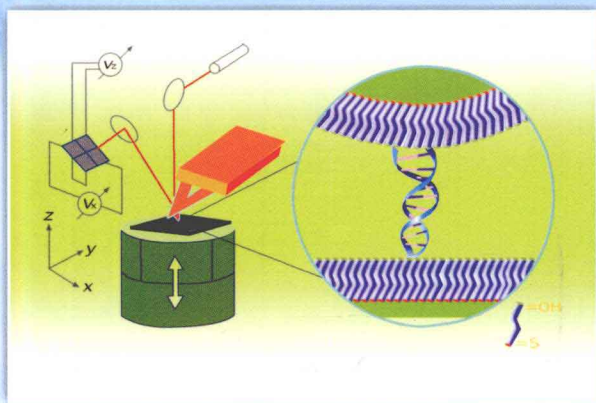




全国普通高等院校工科化学规划精品教材



仪器分析 实验

李干 志 富 宁 军 主编
颜 军

YIQI FENXI
SHIYAN



华中科技大学出版社

<http://www.hustp.com>

仪器分析实验

主 编 李志富 干 宁 颜 军
副主编 齐 誉 杜光明 陈远道 邓德华
王彩霞
编 委 (以姓氏笔画为序)
干 宁 王彩霞 邓德华 冯利平
齐 誉 李志富 杜光明 陈远道
苏 惠 景伟文 颜 军

华中科技大学出版社
中国·武汉

内 容 提 要

全书分为三个部分。第一部分介绍仪器分析实验基本知识;第二部分为实验内容,包括15个方法类别的58个基本和综合实验项目、10个设计实验项目;第三部分介绍数据处理软件使用方法,主要是Excel和Origin在实验数据处理中的使用方法。考虑到各院校仪器设备的多样性,也为了使本教材具有普适性,每种仪器分析方法尽可能对应多个实验,以供各院校根据实际情况选用。

本教材可作为综合性大学,师范院校,工、农、医类院校有关专业的实验教材,也可供从事分析、检验工作的科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

仪器分析实验/李志富 干 宁 颜 军主编. —武汉:华中科技大学出版社,2012.1
ISBN 978-7-5609-7414-9

I. 仪… II. ①李… ②干… ③颜… III. 仪器分析-实验-高等学校-教材 IV. O657-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 214337 号

仪器分析实验

李志富 干 宁 颜 军 主编

策划编辑:王新华

责任编辑:王新华

封面设计:秦 茹

责任校对:周 娟

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉)

武昌喻家山 邮编:430074 电话:(027)87557437

录 排:武汉正风图文照排中心

印 刷:通山金地印务有限公司

开 本:710mm×1000mm 1/16

印 张:13

字 数:268千字

版 次:2012年1月第1版第1次印刷

定 价:22.00元



本书若有印装质量问题,请向出版社营销中心调换
全国免费服务热线:400-6679-118 竭诚为您服务
版权所有 侵权必究

前 言

仪器分析实验是生命科学、环境科学、医药学、食品、材料、农业、地质、化学化工等专业的主要基础技能课程之一,是仪器分析课程教学中的重要环节,在培养学生基本技能、实践能力、科学素养以及增强学生的创新意识等方面都起着重要作用。因此,加强仪器分析实验教学已成为全面提高学生分析素质的重要途径之一,而仪器分析实验教材是搞好实验教学的重要依据。

本教材的编写宗旨是:以基本操作技能为主线,突出“量”的意识,强化能力培养和科学素养的形成,促进学生个性化发展。

在内容上,力求既结合实际,又面向未来,突出实验方法“实用、适用、简便和先进性”的特点;分析对象选取了生物、食品、药品、地质、土壤、水体等方面的多种样品,兼顾到各专业的特点和需要。

在实验项目的编排上,尽力做到实验原理阐述清晰、实验步骤和注意事项叙述详细,实验教学内容和进度不依赖于理论课程,使学生即使不上理论课也可以顺利进行实验,有利于学生预习和独立完成实验。

在实验层次上,编排了基本实验、综合实验和设计实验,实验内容包括紫外-可见分光光度分析法、分子荧光分析法、红外吸收光谱法、原子发射光谱法、原子吸收与原子荧光光谱法、电位分析法、库仑分析法、极谱和伏安分析法、气相色谱法、高效液相色谱法、离子色谱分析法、核磁共振波谱法、质谱法、毛细管电泳分析法等。

本教材共分为三个部分。第一部分介绍仪器分析实验基本知识;第二部分介绍仪器分析实验内容,包括 58 个基本实验和综合实验、10 个设计实验;第三部分介绍实验数据处理软件使用方法,主要是 Excel 和 Origin 在实验数据处理中的使用方法。

在学时安排上,本教材参考各院校开设实验所需要的学时数,对基本实验和综合实验安排每实验为 3~4 学时,设计实验安排每实验为 8 学时。

在组织形式上,由于不同学校在校学生人数、仪器分析实验总课时、实验室设备和仪器套数都不一样,因此,仪器分析实验采用大循环方式实施,每个实验小组安排 3~4 名学生进行实验。

在选择开设实验项目上,教师可根据学校的实际情况,选择适合各自学校专业特点的实验内容组织教学。

在编写本教材时,参考了各兄弟院校的相关教材和讲义,并征询了参与本教材编写的各高校从事仪器分析教学工作的教师们的意见。本书编写组成员都是多年来一直从事仪器分析实验教学和科研工作的教师,具有丰富的教学经验和实践经验,撰写内容是编者们的长期实践的积累,是智慧的结晶,实用性和可操作性强。

参加本书编写的人员和编写内容如下:泰山医学院李志富(第一部分,第二部分第1章实验1-8、第2章实验2-3、第5章实验5-7、第6章实验6-5、第9章实验9-5、第10章实验10-6和10-7、第12章实验12-3、第13章,第三部分),宁波大学干宁(第二部分第7章实验7-1,第9章实验9-3、9-4,第11章实验11-1,第12章实验12-1、12-2),成都学院颜军(第二部分第4章实验4-3,第5章实验5-2,第9章实验9-1,第10章实验10-1、10-3、10-4),石河子大学齐誉(第二部分第1章实验1-1,第2章实验2-4,第5章实验5-3、5-4、5-8,第10章实验10-2),新疆农业大学杜光明(第二部分第1章实验1-6,第5章实验5-1、5-5、5-6,第6章实验6-3、6-4),湖南文理学院陈远道(第二部分第2章实验2-1、2-2、2-5,第4章实验4-1、4-2,第12章实验12-4),安阳师范学院邓德华(第二部分第7章实验7-2,第8章实验8-1、8-2、8-3、8-4、8-5),河南农业大学王彩霞(第二部分第1章实验1-9、1-10,第3章实验3-3),新疆农业大学景伟文(第二部分第1章实验1-4、第9章实验9-2、第10章实验10-5),河南农业大学苏惠(第二部分第1章实验1-5、1-7,第6章实验6-1、6-2),安阳工学院冯利平(第二部分第1章实验1-2、1-3,第3章实验3-1、3-2)。全书由李志富整理、定稿。

本书在编写过程中得到了各参编院校领导和有关部门的大力支持与帮助,尤其是泰山医学院圆满地承担了本教材编写大纲的制订和组织编写工作,华中科技大学出版社给予了细致的指导,在此一并致以衷心的感谢。

限于编者学识水平,书中难免出现疏漏、欠妥之处,真诚地欢迎广大读者批评指正。

编 者

2011年10月

目 录

第一部分 仪器分析实验基本知识

第 1 章	仪器分析实验目的和基本要求	(1)
第 2 章	常用的基本操作	(3)
第 3 章	实验室用水的规格和制备	(10)
第 4 章	化学试剂的种类和保存	(12)
第 5 章	仪器分析实验室安全知识	(14)
第 6 章	实验数据记录和处理	(16)
第 7 章	样品采集和保存	(18)
第 8 章	样品前处理技术	(21)

第二部分 实 验 内 容

第 1 章	紫外-可见分光光度分析法	(26)
1.1	概述	(26)
1.2	实验项目	(27)
实验 1-1	邻二氮菲分光光度法测定铁的条件选择及含量测定	(27)
实验 1-2	双波长分光光度法测定水中硝酸盐含量	(31)
实验 1-3	分光光度法测定食品中亚硝酸盐含量	(35)
实验 1-4	紫外吸收光谱法鉴定苯酚及其含量的测定	(38)
实验 1-5	紫外-可见分光光度法测定饮料中苯甲酸含量	(40)
实验 1-6	分光光度法同时测定钢中铬和锰的含量	(43)
实验 1-7	分光光度法测定溴百里酚蓝的 pK_a	(46)
实验 1-8	导数光谱法测定降压药中氢氯噻嗪含量	(48)
实验 1-9	有机化合物紫外吸收光谱及取代基和溶剂效应对吸收光谱的影响	(51)
实验 1-10	共轭结构化合物发色基团的鉴别	(53)
第 2 章	分子荧光分析法	(56)
2.1	概述	(56)
2.2	实验项目	(57)
实验 2-1	荧光分析法测定尿中维生素 B_2 含量	(57)

实验 2-2	荧光分析法直接测定水中的痕量可溶性铝	(60)
实验 2-3	荧光分析法测定食品中硒含量	(62)
实验 2-4	奎宁的荧光特性分析和含量测定	(64)
实验 2-5	荧光分析法测定阿司匹林中乙酰水杨酸和水杨酸	(66)
第 3 章	红外吸收光谱法	(69)
3.1	概述	(69)
3.2	实验项目	(69)
实验 3-1	苯甲酸红外光谱的测定和解析——压片法	(69)
实验 3-2	聚乙烯和聚苯乙烯膜红外光谱测定——薄膜法	(72)
实验 3-3	顺、反丁烯二酸的区分	(74)
第 4 章	原子发射光谱法	(76)
4.1	概述	(76)
4.2	实验项目	(79)
实验 4-1	电感耦合等离子体发射光谱法测定废水中镉、铬含量	(79)
实验 4-2	电感耦合等离子体发射光谱法测定食品中的多种微量元素含量	(81)
实验 4-3	电感耦合等离子体发射光谱法测定人发中微量铜、铅含量	(83)
第 5 章	原子吸收光谱法与原子荧光光谱法	(86)
5.1	概述	(86)
5.2	实验项目	(88)
实验 5-1	火焰原子吸收光谱法测定人发中微量锌含量	(88)
实验 5-2	石墨炉原子吸收光谱法测定血清中铅含量	(90)
实验 5-3	原子吸收光谱法测定自来水中钙、镁的含量	(93)
实验 5-4	原子吸收标准加入法测定黄酒中铜和镉含量	(95)
实验 5-5	流动注射氢化物原子吸收光谱法测定血清中硒含量	(97)
实验 5-6	冷原子吸收光谱法测定尿中汞的含量	(100)
实验 5-7	氢化物发生原子荧光光谱法测定化妆品中砷的含量	(102)
实验 5-8	原子荧光光谱法测定植物中的汞含量	(104)
第 6 章	电位分析法	(107)
6.1	概述	(107)
6.2	实验项目	(108)
实验 6-1	pH 玻璃电极性能检查及溶液 pH 测定	(108)
实验 6-2	离子选择性电极法测定自来水中氟离子的含量	(111)
实验 6-3	电位滴定法测定食醋中乙酸的含量	(114)
实验 6-4	硫酸铜电解液中氯离子的电位滴定	(116)
实验 6-5	氯离子选择性电极选择性系数的测定	(118)

第 7 章 库仑分析法	(122)
7.1 概述	(122)
7.2 实验项目	(123)
实验 7-1 库仑滴定法测定药片中维生素 C 的含量	(123)
实验 7-2 库仑滴定法测定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的浓度	(125)
第 8 章 极谱和伏安分析法	(128)
8.1 概述	(128)
8.2 实验项目	(130)
实验 8-1 单扫描极谱法测定食品中禁用色素苏丹红 I 的含量	(130)
实验 8-2 催化极谱法测定自来水中微量钼的含量	(132)
实验 8-3 铍膜电极溶出伏安法测定水中铜、锌、铅、镉的含量	(134)
实验 8-4 循环伏安法测定神经递质多巴胺的含量	(137)
实验 8-5 微分电位溶出伏安法测定生物样品中铅和镉的含量	(140)
第 9 章 气相色谱法	(143)
9.1 概述	(143)
9.2 实验项目	(144)
实验 9-1 气相色谱法(FID)测定废水中苯系物的含量	(144)
实验 9-2 气相色谱法(FID)测定白酒中甲醇和高级醇	(147)
实验 9-3 气相色谱法测无水乙醇中水的含量	(149)
实验 9-4 气相色谱法测定混合烷烃	(152)
实验 9-5 气相色谱分离条件的选择	(154)
第 10 章 高效液相色谱法	(157)
10.1 概述	(157)
10.2 实验项目	(158)
实验 10-1 高效液相色谱法测定扑热息痛含量	(158)
实验 10-2 高效液相色谱法测定饮料中咖啡因(外标法)	(160)
实验 10-3 高效液相色谱法测定荞麦中芦丁含量	(163)
实验 10-4 穿心莲药材与制品中有效成分的富集及含量测定	(165)
实验 10-5 高效液相色谱法测定饮料中山梨酸和苯甲酸	(169)
实验 10-6 高效液相色谱法测定尿中马尿酸和甲基马尿酸	(171)
实验 10-7 高效液相色谱法测定化妆品中性激素	(174)
第 11 章 离子色谱分析法	(177)
11.1 概述	(177)
11.2 实验项目	(177)
实验 11-1 离子色谱法测定天然矿泉水中的阴离子	(177)
第 12 章 其他方法(核磁共振波谱法、质谱法、毛细管电泳分析法)	(180)

实验 12-1	乙基苯核磁共振氢谱测绘和谱峰归属	(180)
实验 12-2	质谱法测定固体阿司匹林试样	(182)
实验 12-3	毛细管电泳分离测定饮料中的防腐剂	(185)
实验 12-4	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 热重-差热分析	(186)
第 13 章	仪器分析设计性实验	(189)

第三部分 数据处理软件使用方法

参考文献	(198)
------------	-------

第一部分 仪器分析实验基本知识

第 1 章 仪器分析实验目的和基本要求

仪器分析实验是实验化学和仪器分析课的重要内容。它是学生在教师指导下,以分析仪器为工具,亲自动手获得所需物质化学组成和结构等信息的教学实践活动。仪器分析作为现代的分析测试手段,日益广泛地为许多领域内的科研和生产提供大量的关于物质组成、结构以及微观区内元素的空间分布状态等方面的信息,已成为高等学校中许多专业的重要课程之一。要学好仪器分析,必须认真做好仪器分析实验,因为“纸上得来终觉浅,绝知此事要躬行”。通过仪器分析实验,可以加深对有关仪器分析的基本原理的理解,并掌握必要的实验基础知识和基本操作技能,学会正确地使用分析仪器,合理地选择实验条件;同时,通过学习实验数据的处理方法,可以正确地表达实验结果,培养严谨求实的科学态度、勇于科技创新的精神和独立工作的能力。为了达到以上教学目的,对仪器分析实验提出以下基本要求。

(1) 做好各项预习。仪器分析所用的仪器一般较昂贵,同一实验室不可能购置多套同类仪器,仪器分析实验通常采用大循环方式组织教学,因而实验安排与讲课内容通常不能同步进行。在这种情况下,学生在实验前必须做好预习工作。

预习的内容包括:

- ① 仔细阅读仪器分析实验教材和教科书中的相关内容,必要时参阅有关资料;
- ② 明确实验的目的和要求,透彻理解实验的基本原理;
- ③ 明确实验的内容及操作步骤、实验时应注意的事项;
- ④ 认真思考实验前应准备的问题,并能从理论上加以解决;
- ⑤ 查阅有关教材、参考书、网络、手册,获得该实验所需的有关化学反应方程式、常数等;
- ⑥ 通过自己对本实验的理解,在记录本上简要地写好实验预习报告,预习报告的格式可以自己拟定,并在实践中不断加以改进。

(2) 学会正确使用仪器。要在教师指导下熟悉和使用仪器,勤学好问,未经教师允许不得随意开动或关闭仪器,更不得随意旋转仪器旋钮、改变仪器工作参数等。详

细了解仪器的性能,防止损坏仪器或发生安全事故。应始终保持实验室的整洁和安静。

(3) 在实验过程中,要认真学习有关分析方法的基本技术;要细心观察实验现象,仔细记录实验条件和分析测试的原始数据;要学会选择最佳实验条件;要积极思考、勤于动手,培养良好的实验习惯和科学作风。

(4) 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,由教师处理。每次实验结束,应将所用仪器复原,清洗好用过的器皿,整理好实验室,请指导教师检查认可后方可离开实验室。

(5) 认真写好实验报告。实验报告应简明扼要,图表清晰。实验报告的内容包括实验名称、完成日期、方法原理、仪器名称及型号、主要仪器工作参数、主要实验步骤、实验数据或图谱、实验中出现的现象、实验数据分析和结果处理、问题讨论等,并按规定时间提交指导教师批阅。认真写好实验报告是提高实验教学质量的一个重要环节。

第2章 常用的基本操作

1. 玻璃器皿的洗涤

玻璃器皿的清洁与否直接影响实验结果的准确度与精密度,因此,玻璃器皿的洗涤是一项非常重要的操作步骤。洗涤的目的是去除污垢,在清洗的同时必须注意不能带入任何干扰物质。洗涤后的玻璃器皿应清洁、透明,内外壁能被水均匀地润湿且不挂水珠,晾干后不留水痕。

1) 常用洗涤方法

(1) 用去污粉、合成洗涤剂或肥皂洗涤:有些玻璃器皿(如烧杯、试剂瓶、锥形瓶、量筒、试管、离心管等)可用毛刷蘸洗涤剂、去污粉或肥皂直接刷洗,然后用自来水冲洗干净,再用蒸馏水冲洗内壁3次。

具有精确刻度的器皿(如移液管、容量瓶、吸量管、滴定管、刻度比色管等),为了保证容量的准确性,不宜用毛刷刷洗,可配制1%~3%的洗涤剂溶液浸泡,如果仍然洗不干净,可用其他方法清洗。

(2) 用铬酸洗液洗涤:洗涤时尽量将待洗器皿内壁的水沥干,再倒入适量铬酸洗液,转动器皿使其内壁被洗液浸润。如果器皿内污垢较严重,可用洗液浸泡一段时间,然后用自来水冲洗干净。使用过的洗液倒回原盛放瓶以备再用(若洗液颜色变绿,则不可再用)。如果用热的洗液洗涤,则去污能力更强。铬酸洗液具有强酸性和强氧化性,对各种污渍均有较好的去污能力。它对衣服、皮肤、橡皮等有腐蚀作用,使用时应特别小心。

(3) 用酸洗液洗涤:根据污垢性质,如属水垢和无机盐结垢,可直接使用不同浓度的盐酸、硝酸或硫酸溶液对器皿进行浸泡和洗涤,必要时适当加热,但加热的温度不宜太高,以免酸挥发或分解。灼烧过沉淀的瓷坩埚,用1+1(指浓盐酸和蒸馏水的体积比,有时还可写成1:1形式)的盐酸浸泡后去污极有效。酸洗液适用于洗涤附在容器上的金属(如银、铜等)、铅盐和一些荧光物质。

盐酸-乙醇(1+2)(指浓盐酸和乙醇的体积比,有时还可写成1:2形式)混合溶液也是一种很好的洗涤液,适用于被有色物污染的比色皿、吸量管、容量瓶等器皿的洗涤。

(4) 用碱洗液洗涤:碱洗液多为10%以上的氢氧化钠、氢氧化钾或碳酸钠溶液。碱洗液适于洗涤油脂和有机物,可采用浸泡和浸煮的方法。高浓度碱对玻璃有腐蚀作用,接触时间不宜超过20 min。氢氧化钠(钾)的乙醇溶液洗涤油脂的效率比有机溶剂高,但注意不能与器皿长接触。

(5) 用有机溶剂洗涤:有机溶剂适用于洗涤聚合体、油脂和其他有机物。根据污

物的性质,选择适当的有机溶剂。常用的有丙酮、乙醚、苯、二甲苯、乙醇、三氯甲烷、四氯化碳等。可浸泡或擦洗。

无论采用上述哪种方法洗涤器皿,最后都必须用自来水将洗涤液彻底冲洗干净,再用蒸馏水或去离子水洗涤3次。

2) 常用洗涤液的配制

(1) 铬酸洗液:称取20 g重铬酸钾,置于40 mL水中加热使其溶解,放冷;缓缓加入360 mL浓硫酸(不能将重铬酸钾溶液加入硫酸中),边加边用玻璃棒搅拌。硫酸不可加得太快,防止因剧烈放热而发生意外。冷至室温,装入试剂瓶中备用。

储存的洗液应随时盖好器皿盖,以免吸收空气中的水分而逐渐析出 CrO_3 ,降低洗涤效果。新配制的洗液呈暗红色,氧化能力很强;如果经长期使用或吸收过多水分(即变成墨绿色),就表明已经失效,不宜再用。

(2) 酸洗液:常用的纯酸洗液为1+1盐酸、1+1硫酸和1+1硝酸溶液。根据所需用量,量取一定体积的水放入烧杯中,再取等体积酸缓慢倒入水中即可。

(3) 盐酸-乙醇溶液:将盐酸和乙醇按1:2体积比混合即可。

(4) 氢氧化钠-乙醇洗液:称取120 g氢氧化钠,溶解在100 mL水中,再用95%的乙醇稀释至1 L。

3) 超声波清洗

超声波清洗器是一种新型的清洗仪器的工具,在实验室中的应用越来越广泛。其工作原理是超声波清洗器发出的高频振荡信号,通过换能器转换成高频机械振荡,传播到介质清洗液中,使液体流动而产生数以万计的微小气泡,这些气泡在超声波传播过程中会破裂并产生能量极大的冲击波(相当于瞬间产生上千个大气压的高压),这一现象被称为“空化作用”。超声波清洗正是用液体中的气泡产生的冲击波,不断冲击物体表面及缝隙,从而达到全面清洗效果的。

超声波清洗器的最基本结构包括超声波发生器、换能器和清洗水槽。超声波清洗器种类较多,容量为0.6~20 L,可带有定时、功率和温度控制选择功能,使用方便。

用超声波清洗器洗涤玻璃器皿时,应先用自来水初步清洗,然后进行超声波清洗。玻璃器皿内要充满洗涤液体,避免局部“干超”造成器皿破裂。

用超声波清洗器洗涤玻璃器皿具有以下优点。①无孔不入。由于超声波作用是发生在整个液体内部,所有能与液体接触的物体表面都能被清洗,尤其适用于形状复杂、缝隙多的物件。②无损洗涤。传统的人工或化学清洗常会产生机械磨损或化学腐蚀,而用超声波正确清洗不会使器皿受到损伤。

4) 玻璃器皿的干燥

根据器皿类型和使用要求的不同,采用不同的干燥方法,包括晾干、吹干、烘干、用适量有机溶剂干燥等。

(1) 晾干:适用于不急用或不能加热的玻璃器皿。将洗净的玻璃器皿倒置或平

放在干净架子或专用橱柜内,自然晾干。

(2) 烘干:将洗净的玻璃器皿置于烘箱($105\sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$)内烘1 h,烘厚壁玻璃器皿、实心玻璃塞时应缓慢升温。

(3) 气流烘干机干燥:气流烘干机有加热和吹干双重作用,干燥快速,无水渍,使用方便。试管、量筒等适合用气流烘干机干燥。气流烘干机分无调温和可调温两种类型,可调温型气流烘干机一般可在 $40\sim 120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内控温。

(4) 吹干:适用于要求快速干燥的玻璃器皿。按需要用吹风机热风或冷风吹干。

(5) 用有机溶剂干燥:适用于不宜加热,需快速干燥的器皿。有些有机溶剂可以和水相溶,用有机溶剂将水带出,然后让有机溶剂挥发干。最常用的是乙醇,向容器内加入少量乙醇,将容器倾斜转动,器壁上的水与乙醇混合,然后倾出乙醇和水(必要时,可再加1次乙醇),让残余的乙醇挥发干。若需要可向容器内吹风,加快有机溶剂挥发。

2. 容量器皿的使用

1) 移液管和吸量管

移液管是用于准确移取一定体积溶液的量出式玻璃量器,正规名称应为“单标线吸量管”。它的中部有一膨大部分(称为球部),球部的上部和下部均为较细窄的管径,管径上部刻有标线,球部标有它的容积和标定时温度。常用的移液管有5 mL、10 mL、25 mL、50 mL等规格。

吸量管是带有分刻度线的玻璃管,一般用以移取非整数的小体积溶液。常用的吸量管有1 mL、2 mL、5 mL、10 mL等规格。

(1) 移液管和吸量管的润洗:移取溶液前,移液管或吸量管必须用少量待移溶液润洗内壁2~3次,以保证溶液吸取后的浓度不变。润洗时,先用吸水纸将管尖内外的水除去(避免稀释待移溶液),用右手拇指和中指拿住管径标线以上的部位,无名指和小指辅助拿住管,管尖插入液面以下。左手拿洗耳球(拇指或食指在球上方),先把球中空气压出,然后将球的尖端接在管口上,慢慢放松洗耳球,吸入溶液至管总体积约 $1/3$ 处(不能让溶液回流,以免稀释待移溶液)。从管口移走洗耳球,立即用食指按紧管口,将移液(吸量)管从溶液中移出,平放转动,使溶液充分润洗至标线以上内壁,润洗后的溶液从管尖放出,弃掉。重复润洗操作2~3次。

(2) 移液管和吸量管移取溶液的操作:将润洗过的移液(吸量)管适度插入待移溶液中,按润洗时的操作方法吸入溶液至管径标线以上,迅速移去洗耳球,立即用右手食指紧按管口,左手改拿待移溶液的容器,然后将管取出液面。将容器倾斜约 45° ,右手垂直地拿住移液(吸量)管,使管尖紧贴液面以上的容器内壁,用拇指和中指微微旋转移液(吸量)管,食指轻微减压,直到液面缓缓下降到与标线相切时再次按紧管口,使溶液不再流出。然后移开待移液容器,左手改拿接受溶液的容器并倾斜约 45° ,此时移液(吸量)管应垂直,接受容器内壁与管尖紧贴,松开食指让溶液自然流下,待液面下降到管尖,再停15 s,靠壁转动一下管尖再取出移液(吸量)管。注意不

要把残留在管尖的液体吹出,因为在校准移液(吸量)管体积时,没有把这部分液体算在内(如管上注有“吹”字样,则要将管尖液体吹出)。

移液管和吸量管使用完毕后,应及时冲洗干净,放回移液管架上。

2) 定量及可调移液器

(1) 定量及可调移液器的构造和规格:移液器是量出式量器,分定量和可调两种类型。定量移液器是指移液器的容量是固定的,而可调移液器的容量在其标称容量范围内连续可调。移液器由连续可调的机械装置和可替换的吸头组成(如图 1-2-1 所示),不同型号的移液器吸头有所不同,实验室常用的移液器根据最大吸用量有 $2\ \mu\text{L}$ 、 $10\ \mu\text{L}$ 、 $20\ \mu\text{L}$ 、 $200\ \mu\text{L}$ 、 $500\ \mu\text{L}$ 、 $1\ 000\ \mu\text{L}$ 等规格。

(2) 定量及可调移液器的使用:①根据实验精度选用正确量程的移液器,当取用体积与量程不一致时,可采用稀释液体,增加取用体积的方法来减少误差;②调节移液器吸量体积时,切勿超过最大或最小量程;③吸量时将吸头套在移液器的吸杆上(必要时可用手辅助套紧,但要防止由此可能带来的污染),然后将吸量按钮按至第 1 挡,将吸头垂直插入待取液体中,深度以刚浸没吸头尖端为宜,然后慢慢释放吸量按钮以吸取液体;释放所吸液体时,先将吸头垂直接触在受液容器壁上,慢慢按压吸量按钮至第 1 挡,停留 $1\sim 2\ \text{s}$ 后,按至第 2 挡以排出所有液体;④更换吸头时轻轻按卸尖按钮,吸头就会自动脱落。

3) 微量进样器

微量进样器也叫微量注射器,一般有 $1\ \mu\text{L}$ 、 $5\ \mu\text{L}$ 、 $10\ \mu\text{L}$ 、 $25\ \mu\text{L}$ 、 $50\ \mu\text{L}$ 、 $100\ \mu\text{L}$ 等规格,是进行微量分析,特别是色谱分析实验中必不可少的取样、进样工具。

微量进样器是精密量器,易碎、易损,使用时应细心,否则会影响其准确度。使用前要用溶剂洗净,以免干扰样品分析;使用后应立即清洗,以免样品中的高沸点组分沾污微量进样器。

使用微量进样器时应注意以下几点:

- (1) 每次取样前先抽取少许试样再排出,如此重复几次,以润洗微量进样器;
- (2) 为保证精密度,每次进样体积都应不小于进样器总体积的 10% ;
- (3) 为排除进样器内的空气,可将针头插入样品中反复抽排几次,抽时慢些,排时快些;
- (4) 取样时应多抽些试样于微量进样器内,并将针头朝上排除空气;

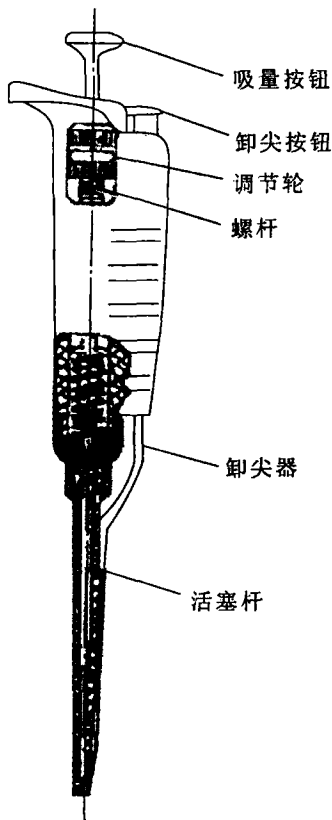


图 1-2-1 移液器示意图

(5) 取好样后,用无棉的纤维纸(如镜头纸)将针头外壁所黏附的样品擦掉,注意切勿使针头内的样品流失。

3. 称量

称量是仪器分析实验中基本操作之一,称量常用的仪器是分析天平,它属精密、贵重的仪器,通常要求能准确称量至 0.0001 g ,其最大载量一般为 $100\sim 200\text{ g}$ 。

为了能得到准确的称量结果,称量通常在专用天平室中进行。实验室常用的分析天平有电光分析天平和电子分析天平(又称电子天平),目前主要使用的是电子分析天平(如图 1-2-2 所示)。

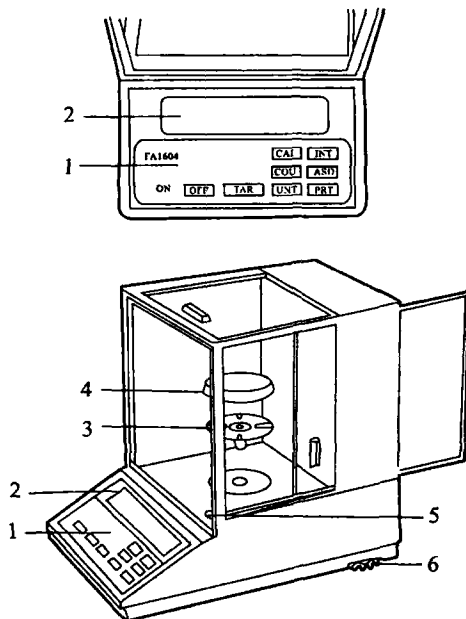


图 1-2-2 电子分析天平

1—键盘(控制板);2—显示器;3—盘托;4—称量盘;5—水平仪;6—水平调节脚

在使用前必须了解分析天平的使用规则和称量方法。

1) 分析天平的使用规则

- (1) 称量前检查天平是否水平,框罩内外是否清洁。
- (2) 天平的前门仅在检修时使用,不得随意打开。
- (3) 开关天平两边侧门时,动作要轻缓。
- (4) 称量物的温度必须与天平温度相同,腐蚀性或者吸湿性的物质必须放在密闭容器中称量。
- (5) 不得超载称量,读数时必须关好侧门。
- (6) 如发现天平工作不正常,及时报告教师或实验室工作人员,不要自行处理。
- (7) 称量完毕,天平复位后,应清洁框罩内外,盖上天平罩,并做好使用记录。长

时间不使用时,应切断电源。

2) 电子分析天平称量程序

电子分析天平是目前最新一代的天平,其特点是通过操作者触摸按键可自动调零、自动校准、扣除皮重、数字显示等,同时其质量轻,体积小,操作简便,称量速度快。称量的基本程序为:①检查水平,如不水平则调整地脚螺旋高度,使水平仪内空气泡位于圆环中央,达到水平状态;②接通电源,预热 30 min;③按一下开/关键,显示屏很快显示“0.0000 g”;④校准,按校正键,天平将显示所需校正砝码质量(如 100 g),放上 100 g 标准砝码,直至显示 100.0 g,校正完毕,取下标准砝码;⑤零点显示(0.0000 g)稳定后即可进行称量;⑥称量时根据需要可以使用去皮键,即可消去不必记录的数值(如承载瓶的质量等),根据实验要求,选用一定的称量方法进行称量;⑦关机,称量完毕记下数据后将重物取出,天平自动回零。如在短时间内即要再次使用,应将开/关键置于关的位置(不可切断电源),使天平处于保温状态,可延长天平的使用寿命。长时间不用时应拔下电源插头,盖好防尘罩。

3) 称量方法

称取试样常用的方法有直接称量法、递减称量法和增量法。

(1) 直接称量法:对某些在空气中没有吸湿性、化学性质稳定的试样或试剂,可以采用直接称量法。用药匙或镊子取经干燥好的试样,放在已知质量的洁净而干燥的表面皿或硫酸纸上,一次称取一定质量的试样,然后将试样全部转移到接受容器中。

(2) 递减称量法:称取的试样量是由两次称量之差求得的。取适量待称样品,置于一洁净干燥的容器(称固体粉状样品用称量瓶,称液体样品可用滴瓶)中,在天平上准确称量后,转移出欲称量的样品置于实验器皿中,再次准确称量,两次称量读数之差即所称取样品的质量。这种称量法适用于一般的颗粒状、粉状及液态样品。由于称量瓶和滴瓶都有磨口瓶塞,适合较易吸湿、氧化、挥发的试样的称量。操作方法如下:用 1 cm 宽的纸条套住瓶身中部(如图 1-2-3 所示),左手捏紧纸条尾部将称量瓶放到天平称量盘的正中位置,准确称量并记录读数。取出称量瓶,在承接样品的容器上方打开瓶盖,并用瓶盖的下面轻敲瓶口的上沿或右上边沿,使样品缓缓流入容器(如图 1-2-4 所示)。估计倾出的样品接近需要量时,再边敲瓶口边将瓶身扶正,盖好瓶盖后方可离开容器的上方,再准确称量。如果一次倾出的样品量不到所需量,可再次倾倒样品,直到移出的样品质量满足要求为止。平行称取多份试样时,连续称量即可。

注意,在敲出样品的过程中,要保证样品没有损失,边敲边观察样品的转移量,切勿在还没盖上瓶盖时就将瓶身和瓶盖都离开容器上口,因为瓶口边沿处可能粘有样品,容易损失。如果称出的试样量大大超过需要量,则弃之重称。