) 旋塞涂油:酸式滴定管使用前应检查旋塞转动是否灵活,如不灵活则取下旋塞,用吸水纸擦干旋塞和旋塞槽。用手指蘸少量凡士林,在旋塞孔的两旁涂上薄薄一层(图3),然后将旋塞插入旋塞槽内,向同一方向转动旋塞,观察旋塞与旋塞槽接触的地方是否都呈透明状态,转动是否灵活,并检查旋塞槽是否漏水。如不合要求则须重新涂油。

碱式滴定管应选择大小合适的玻璃珠和橡皮管,并检查滴定管是否漏水,液滴是否能够灵活控制。如不合要求则重新装配。

3) 操作溶液的装入:加入操作溶液时,应先用此种溶液润洗滴定管2~3次,以除去滴定管内残留水分。每次润洗应注入操作溶液约10mL,两手平端滴定管,慢慢转动,使溶液流遍全管。若为酸式滴定管,则打开滴定管旋塞,使润洗液从滴定管下端流出。加入过量操作液,转动旋塞,使溶液冲下以排除气泡;碱式滴定管则是将橡皮管向上弯曲,并用力捏挤玻璃珠所在处,使溶液从尖嘴处喷出以排除气泡(图4)。气泡排除后,调节液面在0.00mL刻度处,备用。

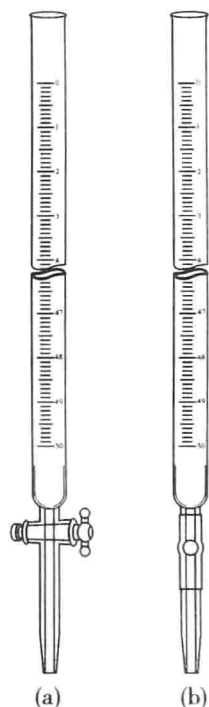


图2 滴定管

(a)酸式滴定管;(b)碱式滴定管

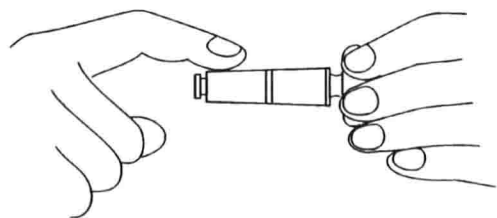


图3 旋塞涂抹凡士林

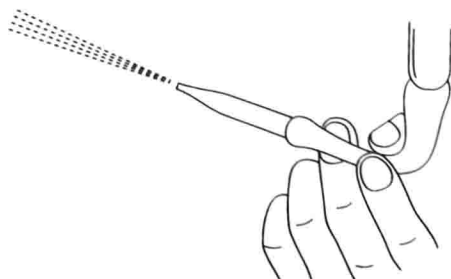


图4 碱式滴定管排除气泡的方法

滴定管外沾着的溶液,可将下嘴靠在烧杯的内壁上加以排除。不要用纸去擦下嘴,以免吸出溶液。

(2) 滴定管的读数:滴定管应垂直夹在滴定台上。由于界面张力的作用,滴定管内的液面呈凹形,称为凹液面。无色水溶液的凹液面比较清晰,而有色溶液凹液面的清晰程度较差。因此,两种情况的读数方法稍有不同。为了正确读数,应遵守下列原则:

1) 读数时滴定管应垂直放置,注入溶液或放出溶液后,需等待 1~2 分钟后再读数。

2) 对于无色溶液或浅色溶液,应读凹液面下缘最低点,读数时视线应与此最低点相平,以避免视觉误差[图 5(a)]。对于有色溶液如 KMnO_4 、 I_2 溶液等,视线应与液面两侧的最高点相平。

3) “蓝带”滴定管中溶液的读数与上述方法不同。若为无色溶液,将有两个弯月面相交于滴定管蓝线的某一点[图 5(b)],读数时视线应与此点相平。若为有色溶液,视线应与液面两侧的最高点相平。

4) 滴定时,最好每次均从 0.00mL 开始,或从略低于“0”的任一刻度开始,这样可固定在某一段体积范围内滴定,减少体积误差,读数必须准确至 0.01mL。

5) 为了协助读数,可采用读数卡[图 5(c)]。读数卡可用涂有黑长方形的白纸制成,将读数卡放在滴定管背后,使黑色部分在凹液面下约 1mm 处,此时即可看到凹液面的反射层成为黑色,然后读此凹液面下缘最低点的数。

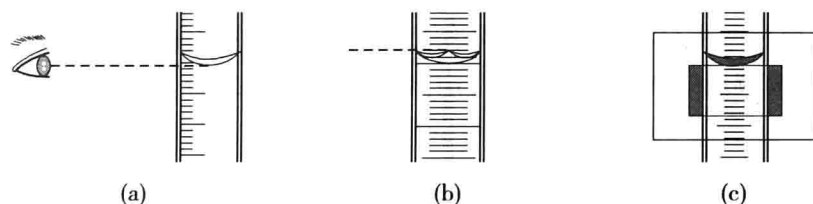


图 5 滴定管读数

(3) 滴定:滴定时,样品溶液盛于锥形瓶中,锥形瓶置于一白色衬底之上,滴定管下嘴位于锥形瓶颈部。操作者用左手控制滴定管旋塞,右手握持锥形瓶,边滴边向同一方向作圆周旋转摇动(图 6)。左手大拇指在前,示指和中指在后,手指略微弯曲,轻轻向内扣住旋塞,手心空握,以免旋塞松动或顶出旋塞。拇指下压开启旋塞,不能前后振动,否则会溅出溶液。

滴定速度一般为 10mL/min,即 3~4 滴/秒。临近滴定终点时,应一滴或半滴地加入,微开旋塞,让滴定剂悬挂在滴定管嘴上,用洗瓶喷出少量纯水将液滴洗入锥形瓶内,然后摇动锥形瓶。如此继续滴定至准确到达终点为止。

使用碱式滴定管时,左手拇指在前,示指在后,捏住橡皮管中玻璃珠所在部位稍上处,捏挤橡皮管,使其与玻璃珠之间形成一条缝隙,溶液即可流出。注意不能捏挤玻璃珠下方的橡皮管,以免空气进入而形成气泡。

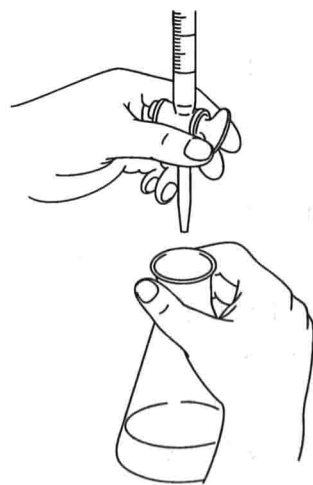


图 6 滴定操作

2.2 容量瓶

容量瓶主要用于将样品溶液稀释到一定体积。容量瓶是一细颈平底玻璃瓶,带有玻璃磨口塞或塑料塞,颈上有一标线,一般表示 20℃ 时液体充满标线时的容积[图 7(a)]。容量瓶玻璃随周围环境温度变化的膨胀系数很小,因此这个体积可以看作常量。通常有 25mL、100mL、250mL、500mL 和

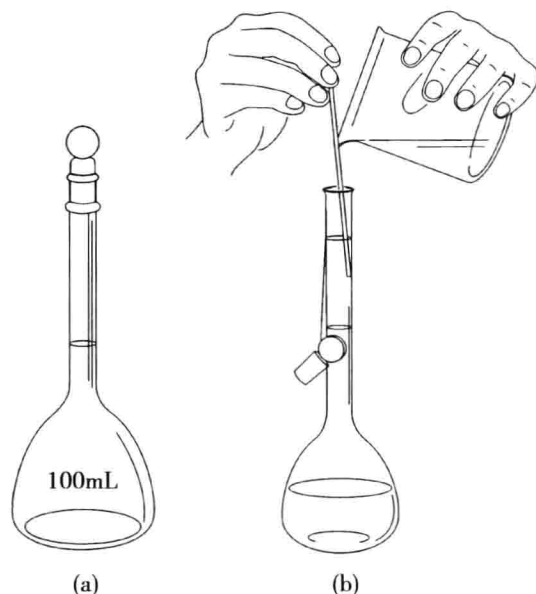


图7 容量瓶(a)及其使用(b)

1000mL 等各种规格。容量瓶不能用作贮液瓶,容量瓶重装入或混合的液体应转移到贮液瓶中贮藏,并洗净容量瓶。

(1) 容量瓶的洗涤:容量瓶的洗涤方法与滴定管相同。

(2) 操作方法:容量瓶中只盛放已溶解的溶液。如用固体物质配制溶液,应先将已称重的固体在烧杯中用少量溶剂溶解后转入容量瓶中,再用溶剂稀释到刻度线。将溶液转入容量瓶的方法见[图7(b)]。

烧杯中的样品溶液转移后,需用溶剂洗涤烧杯3~4次,将洗涤液一并转入容量瓶中。当溶液稀释至容积 $2/3$ 时,应将容量瓶摇晃,使溶液初步混匀,然后小心稀释至刻度即溶液凹液面下缘与标线相平。观察刻度时,视线应与标线相平。盖好瓶塞,用拇指或手掌压住瓶塞,另一只手握住容量瓶,倒转并用力振摇容量瓶,然后竖直,待颈部的液体流回瓶中。如此反复几次,使溶液充分混合均匀。

热溶液应冷却至室温后方能注入容量瓶中,否则将造成体积误差。

2.3 移液管和吸量管

移液管和吸量管用来转移一定体积的溶液。移液管是中间带有一膨大部分(称球部)的玻璃管,管颈上部刻有标线[图8(a)]。常用的移液管有5mL、10mL、25mL和50mL等规格。吸量管是具有分刻度的直玻璃管[图8(b)]。常用的吸量管有1mL、2mL、5mL和10mL等规格。

(1) 洗涤:移液管和吸量管用铬酸洗液洗涤时,移液管和吸量管倒置,用洗耳球吸取洗液,管尖套上橡皮管夹紧;也可放在高型玻筒或量筒内用洗液浸泡。取出,沥尽洗液后,用自来水冲洗,再用纯水润洗。

(2) 操作方法:移取溶液时,应预先用所移取的溶液将移液管润洗2~3次,从移液管嘴吸取溶液,双手平端并不断转动,使溶液润洗全管内壁。洗液从管嘴或上口放出。移取溶液时,一般用右手拇指和中指拿住管颈标线上方,将管下端插入溶液下部(勿接触底部),左手用洗耳球缓缓吸取溶液。当液面上升至标线以上时,移去洗耳球,立即用右手示指按住管口,将移液管离开液面,管的末端仍靠在盛溶液器皿的内壁上,略微放松示指,不断转动移液管身,使液面平稳下降,直到溶液凹液面下缘与标线相平时立即用示指压紧管口。取出移液管,将管嘴接触容器外壁以除去悬挂的液滴,然后插入承接溶液的器皿中,管的末端仍靠在器皿内壁上。此时移液管应垂直,承接的器皿稍倾