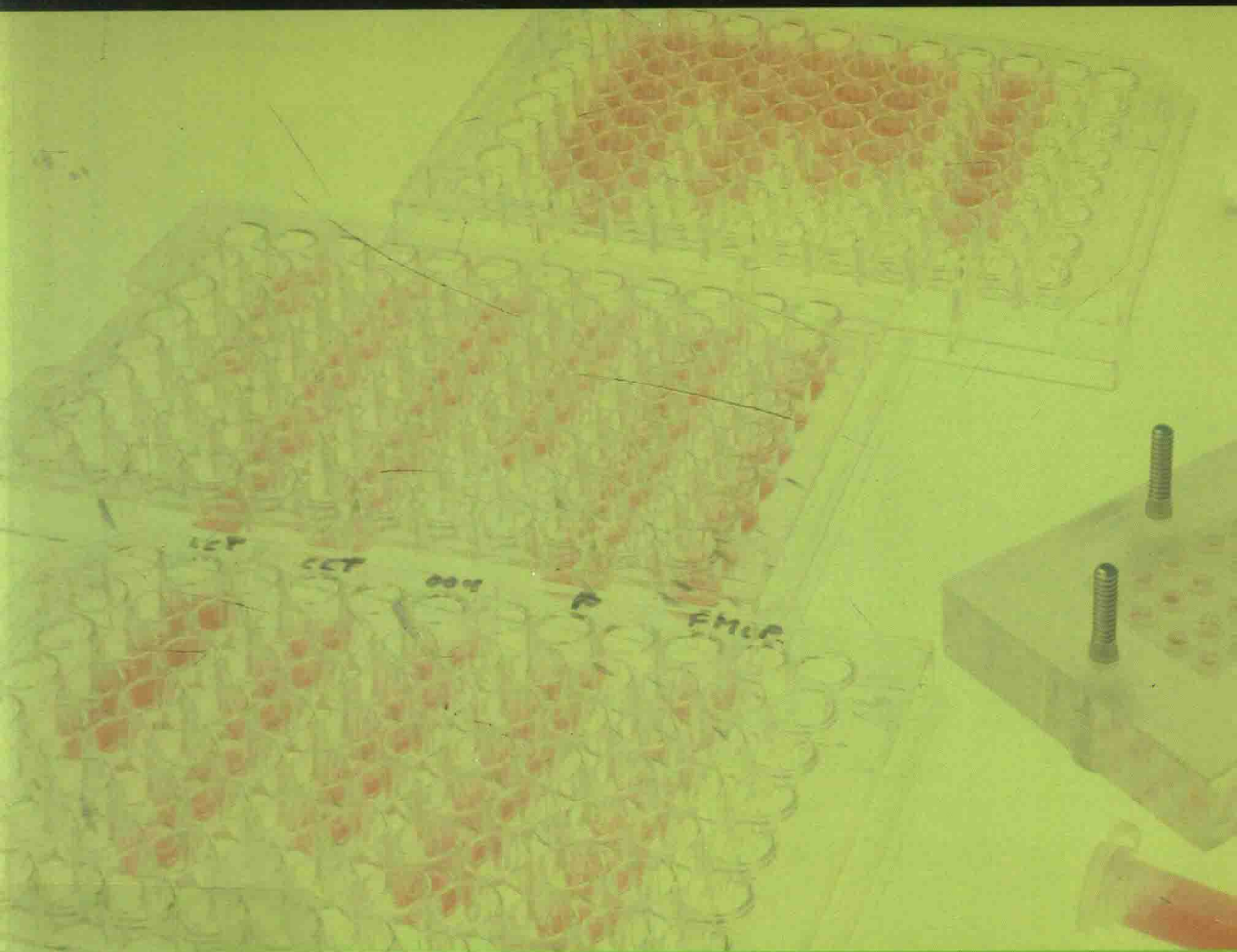


高等医药院校教材
供药学、检验学、预防医学等专业用

分析化学实验

主 编 侯华新
副主编 梁永红 李振中



人民卫生出版社

高等医药院校教材
供药学、检验学、预防医学等专业用

分析化学实验

主 编 侯华新

副主编 梁永红 李振中

编 者 (以姓氏笔画为序)

王志清 (广西医科大学)

苏志恒 (广西医科大学)

李 容 (右江民族医学院)

李振中 (右江民族医学院)

李新春 (广西医科大学)

陆海峰 (右江民族医学院)

侯华新 (广西医科大学)

钱 力 (右江民族医学院)

黄锁义 (右江民族医学院)

梁永红 (广西医科大学)

人民卫生出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验 / 侯华新主编. —北京: 人民卫生出版社,
2013.8

ISBN 978-7-117-17692-7

I. ①分… II. ①侯… III. ①分析化学—化学实验—
医学院校—教材 IV. ①0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 158555 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!

分析化学实验

主 编: 侯华新

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: 潮河印业有限公司

经 销: 新华书店

开 本: 787×1092 1/16 印张: 7

字 数: 170 千字

版 次: 2013 年 8 月第 1 版 2013 年 8 月第 1 版第 1 次印刷

标准书号: ISBN 978-7-117-17692-7/R · 17693

定 价: 19.00 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

《分析化学实验》是分析化学领域一门重要的实践性课程,是学生运用分析化学理论,通过化学、物理、生物学等技术获取物质的性质、形态、结构、含量等信息的实践场所,是培养学生理论联系实际,创新思维、动手能力的重要课程。为了适应我国食品分析、药品分析、环境分析等发展趋势,满足学科认证的需要,经过广西医科大学和右江民族医学院参编人员对编写大纲和各章节实验内容研讨,明确了编写原则,落实了编写计划和各章的内容。

本教材分为四大部分:①分析化学实验基础,包括分析化学实验课的任务和分析化学实验室的要求,分析化学实验的基本操作,实验结果记录、处理、报告要求;②化学分析和仪器分析的各类实验;③综合性、设计研究性实验;④附录部分。本书适合药学、检验学和预防医学等专业的本科、专科学生使用。

本教材最大特色在于融入“三明治”教学法理念,在实验课中增加了实验讨论环节,通过自主讨论形式,使学生能在实验操作前,更好理解实验的目的,掌握实验方法的选择,实验条件的确定,影响实验的重要因素等,从而提高实验课的效益。本教材编入的综合性、设计性实验,以某被测物为主线,学生根据实验提示及所掌握的知识,设计出不同的分析方法并加以实施,该实验的目的是培养学生综合分析问题,独立完成实验的能力,并使学生加深对各类分析方法选择应用的认识。本教材还选择了滴定分析、光谱分析和色谱分析中的三个实验,进行中英文对照编写,满足部分同学专业外语学习的需要。同时本教材还删除了仪器说明、操作步骤等内容,使教材更加简明扼要。

本书的编写得到了广西医科大学和右江民族医学院有关部门的大力支持,在此表示衷心感谢。限于编者水平,书中难免有错误和不当之处,请读者批评指正。

编者

2013年3月

目 录

第一章 分析化学实验基础	1
第一节 分析化学实验课的任务和要求	1
第二节 分析化学实验室的规章制度	1
第三节 分析化学实验的玻璃仪器使用常识	3
第四节 实验结果记录、处理、报告要求	9
第二章 分析天平的使用与称量	12
实验一 电子天平称量练习	12
第三章 酸碱滴定分析	14
实验二 氢氧化钠和盐酸标准溶液的配制与标定	14
实验三 食醋中总酸量的测定	16
实验四 药用硼砂含量测定	17
实验五 碳酸氢钠片中碳酸氢钠含量的测定	19
第四章 氧化还原滴定分析	21
实验六 高锰酸钾、硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	21
实验七 双氧水中过氧化氢含量测定	23
实验八 维生素C含量测定	25
第五章 配位滴定分析	28
实验九 EDTA标准溶液的配制与标定	28
实验十 水的硬度测定	29
实验十一 明矾含量的测定	31
第六章 沉淀滴定分析	33
实验十二 硝酸银标准溶液的配制和标定	33
实验十三 生理盐水中氯化钠含量测定	34

第七章 电位法与电位滴定分析	36
实验十四 直接电位法测定水样中氟离子含量	36
实验十五 电位滴定法测定硫酸亚铁铵中亚铁含量	38
第八章 紫外-可见光谱分析	41
实验十六 紫外-可见分光光度计的性能检查	41
实验十七 维生素 B ₁₂ 的吸收曲线绘制及注射液含量测定	45
实验十八 饮用水中亚硝酸盐氮含量测定	47
实验十九 邻二氮菲分光光度法测定水中微量铁(II)	49
第九章 荧光光谱分析	51
实验二十 荧光分光光度法测定硫酸奎尼丁的含量	51
实验二十一 荧光分析法测定复合维生素 B 片中维生素 B ₂ 含量	52
第十章 原子吸收光谱分析	55
实验二十二 原子吸收分光光度法测定自来水中铜离子的含量	55
实验二十三 火焰原子吸收法测定口服补液盐散(II)中的钾含量	57
第十一章 红外吸收光谱分析	60
实验二十四 KBr 压片法测定固态样品红外吸收光谱	60
实验二十五 薄膜法测定高分子物质的红外吸收光谱	61
第十二章 气相色谱分析	64
实验二十六 苯、甲苯与二甲苯混合物的分离和测定	64
实验二十七 内标法测定塑化剂(邻苯二甲酸二乙酯)含量	66
第十三章 高效液相色谱分析	68
实验二十八 高效液相色谱仪性能检查及色谱参数测定	68
实验二十九 高效液相色谱法测定阿司匹林片的含量	70
第十四章 平面色谱分析	73
实验三十 饮料中食用色素检查	73
实验三十一 磺胺类药物混合物的薄层色谱分析	74
实验三十二 中药材大黄的薄层色谱分析	76
第十五章 综合设计实验	78
实验三十三 阿司匹林片的含量测定	78

第十六章 英文实验	80
Experiment 1 The preparation and standardization of NaOH and HCl standard solutions	80
Experiment 2 Colorimetric determination of nitrite in drinking water	82
Experiment 3 Assay of aspirin tablet by high performance liquid chromatography	85
附录一 国际原子量表	89
附录二 常用缓冲溶液及配制方法	91
附录三 常用有机溶剂部分物理常数表	97
附录四 常用的各种指示剂	99
附录五 常用基准物质的干燥条件和应用范围	103

第一章

分析化学实验基础

第一节 分析化学实验课的任务和要求

分析化学是一门研究获取物质的组成、结构、形态、含量等化学信息的方法及相关理论与技术的科学,具有实践性和创新性强的特点,是化学、药学、生物学及其他相关专业的重要基础课程,是国民经济众多领域的技术支撑学科。分析化学实验包括化学分析实验和仪器分析实验两大部分。

分析化学实验课程是巩固和运用分析化学基本概念、基本理论和基本计算的重要课程。在实验过程中,学生必须学会正确合理地选择实验方案、实验条件和实验仪器,熟练掌握化学分析和仪器分析的基本操作和技能,善于观察实验现象和进行实验记录,正确处理数据和表达实验结果,培养实事求是的科学态度、严谨细致的工作作风、良好的实验习惯及独立思考、分析问题和解决问题的能力,为学习后续课程和将来工作奠定良好的实践基础。

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。明确实验目的,实验原理,针对实验讨论部分应结合理论课的相关内容进行学习,相互讨论,并独立思考,多渠道寻找答案。同时熟悉实验内容和操作程序及注意事项,完成预习报告。
2. 严格操作,如实记录。实验过程中应按照实验步骤的要求,使用仪器的规范进行操作。细心观察实验现象,及时将实验条件、现象以及分析测试的原始数据记录。
3. 认真完成实验报告。按照分析化学的要求、特点,对实验记录进行认真整理、分析、归纳和计算。
4. 严格遵守实验室规章制度,注意安全,保持实验室内安静、整洁。

第二节 分析化学实验室的规章制度

一、实验人员要求

(一) 实验前要求

认真预习实验教材,明确实验目的、任务,领会实验原理,了解实验操作步骤和注意事

项,并针对实验讨论问题预先进行探讨,做到心中有数,并完成预习报告。

(二) 实验过程要求

1. 所用的仪器、药品放置要合理、有序,实验台面要清洁、整齐。实验告一段落后要及时整理。实验完毕后所用的仪器、药品、用具等都要放回原处。

2. 实验中要遵守操作规程,认真细致地观察实验现象,遇到问题要深入思考,及时找出原因并采取有效的措施解决问题。

3. 实验数据记录应做到及时、真实、完整、准确和规范,不得随意涂改。

4. 遵守课堂纪律,不得迟到、早退,有事要请假。无故不参加实验者按学校相关规定处理。要保持实验室安静,不得大声喧哗。

(三) 实验室卫生要求

1. 实验者要维护实验室的卫生,不能随地吐痰,对实验过程的废液、废渣、废纸按相关要求丢弃。实验结束后,要擦拭干净所用的试验台面,清洗仪器、整理药品,将仪器、药品放回指定的位置。

2. 值日生负责清洁实验室公共区域,认真检查仪器是否清洁回位、试剂是否摆放整齐,检查水、电、煤气开关并关好门窗。

二、仪器使用要求

1. 仪器校正与维护 为了获得准确的实验结果,大多数分析仪器应符合其精确度和准确度计量标准,因此必须按时进行校验和维护,包括光谱学分析仪器(紫外可见分光光度计、荧光分光光度计等)、电化学分析仪器(电位计、酸度计等)、色谱分析仪器(液相色谱仪、气相色谱仪等)和常规与滴定分析仪器(分析天平、滴定管、移液管、容量瓶等)。

2. 仪器使用及保护 爱护实验室仪器和正确使用是每一位实验者应具备的素质。使用仪器前必须认真阅读仪器的使用说明,实验过程必须严格按操作规程进行操作,细心谨慎规范。实验结束后,应按规定将所用的仪器复原。

3. 仪器损坏及赔偿 必须爱护实验仪器。对损害仪器者,应查明其损坏的原因,填写报损单,并按其损坏的情节,参照有关仪器赔偿制度进行处理。

三、实验室安全常识

在分析化学实验中,经常接触腐蚀性、易燃、易挥发、有毒的化学试剂,使用水、电、火、煤气、各类气瓶等,如不遵守操作规程或粗心大意,就可能造成中毒、着火、烫伤及仪器设备的损坏等各种事故,因此,必须严格执行实验室的安全制度。

1. 实验室内严禁饮食、吸烟、化学药品入口及使用实验器皿作餐具。实验完毕后必须认真洗手。

2. 一切试剂、样品均应有标签,不能用容器盛装与标签不相符的物质。

3. 浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性,配制和使用时切勿溅在皮肤和衣服上。如稀释浓硫酸时,必须在烧杯或耐热容器中进行,且只能将浓硫酸在不断搅拌的同时缓缓加入水中,若温度过高,应冷却降温后再继续操作。如需将浓酸或浓碱中和,必须先进行稀释。

4. 开启易挥发的试剂(如浓盐酸、浓硝酸、高氯酸、氨水等)时,应在通风的地方进行,

开启时瓶口不要对准人。夏天取用浓氨水时,应先将试剂瓶放在自来水中冷却数分钟后再开启。

5. 配制的药品有毒或反应能产生有毒或有腐蚀性气体的药品(如 HCN、NO、CO、SO₂、H₂S、Br₂ 水等)时,均应在通风橱内进行。使用汞盐、砷化物、氰化物等剧毒药品时,要特别小心,并采取必要的防护措施。氰化物不能接触酸,否则产生剧毒的 HCN 气体。实验残余的毒物应采取适当的方法加以处理,切勿随意丢弃或倒入水槽。

6. 使用易燃的有机试剂(如乙醇、乙醚、苯、丙酮等)时,一定要远离火源,使用完毕后及时将试剂瓶塞严。不能用明火加热易燃溶剂,而应采用水浴或沙浴加热。

7. 试剂瓶的磨口塞粘固打不开时,可将瓶塞在实验台边缘轻轻磕碰,使其松动;或用电吹风稍许加热瓶颈部分使其膨胀;或在粘固的缝隙间加入几滴渗透力强的液体(如乙酸乙酯、煤油、稀盐酸、水等);也可将瓶口放入热水中浸泡。严禁用重物敲击,以防瓶子破裂。

8. 将玻璃棒、玻璃管、温度计插入或拔出胶塞或胶管时,应垫有垫布,切不可强行插入或拔出。切割玻璃管、玻璃棒,装配或拆卸玻璃仪器装置时,要防止造成刺伤。

9. 使用煤气灯时,应先将空气调小后,再点燃火柴,然后开启煤气阀点火并调节好火焰。禁止用火焰在煤气管道上查找漏气处,而应该用肥皂水检查。

10. 使用电器设备时,要注意防止触电,不可用湿手或湿物接触电闸和电器开关。凡是漏电的仪器设备都不要使用,以免触电。使用完毕后应及时切断电源。

11. 实验结束离开实验室时,应检查水、电、煤气、门、窗是否已关好。

四、实验室常见紧急情况的处理

1. 酸灼烧伤时,立即用大量清水冲洗,然后再用 2% 碳酸氢钠(或氨水、肥皂水)溶液冲洗;碱灼烧伤时,先用清水冲洗,再用 2% 的硼酸溶液冲洗。最后均用清水冲洗,严重者送医院治疗。

2. 如遇烫伤但未破皮时,可采用大量的自来水冲洗烫伤处,或用饱和的碳酸氢钠溶液涂擦。

3. 如因酒精、苯、乙醚等易燃物引起着火,应立即用沙土或湿布等扑灭,如火势较大,可用灭火器扑灭。如火源危及通电线路,应首先切断电源再灭火。

4. 如遇触电,应首先切断电源,再将伤员送往医院抢救。

5. 如遇突发事件或不可控制事件,应迅速从紧急通道安全撤离。

第三节 分析化学实验的玻璃仪器使用常识

一、仪器的清洗

(一) 仪器的清洗

分析化学实验最常用的是各种玻璃仪器。实验前后,都必须洗干净。洗涤后的玻璃仪器,要求清澈透明,水沿器壁自然流下后均匀润湿,不挂水珠。

1. 常规洗涤方法 没有特别污垢的仪器先用自来水荡洗, 然后根据其形状选用相应的毛刷, 沾上洗衣粉或肥皂水等, 细心地沿器壁内外均匀地螺旋式运动(注意不能用秃顶的毛刷, 也不能用力过猛, 否则会戳破仪器)然后用自来水冲洗至无泡沫, 观察清洁度。此外, 精确分析用的仪器还要用洗瓶吹入少量的蒸馏水, 漂洗内壁 3 次方可使用。若用常规方法仍洗不干净, 可根据具体情况, 选用以下特殊方法。

2. 铬酸洗液洗涤法 此法可洗掉焦油状污垢和炭化残渣。先用常规方法洗涤并倾尽水分, 然后缓缓倒入洗液, 慢慢倒入仪器, 让洗液充分润湿仪器内壁, 特别是未洗净的部位, 几分钟后把洗液倒回瓶内, 用自来水冲洗干净, 再用洗瓶吹入少量蒸馏水, 漂洗内壁 3 次。

此法多用于分析仪器的洗涤, 若洗涤滴定管, 应倒插入特制洗液桶中浸泡几分钟(注意不要泡过颈部), 移液管则顺插入该桶中浸泡, 几分钟后取出沥干洗液, 冲洗方法同上。

铬酸洗液是一种强酸和强氧化剂, 具有腐蚀性, 使用时要小心, 注意不要溅在皮肤、衣服、桌椅和地板上。该洗液呈红棕色, 贮于磨口瓶中。注意密塞保存, 使用时防止被水稀释。经多次使用变成绿色后应倒入废液缸中, 绝不能倒入下水道中。

3. 化学解除法 一些实验后留下的污垢(多为沉淀析出物的斑痕)可立即用相应的化学方法除去。如: KMnO_4 溶液残存的斑痕, 可用盐酸或还原剂除去; 银或氧化银斑痕可用浓 HNO_3 除去; AgCl 斑痕可用氨水除去, 等等。经过化学处理之后的仪器, 还要再用常规方法进行洗涤。

(二) 干燥器的使用

常压干燥器是一具有磨口盖子的厚壁玻璃容器, 用以保干某些物质。盖与器体磨口接合处涂有一薄层凡士林, 使之能与盖子密合。

干燥器内有一块有孔瓷板, 将它分为上下两层。下层放干燥剂, 常用的干燥剂有硅胶、无水 CaCl_2 、浓 H_2SO_4 、 P_2O_5 、粒状 KOH 等。所放干燥剂的量要适合, 否则会玷污被干燥的物质。瓷板上放置被干燥的物质。

移动干燥器时应小心, 用两手平端上沿磨口接合处, 注意不要让盖子滑落。开启或合上盖子时, 应一手扶住干燥器, 一手滑挪盖子(图 1-1)。不能使劲拔开或直接罩上。盖子拿开后应拿在手上或翻放在桌子中央, 以免滑落。取出物品后应立即盖上盖子, 以免吸潮。

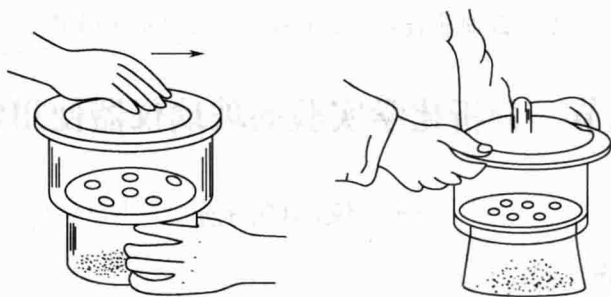


图 1-1 干燥器

二、滴定管、容量瓶、移液管、吸量管和碘量瓶的使用方法

滴定分析中离不开溶液体积的准确计量,而溶液体积测量误差是滴定分析误差的主要来源。下面介绍滴定分析中常用玻璃仪器及其基本操作方法。

(一) 滴定管

滴定管是在滴定过程中用来盛标准溶液或被测定溶液的量器(图 1-2),管壁刻有精确刻度,可在滴定时准确测量溶液的体积。

滴定管按其构造可分为酸式滴定管和碱式滴定管。酸式滴定管的下端有玻璃活塞开关,用来盛放酸性溶液或氧化性溶液;碱式滴定管下端连接一软橡皮管,内放一玻璃珠,橡皮管下端再连接一尖嘴玻璃管,用来盛放碱性溶液。

酸式滴定管因磨口玻璃旋塞会被碱类溶液腐蚀不能盛放碱性溶液;而碱式滴定管也不能盛放氧化性的溶液,如 KMnO_4 、 I_2 等,避免与橡皮管起反应。

1. 滴定管准备

(1) 滴定管的洗涤:无明显油污的滴定管,可直接用生活自来水冲洗。若有油污,则用铬酸洗液洗涤,每次倒入 10~15ml 于滴定管中,两手平端滴定管,并不断转动,直到洗液布满全管为止。然后打开旋塞,将洗液放回原瓶中。滴定管先用自来水冲洗,再用蒸馏水润洗几次。若油污严重,可倒入温洗液浸泡一段时间,然后按上述步骤洗涤干净。洗净的滴定管内壁应完全被水浸润而不挂水珠。

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,待洗液徐徐上升接近橡皮管处即停止。让洗液泡一段时间后,将洗液放回原处,然后用自来水冲洗滴定管,并用蒸馏水润洗几次。

(2) 旋塞涂油:酸式滴定管使用前,应先取下旋塞,用吸水纸擦干旋塞和旋塞槽,在旋塞的两头涂上薄薄的一层凡士林,距离旋塞孔两旁少涂凡士林,以免凡士林堵住旋塞孔(图 1-3)。

把旋塞插入旋塞槽内,向同一方向旋转旋塞,观察旋塞和旋塞槽接触的地方是否都呈透明状态,转动是否灵活,并检查旋塞是否漏水,如不合要求则需重新涂布。

若管尖出口被凡士林堵住,可将管尖插入温水中温热,迅速打开活塞,使管内水将软化的凡士林冲出。

(3) 溶液的装入:在装入溶液前,先使用溶液润洗 3 次,洗去滴定管内壁残留水分。装入溶液时,左手持滴定管上端无刻度处,慢慢倒入溶液,注意观察管尖是否有气泡。如有气泡,酸式滴定管则可转动活塞让液流将气泡带出;碱式滴定管则可将橡皮管向上弯曲,捏挤玻璃珠所在处,使溶液向上喷,即可排出气泡(图 1-4)。气泡排出后,再加入溶液至“0”刻度以上,调节至 0.00ml 处或 0.00ml 以下(不能偏离“0”刻度太远),记下“读数”。注意不能调节到估计值处,如 0.12、0.25ml 等。



图 1-2 酸式滴定管(左)和碱式滴定管(右)

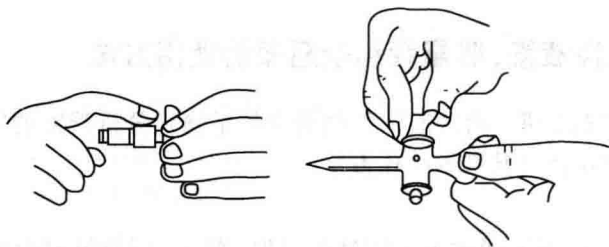


图 1-3 旋塞涂凡士林的操作

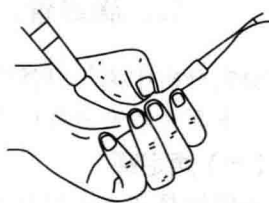


图 1-4 碱式滴定管的排气方法

2. 滴定管读数 读数时应遵循以下原则:

(1) 装满或放出溶液后,应稍停 1~2 分钟,使附着在内壁的溶液流下来再读。读数时管壁不应挂水珠,管尖不应有气泡或悬滴液。

(2) 读数时,滴定管应保持垂直,可夹在滴定管架上,也可以手持滴定管液面以上部分。眼睛的位置应与滴定管液面处于同一水平线上,眼睛的位置不同会得出不同的读数(图 1-5)。对无色溶液或浅色溶液,读取溶液弯液面下缘实线的最低点。为了使读数清晰,也可在滴定管后面衬一黑白色卡片。对于有色溶液,如 KMnO_4 溶液,因弯液面不清,读数时应以液面两侧最高点为准。读数时必须读到小数点后第二位,即要求估读到 0.01ml。

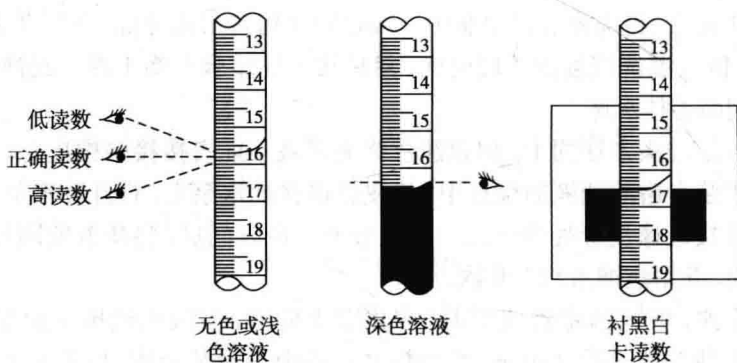


图 1-5 滴定管读数

(3) 如为蓝线滴定管,此时,溶液呈两个弯液面,相交于滴定管蓝线上,读数时即以此点为准。

3. 滴定操作

(1) 滴定管的使用:使用酸式滴定管时,用左手控制滴定管活塞,无名指和小指向手心弯曲,轻轻抵住管尖上部,其余三指控制活塞转动。大拇指在前,食指和中指在后,手指稍弯曲,并轻轻用力向内扣活塞,滴定时要注意不要往外拨动或用掌心顶住活塞,以免漏液(图 1-6)。

使用碱式滴定管时,左手拇指和食指捏住橡皮管中的玻璃珠所在部位稍上处,并往右边捏橡皮管,橡皮管与玻璃珠间形成一条缝隙,而使溶液从其间流出(图 1-7)。



图 1-6 酸式滴定管的操作

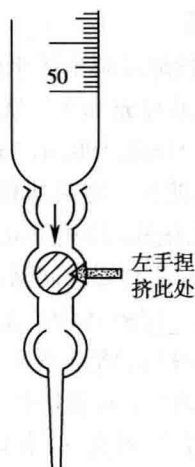


图 1-7 碱式滴定管的操作

无论用哪种滴定管,都需学会:逐滴连续滴加;只加一滴;加半滴(即液滴悬在管端,而后用滴定容器锥形瓶内壁将液滴碰下或用洗瓶冲蒸馏水带下的操作)。

(2) 滴定操作:滴定一般在锥形瓶或烧杯中进行,滴定时左手按前述方法滴加溶液,右手前三指持锥形瓶颈,调节滴定管的高度,使滴定管的管尖伸入锥形瓶少许。右手用腕抖动锥形瓶,边滴边摇动。摇动时,应向同一方向作圆周运动,勿使瓶口接触滴定管,也不要前后振荡,以免溶液溅出(图 1-8、图 1-9)。

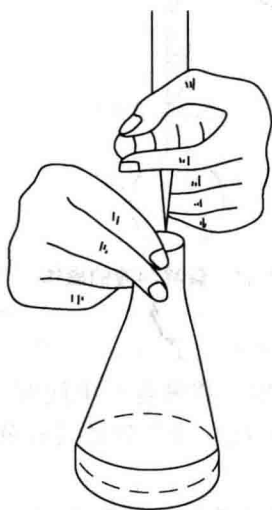


图 1-8 两手滴定操作



图 1-9 在烧杯中的滴定操作

目前许多学校和单位均使用聚四氟乙烯酸碱两用滴定管,该滴定管外形类似传统的酸式滴定管,只是在活塞处采用聚四氟乙烯材料,既可耐酸也可耐碱。其洗涤方式、滴定操作方法与传统的酸式滴定管相似。

(二) 容量瓶

容量瓶是一种细颈梨形的平底玻璃瓶,有玻璃磨口塞或塑料塞,颈上有一标线,瓶上标示体积即为 20℃ 液体充满至标线时的体积。它主要用来配制标准溶液或试样溶液,通常有 5ml、10ml、25ml、50ml、100ml、250ml、500ml、1000ml 等各种规格。

1. 容量瓶的准备 容量瓶使用前应检查是否漏液,为此可注入自来水至标线附近,盖好瓶塞,右手拿住瓶底,将瓶倒立,观察瓶塞周围是否有液体漏出(图 1-10)。不漏液方可使用。容量瓶洗涤方法和要求同滴定管。

2. 操作方法 用固体物质配制成标准溶液时,应将准确称量出的固体置于小烧杯中,用少量蒸馏水溶解后,将溶液定量转移入容量瓶中,转移时烧杯口紧靠玻璃棒,下端伸入瓶颈并靠着瓶颈内壁,倾斜烧杯,使溶液沿玻璃棒流入瓶中(图 1-11)。溶液倾完后,将烧杯沿玻璃棒轻提并慢慢直立,使附在玻璃和烧杯嘴间的液滴流回烧杯。用蒸馏水洗烧杯 3 次,洗涤液都要转入容量瓶中,加水至容量瓶的大半,旋摇容量瓶,使瓶内溶液大体混匀,然后加水至标线附近,再用滴管滴加蒸馏水至使液面的弯液面底部恰好与标线相切。盖上瓶塞,用一手指压紧瓶塞,另一手指托住瓶底,将瓶底倒转摇动,如此反复数次,溶液即可混匀。



图 1-10 检查漏水和混匀溶液的操作

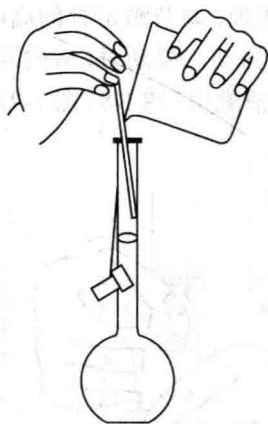


图 1-11 转移溶液的操作

(三) 移液管和吸量管

移液管和吸量管都是用于移取一定量溶液的量器。移液管是中间有一膨大部分(称为球部)的玻璃管,其上和下均为细管,上部细管刻有标线。吸量管是具有分刻度的玻璃管(图 1-12)。

1. 洗涤 移液管和吸量管一般采用橡皮洗耳球吸取铬酸洗液洗涤,也可放在高型玻璃筒内用洗液浸泡,取出洗液后,先用自来水冲洗,再用蒸馏水洗净。

2. 操作方法 移取溶液时,应预先用所移取的溶液润洗移液管 3 次,以确保所移的溶液浓度不变。移取溶液时,一般用右手大拇指和中指拿住管颈下方,把管尖适当插入溶液中。左手拿洗耳球先把球内空气挤出,然后把球的尖端紧接移液管口,慢慢松左手手指使溶液在管内缓缓上升。

当液面升高到刻度以上时,移去洗耳球,立即用右手的食指按住管口,大拇指和中指拿住移液管标线上方,将移液管离开液面,管的末端仍靠在盛溶液口器血液面以上的内壁,稍微放松食指,并轻轻用大拇指和中指转动移液管,使液面缓缓下降,直到溶液的弯月面和标线相切时,立即用食指压紧管口,取出移液管,插入承接溶液的器皿中,器皿稍倾斜,管垂直,末端靠在器皿内壁上,然后松开食指,让管内溶液自然地沿器壁流下(图 1-13),停 10~20 秒钟,拿开移液管即可。残留在移液管末端的溶液,不可用力使其流出,因校准移液管时,已考虑了移液管末端保留溶液的体积。

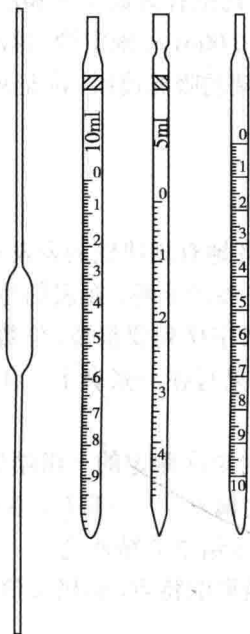


图 1-12 移液管和吸量管

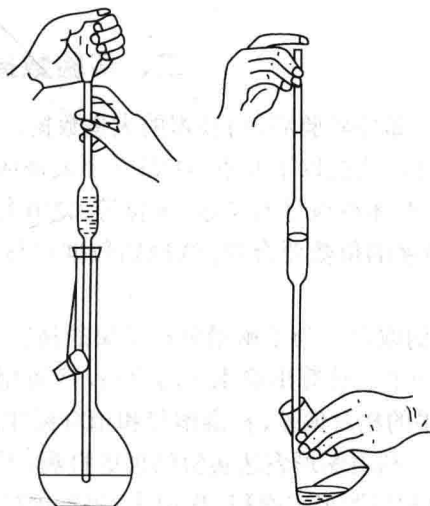


图 1-13 移液管的操作

吸量管的操作方法与上述操作相同,但有一种吸量管,管上刻有“吹”字的,末端的溶液需吹出。

(四) 碘量瓶

碘量瓶是一种具有磨砂玻塞,且瓶口呈漏斗状的锥形瓶。为了避免碘液挥发而引起误差,在涉及碘量法测定时,常在这种锥形瓶中进行反应。在瓶内进行反应时,要用蒸馏水封住瓶口,即水封。滴定时打开塞子,让瓶口的蒸馏水将挥发在塞子上的碘一并洗入碘瓶。其滴定操作与普通锥形瓶相似。

第四节 实验结果记录、处理、报告要求

一、实验现象、数据的记录

实验记录是培养学生分析问题、归纳能力及严谨科学作风的重要环节。因此,对实验现象、数据记录提出下列要求:

1. 学生要有专门的实验记录本, 标上页数, 不得撕去任何一页。绝不允许将数据记在单页纸上、小纸片上, 或随意记在其他地方。

2. 实验过程中涉及的各种特殊仪器的型号、标准溶液浓度、各种测量数据及有关现象, 应严谨、真实而清楚地记录下来, 切忌夹杂主观因素, 决不能随意拼凑和伪造数据。实验中的每一个数据, 都是测量结果, 所以, 重复测量时, 即使数据完全相同, 也应记录下来。在实验过程中, 如果发现数据算错、测错或读错而需要改动时, 可将数据用一横线划去, 并在其上方写上正确的数字。

3. 记录实验数据时, 应注意其有效数字的位数, 保留几位有效数字应和所用仪器的准确程度相适应。用万分之一分析天平称量时, 要求记录至 0.0001g ; 滴定管、移液管、吸量管及容量瓶的读数, 应记录至 0.01ml ; 用分光光度计测量溶液的吸光度时, 应记录至 0.001 的读数。

二、实验数据的处理

1. 列表 做完实验后, 可获得的大量数据, 尽可能整齐地有规律地列表表示, 以便处理运算。列表时应注意以下几点: ①每一个表都应有简明完备的名称, 在表的每一行或每一列的第一栏, 要详细地写出名称、单位等; ②在每一行中数字排列要整齐, 位数和小数点要对齐, 有效数字的位数要合理; ③原始数据可与处理的结果写在一张表上。④表格通常采用三线表。

2. 数据的取舍 为了衡量分析结果的精密度, 一般对单次测定的一组结果 $X_1, X_2 \cdots X_n$ 计算算数平均值。计算出算术平均值后, 应再用单次测定偏差、平均偏差、相对平均偏差、单次测定结果的相对偏差、标准偏差和相对标准偏差等表示结果的精密度。

3. 作图 利用图形表达实验结果更直观, 易显示出数据的特点, 如极大值、极小值、转折点等, 还可利用图形求面积、作切线、进行内插和外推等。

在画图时应注意以下几点:

(1) 根据实际情况正确选择制图时的纵坐标和横坐标的比例, 如果比例不恰当, 将会引起曲线形状的改变。特别对于曲线的一些特殊性质, 如极大值、极小值、转折点等将显示不清楚。

(2) 应借助曲线板或直尺把各点连成线, 曲线应光滑均匀, 细而清晰, 曲线不必强求通过所有各点, 实验点应该均匀分布在曲线的两边。

(3) 若使用电脑处理数据, 可直接采用 EXCEL 或 SPSS 等软件。

三、实验报告

实验完毕及数据处理后, 应及时而认真地写出实验报告。实验报告的撰写可以提高学生的综合归纳能力和逻辑思维能力。一般按以下内容书写:

1. 实验名称 该部分通常包括实验名称、实验日期、实验者、实验室温度、气压等。

2. 实验目的 简要说明实验的目的和要求。

3. 方法原理 简要地用文字和化学反应式说明。

4. 实验步骤 只写主要操作步骤, 可画实验流程图, 再配以相应的文字说明, 这样既可以节省文字说明, 又能使实验报告简明扼要。若为仪器分析实验, 还应注明仪器工作条件,