

高等学校教材

环境分析化学 实验教程

孙福生 主编 王崇臣 曹 鹏 副主编

HUANJIING FENXI HUAXUE
SHIYAN JIAOCHENG



化学工业出版社

等 学 校 教 材

环境分析化学 实验教程

孙福生 主编 王崇臣 曹 鹏 副主编

HUANJING FENXI HUAXUE
SHIYAN JIAOCHENG



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书配合《环境分析化学》一书编写。全书共有9章,分别是:定量分析基础实验、化学分析法、分子光谱分析法、原子光谱分析法、电化学分析法、色谱分析法、等离子体质谱法和联用技术分析法、环境自动分析监测系统、环境样品现代处理技术方法。每个实验介绍本实验的目的和要求、原理、仪器和试剂、步骤、注意事项、计算公式等。

本书适合高等院校环境工程、环境科学、市政工程、给水排水工程专业师生教学使用。

图书在版编目(CIP)数据

环境分析化学实验教程/孙福生主编. —北京:
化学工业出版社, 2011.8

高等学校教材

ISBN 978-7-122-11577-5

I. 环… II. 孙… III. 环境分析化学-化学实
验-教材 IV. X132-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2011)第119432号

责任编辑:徐娟

装帧设计:张辉

责任校对:陈静

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印装:三河市延风印装厂

787mm×1092mm 1/16 印张10 字数255千字 2011年9月北京第1版第1次印刷

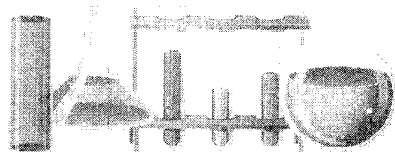
购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:25.00元

版权所有 违者必究



前言

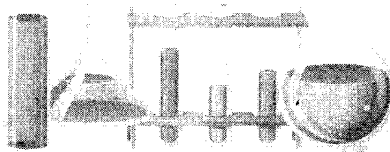
《环境分析化学》是一门实践性很强的专业基础或专业课程，但与此门课程相结合的实验教材还很鲜见。为了让学生更好地理解和掌握《环境分析化学》课程，培养学生的动手能力，满足高等学校环境类及相关专业对《环境分析化学》课程实验教学的需求，我们编写了此书。

在本书的编写过程中，我们参考了国家环境保护部等的最新标准和方法，借鉴了国际上最新的分析标准方法和测定技术，部分实验应用了最新的科学研究成果，使学生能有机会接触到本专业领域的科学前沿，扩展知识面。《环境分析化学》一书将环境与传统及现代分析化学相结合，介绍了环境中所应用的传统化学分析与现代仪器分析的主要测定方法和技术，因此，本书适合环境类、市政类和其他相关专业的学生使用，也可作为环境分析化学工作者的参考用书。

本书由孙福生任主编，王崇臣和曹鹏任副主编。参加本书编写的人员有天津城建学院于静洁（第一章）、苏州科技学院朱英存（第二章实验 2-1、第七章实验 7-1）、华东交通大学刘雪梅（第二章实验 2-2）、苏州科技学院张俊强（第二章实验 2-3 至实验 2-7）、南京理工大学泰州科技学院王双（第二章实验 2-8 至实验 2-10）、天津城建学院李毓（第三章）、成都信息工程学院印红玲（第四章）、河北工程大学宋吉娜（第五章）、上海海洋大学印春生（第六章）、东南大学邵云（第七章实验 7-2 至实验 7-4）、北京建工学院王崇臣（第八章）、苏州科技学院孙福生（第九章）和南京理工大学泰州科技学院曹鹏（附录）。曹鹏对全书进行了审核，孙福生对全书进行了统稿和定稿。

由于编者水平有限，编写时间仓促，书中不足之处在所难免，敬请读者批评指正。

编者
2011 年 5 月

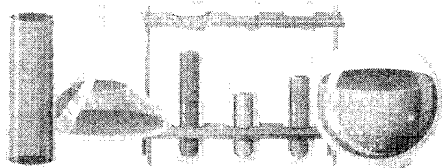


目 录

第一章 定量分析基础实验	1
实验 1-1 玻璃器皿的洗涤与干燥	1
实验 1-2 分析天平称量练习	3
实验 1-3 滴定分析量器与基本操作	7
实验 1-4 标准溶液配制与标定	14
第二章 化学分析法	16
实验 2-1 废水酸碱度的测定（酸碱滴定法）	16
实验 2-2 自来水硬度的测定（EDTA 配位滴定法）	19
实验 2-3 水中高锰酸盐指数的测定（高锰酸钾法）	22
实验 2-4 水中化学需氧量的测定（重铬酸钾法）	24
实验 2-5 水中总余氯的测定（碘量法）	26
实验 2-6 水中溶解氧的测定（碘量法）	28
实验 2-7 五日生化需氧量的测定（稀释与接种法）	30
实验 2-8 水中氯离子的测定（沉淀滴定法）	34
实验 2-9 水中硫酸根的测定（重量法）	36
实验 2-10 水中残渣的测定（重量法）	39
第三章 分子光谱分析法	41
实验 3-1 水中色度的测定（铂钴标准比色法）	41
实验 3-2 水中总磷和溶解性正磷酸盐的测定（钼锑抗分光光度法）	43
实验 3-3 水中铬的价态分析（二苯碳酰二肼分光光度法）	46
实验 3-4 室内空气中甲醛的测定（乙酰丙酮分光光度法）	49
实验 3-5 水中总氮的测定（紫外分光光度法）	53
实验 3-6 空气中二氧化硫的测定（非分散红外吸收法）	56
实验 3-7 空气中氮氧化物的测定（化学发光法）	57
第四章 原子光谱分析法	60
实验 4-1 火焰原子吸收光谱法测定水中的铜	60
实验 4-2 石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中的铅	62
实验 4-3 冷原子吸收光谱法测定水中汞的含量	64
实验 4-4 原子荧光法测定水中的硒	66

实验 4-5	电感耦合等离子体原子发射光谱法 (ICP-AES) 测定水中锌含量	68
实验 4-6	氢化物发生原子吸收光谱法测定水中的砷	70
第五章	电化学分析法	73
实验 5-1	水中镉的测定 (阳极溶出伏安法)	73
实验 5-2	水中钼的测定 (催化极谱法)	75
实验 5-3	水中氟离子的测定 (离子选择电极法)	76
实验 5-4	水中氯离子的测定 (电位滴定法)	79
实验 5-5	空气中 CO 的测定 (定电位电解法)	80
第六章	色谱分析法	83
实验 6-1	水中苯系物的测定 (二硫化碳萃取气相色谱法)	83
实验 6-2	空气中苯系物的测定 (热脱附进样气相色谱法)	85
实验 6-3	六种特定多环芳烃的测定 (高效液相色谱法)	88
实验 6-4	降水中常见阴离子的测定 (离子色谱法)	90
实验 6-5	水中农药残留的测定 (电泳色谱法)	92
实验 6-6	水果或蔬菜中有机磷残留的测定 (超临界流体萃取-气相色谱法)	94
第七章	等离子体质谱法和联用技术分析法	97
实验 7-1	饮用水中痕量镉的测定 (等离子体质谱法)	97
实验 7-2	水中有机氯农药残留的测定 (毛细管气相色谱-质谱法)	98
实验 7-3	土壤中除草剂残留的测定 (液相色谱-质谱法)	102
实验 7-4	生物样品中有机汞化合物的测定 (毛细管气相色谱-原子吸收法)	105
第八章	环境自动分析监测系统	108
实验 8-1	水中镉、铜、铅、锌的测定 (在线富集流动注射法)	108
实验 8-2	地表水水温、pH 值、溶解氧、电导率和浊度常规五参数的测定	110
实验 8-3	地表水中氨氮的连续测定	115
实验 8-4	空气中二氧化硫的连续测定 (紫外荧光法)	117
实验 8-5	空气中 PM ₁₀ 的连续测定 (β 射线吸收法)	123
第九章	环境样品现代处理技术方法	128
实验 9-1	土壤中总铬的测定 (微波消解-火焰原子吸收光谱法)	128
实验 9-2	沉积物中锰的化学形态分析 (超声波萃取法)	130
实验 9-3	水中痕量多环芳烃的测定 (固相萃取-高效液相色谱法)	133
实验 9-4	水中甲基异冰片、土腥素和 2-异丙基-3-甲氧基吡嗪的测定 (固相微萃取法) ...	137
实验 9-5	水中百菊清农药残留的测定 (单滴微萃取-液相色谱法)	139
实验 9-6	水中丙溴磷农药残留的测定 (分散液液微萃取-液相色谱法)	141
实验 9-7	蔬菜中二甲戊乐灵农药残留的测定 (基质固相分散-液相色谱法)	142
附录		145
附录一	常用酸溶液的配制	145
附录二	常用碱溶液的配制	145

附录三	常用酸溶液的相对密度和浓度	146
附录四	常用碱溶液的相对密度和浓度	146
附录五	常用基准物质的干燥条件和应用范围	147
附录六	混合酸碱指示剂	147
附录七	常用掩蔽剂	148
附录八	常用 pH 缓冲溶液的配制和 pH 值	149
附录九	电磁波谱范围	150
附录十	物质颜色和吸收光颜色的对应关系	150
参考文献		151



第一章 定量分析基础实验

实验 1-1 玻璃器皿的洗涤与干燥

一、实验目的和要求

- (1) 练习玻璃仪器的洗涤方法。
- (2) 掌握铬酸洗液的配制方法。
- (3) 练习玻璃仪器的干燥方法

二、实验原理

清洁干净的玻璃仪器是获得准确分析结果的重要保证，所以玻璃器皿的洗涤是分析过程中的重要步骤。玻璃器皿的洗涤要根据实验的不同要求、污物的性质及玷污程度来选择适当的清洗方法。如果玻璃器皿只沾染了可溶性污物、不溶性污渍和浮尘，可采用如下程序洗涤：自来水刷洗→自来水冲洗→纯水润洗。如果玻璃器皿还沾有油污、有机物或其他污物，可采用如下程序洗涤：自来水刷洗→洗液清洗→自来水冲洗→纯水润洗。已洗净的玻璃器皿内壁上，不应附着不溶物、油垢，并且器皿内壁能被水均匀润湿。玻璃器皿洗涤后，应沥干水滴采用适当方法干燥后才能使用。

三、实验仪器和试剂

- (1) 仪器。毛刷、托盘天平、药匙、烧杯、玻璃棒、量筒、磨口试剂瓶、烘箱、干燥器、吹风机、酒精灯、待清洗玻璃器皿。
- (2) 试剂。重铬酸钾、浓硫酸、肥皂液或合成洗涤剂、无水乙醇。

四、实验步骤

1. 玻璃器皿的洗涤

- (1) 水洗。只沾染了可溶性污物、不溶性污渍和浮尘的玻璃器皿可用水刷洗干净。

① 先在玻璃器皿内加入适量的自来水，用力振荡洗去可溶性污物。如果振荡后玻璃器皿内壁上还附着污渍，可用合适的毛刷刷洗器皿内壁，以除去内壁上的其他不溶性和可溶性污渍。

- ② 用水刷洗后的玻璃器皿，应再用自来水冲洗，以去除玻璃器皿上残留的污物。

③ 自来水冲洗后，需再用纯水润洗玻璃器皿。润洗时遵循“少量多次”的原则，淋洗 3 次即可。

(2) 肥皂液或合成洗涤剂清洗。如果玻璃器皿沾有油污、有机物时,可用去污粉、肥皂液或合成洗涤剂来清洗。

① 先用水和毛刷刷洗玻璃器皿,以除去可溶性污物、不溶性污渍和浮尘。

② 然后把玻璃器皿内残留的水倒掉,以免水冲稀肥皂液或合成洗涤剂而降低其清洁能力。接下来用毛刷蘸取肥皂液或合成洗涤剂刷洗玻璃器皿。

③ 用肥皂液或合成洗涤剂刷洗后的玻璃器皿,应再用自来水冲洗,以去除玻璃器皿上残留的污物和肥皂液或合成洗涤剂。

④ 最后用纯水润洗玻璃器皿。润洗时遵循“少量多次”的原则,淋洗3次即可。

(3) 铬酸洗液清洗。口径小而长不易用刷子刷洗的玻璃器皿,如滴定管、容量瓶等,或沾有了其他洗液不易清洗干净的污物的玻璃器皿,可用铬酸洗液清洗。

① 铬酸洗液的配制。用托盘天平称取20g重铬酸钾置于干净的烧杯中,而后加入40mL热水中,使其溶解。冷却后,边搅拌边缓慢加入360mL浓硫酸(不能将重铬酸钾溶液加入浓硫酸中),冷却后装入磨口试剂瓶中待用。

② 先用水和毛刷刷洗玻璃器皿,以除去可溶性污物、不溶性污渍和浮尘。

③ 然后把玻璃器皿内残留的水倒掉,以免水冲稀铬酸洗液而降低其清洁能力。在玻璃器皿中加入少量铬酸洗液,慢慢地转动玻璃器皿,使器皿内壁全部被铬酸洗液浸润,旋转几周后,把洗液倒回原瓶。或者将玻璃器皿完全浸泡在铬酸洗液中一段时间后,将其取出。

④ 再用自来水冲洗,以去除玻璃器皿上残留的污物和铬酸洗液。

⑤ 最后用纯水润洗玻璃器皿。润洗时遵循“少量多次”的原则,淋洗3次即可。

2. 玻璃器皿的干燥

(1) 晾干。对于不急用的玻璃器皿,洗干净后可倒置在干净的实验柜内、搪瓷盘中,倒置后不稳定的仪器应平放或在仪器架上晾干。

(2) 烘干。洗净的玻璃器皿(除量器外)可以放在烘箱内烘干。放进去前应尽量把器皿内的水沥干,放置时应使器皿口朝下,倒置后不稳的器皿应平放。烘箱内放置玻璃器皿的下一层可放置搪瓷盘,以便接受器皿上滴下的水珠。烘箱温度调节至110~120℃,烘烤1h左右。烘干的玻璃器皿常在空气中冷却,但称量瓶等用于精确称量的玻璃器皿,应置于干燥器中冷却保存。

(3) 吹干。急于使用的玻璃器皿,或一些不宜高温烘烤的玻璃器皿(如吸量管、移液管、滴定管等),可以使用吹风机快速吹干。吹风机应有冷风、热风供选择使用。

(4) 快速干燥。洗净的玻璃器皿沥干水滴,加入少量与水互溶的易挥发性有机溶剂(如无水乙醇、丙酮和乙醚等),然后转动玻璃器皿使其内壁完全被有机溶剂湿润,而后倾出器皿内的混合液(混合液可回收),之后用吹风机吹干或晾干器皿。

(5) 烤干。耐高温的硬质玻璃器皿(如烧杯、试管等),可用直接加热的方法将其烤干。可用酒精灯加热,应从玻璃器皿底部烤起,逐渐将水赶到出口处挥发掉,要防止水滴流回器皿底部而引起炸裂,加热时应不断转动器皿使其受热均匀。试管加热时,管口要向下倾斜,防止冷凝水倒流使试管炸裂,加热干燥后将管口朝上,以便水蒸气逸出。

五、注意事项

(1) 使用毛刷刷洗时需注意,毛刷中间的铁丝不能刮擦到器皿内壁,也不能用硬质刷子猛力擦洗容器内壁,以免器皿内壁划伤造成体积不准或使器皿内壁表面毛糙则使用时更易被污染。

(2) 经纯水润洗的玻璃器皿不能再布或纸擦拭,否则布或纸的纤维会污染玻璃器皿。

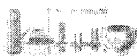
(3) 已洗净的玻璃器皿内壁上, 不应附着不溶物、油垢, 并且器皿内壁能被水均匀润湿。玻璃器皿经过刷洗、浸泡、用自来水冲洗后, 将器皿内水倒出, 器皿倒立, 此时如果水在器皿壁上只留下一层既薄又均匀的水膜, 而不挂水珠, 则表明玻璃器皿已清洗干净。如器皿壁上挂着水珠, 说明没有清洗干净, 必须重洗。

(4) 新配制的铬酸洗液呈暗红色, 洗液经过反复使用后, 所含的硫酸浓度和重铬酸盐的氧化性不断降低, 清洗能力会逐渐减弱, 这时可加入适量浓硫酸来恢复洗液的清洗能力。如果铬酸洗液使用过久, 或受到还原性物质污染, 洗液颜色会由暗红色变为绿色, 此时洗液不再具备氧化能力, 不宜再用。铬的化合物有毒, 失效的洗液不能直接倒入下水道, 应倒入废液缸内, 另行处理, 以免污染环境。

(5) 浓硫酸和配制好的铬酸洗液腐蚀性很强, 配制和使用铬酸洗液时应小心, 避免浓硫酸或铬酸洗液溅落到皮肤、衣物、实验台或地面上。

六、思考题

- (1) 铬酸洗液如何配制?
- (2) 怎样判断玻璃器皿是否清洗干净?
- (3) 如何恢复铬酸洗液的清洗能力?
- (4) 怎样判断铬酸洗液是否失效?



实验 1-2 分析天平称量练习

一、实验目的和要求

- (1) 了解电光分析天平的原理、基本结构, 并掌握其使用方法。
- (2) 了解电子天平的原理, 并掌握其使用方法。
- (3) 学会用直接称量法和差减称量法称取样品。
- (4) 熟悉有效数字的使用规则。

二、实验原理

1. 半机械加码电光天平

(1) 原理。等臂双盘天平是基于杠杆原理而制成。如图 1-1 所示, AOB 为杠杆, O 为支点, L_1 、 L_2 分别为天平的臂长。被称物放在左盘, 所受重力为 $W_1 = m_1 g$, 砝码放在右盘, 所受重力为 $W_2 = m_2 g$ 。受力平衡时, 杠杆呈水平状态, 两侧力矩相等, 即 $W_1 L_1 = W_2 L_2$ 。由于等臂天平的 $L_1 = L_2$, 则 $W_1 = W_2$, 所以 $m_1 g = m_2 g$, g 为重力加速度, 在地球表面同一位置时为定值, 故 $m_1 = m_2$ 。因此, 由砝码的质量 m_2 可以得到被称物的质量 m_1 。

(2) 结构。以半机械加码电光天平 (图 1-2) 为例来介绍机械天平的一般结构。

横梁是主要部件, 横梁上装有三把三棱形的玛瑙刀。一把玛瑙刀装在横梁中间, 称为支点刀, 刀口向下, 即相当于杠杆的 O 点。另外两把玛瑙刀等距离地安装在横梁两端, 称为承重刀, 刀口向上, 即相当于杠杆的 A、B 两点。三把玛瑙刀的刀口应完全平行且处于同一平面上, 并分别与相应的三个刀承相接触。刀口的锋利程度会影响天平的灵敏度, 所以应注意保护, 使之不受振动或撞击。

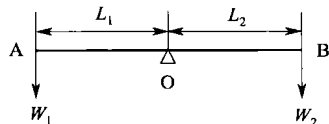


图 1-1 杠杆原理示意

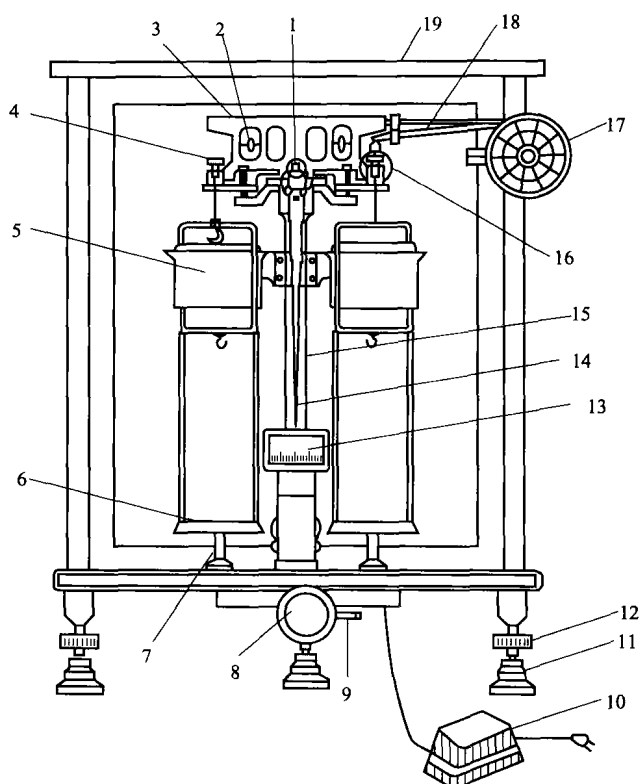


图 1-2 半机械加码电光天平示意

- 1—支点刀；2—调零螺丝；3—横梁；4—吊耳；5—空气阻尼器；6—称盘；7—盘托；
8—升降旋钮；9—调零杆；10—变压器；11—脚垫；12—水平调节螺丝；13—投影屏；
14—指针；15—天平柱；16—圈码；17—加圈码旋钮；18—圈码钩；19—天平箱

为了便于判断横梁的倾斜程度，横梁中间装有指针，并在指针下端装有微分刻度标尺。

横梁两端的承重刀上分别悬挂吊耳，吊耳上钩挂有称盘，下钩挂空气阻尼器。空气阻尼器由两个铝制圆筒组成，外筒固定在天平柱上，筒口朝上，直径稍小的内筒挂在吊耳下钩上，筒口朝下。内、外筒不相接触。天平横梁摆动时，内筒会随横梁摆动而在外筒内上下移动，这样由于筒内空气阻力的影响，横梁很快就会停止摆动。

为了保护刀口，旋转升降旋钮可以使天平横梁缓慢托起或放下。使用天平时，逆时针转动升降旋钮，启动天平，刀口与刀承接触，投影屏上显示出微分刻度标尺的投影。顺时针转动升降旋钮，天平关闭，刀口和刀承分开，投影屏黑暗。

调零杆和横梁两侧的调零螺丝，用以调节天平的零点。调零杆用于微调，调零螺丝用于粗调。

横梁背后装有重心调节螺丝，以调整天平横梁的重心，从而改变天平的灵敏度与稳定性。重心调节螺丝常是在检验天平时，由有经验的人员进行调整。

为了减少周围气流、温度等对称量结果的影响，同时为了保护天平，应将分析天平装在天平箱中。天平箱是否水平，可通过安装在天平柱后上方的水准器来指示，并由脚垫上面的水平调节螺丝来调节。

每台天平都有配套的一盒砝码，砝码组合通常有 100g, 50g, 20g, 20g, 10g, 5g, 2g, 2g, 1g。为了减少误差，同一样品分析工作的几次称量，应尽可能使用同一砝码。

1g 以下的质量由机械加码装置加装。机械加码装置用来添加 1g 以下、10mg 以上的圈形小砝码。转动加圈码旋钮，圈码钩就可以将圈码自动地加在天平横梁右臂上的金属窄条上。加装圈码的质量可由指数盘读出。如果分析天平的大、小砝码均由加码旋钮自动加装，则该种分析天平称为全机械加码电光天平。

称量时打开升降旋钮接通电源，可在投影屏上直接读出指针在微分刻度标尺上所指示的刻度。微分刻度标尺刻有 10 大格，每一大格相当于 1mg，每一大格又分为 10 小格，每一小格相当于 0.1mg。所以在投影屏上可直接读出 10mg 至 0.1mg 的质量。

(3) 使用方法

① 称量前检查。取下天平罩，叠后放好。检查天平各部件是否完好，且是否处在正常位置；检查供电电源与分析天平所要求的电压是否相符；检查天平是否水平；检查圈码是否挂好，圈码指数盘是否处于“0.00”的位置；检查两称盘是否空着。用软毛刷将天平清扫干净。

② 调节零点。接通电源，转动升降旋钮，检查投影屏上的标线是否与微分刻度标尺的 0.00 重合（如图 1-3 所示）。如果不重合，可调节调零杆和调零螺丝使之归零。

③ 称量。先用托盘天平粗称出被称物的质量，然后将被称物放在天平左盘，砝码放在右盘，关好边门。慢慢转动升降旋钮，如果指针很快摆出微分刻度标尺投影以外，应立即关闭升降旋钮，托起天平横梁，从大到小更换砝码，直到指针的偏斜在投影屏微分刻度标尺范围内。

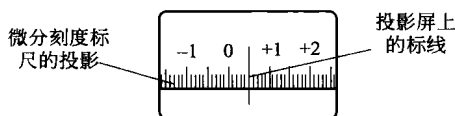


图 1-3 投影屏示意

④ 读数。天平达到平衡时，即微分标尺稳定后，投影屏上的标线在微分刻度标尺度量范围内，此时进行读数。砝码质量、圈码质量（指数盘读数）、投影屏读数（投影屏上的标线与微分标尺刻度线重合处的数值），三者相加即是被称物的质量。

⑤ 称量完毕。称量完毕后，关闭升降旋钮，将被称物及砝码取出并放回原位，将圈码指数盘恢复到“0.00”位置，关闭电源，清扫天平，关好边门，并盖好天平罩。

2. 电子天平

(1) 原理。根据电磁力平衡原理制成。称量准确可靠、显示快速清晰，有自动校准和超载保护装置。称量时不需要砝码，放上被称物后，在几秒钟内即达到平衡，显示读数。

(2) 使用方法

① 调水平。调整地脚螺栓高度，使水平仪内空气泡位于圆环中央。

② 预热。接通电源，预热 0.5~1.0h。

③ 开机。按开关键 [ON/OFF]，显示器全亮。

④ 校正。首次使用天平时必须进行校正，因存放时间较长、位置移动、环境变化或为了获得精确的测量值，在使用天平前应进行校正操作。按校正键 [CAL]，天平将显示所需校正砝码质量，放上砝码直至出现与校正砝码相同的数据，校正结束。

⑤ 测量。使用归零键清零，放置被称量物于称盘上，关上天平门，进行测量。

⑥ 关机。如果一天中多次使用，每次称量结束后按 [ON/OFF] 键关闭显示器，使天平保持在待机状态，但不切断电源，这样可使天平内部系统维持恒定的操作温度，可延长天平使用寿命，并保持称量的准确度。

三、实验仪器和试剂

(1) 仪器。托盘天平及砝码、半机械加码电光天平及砝码、电子天平、称量瓶、烧杯、

药品勺、干燥器。

(2) 试剂。金属片、固体 Na_2CO_3 。

四、实验步骤

1. 直接称量法——称量金属片的质量

(1) 在托盘天平上粗称一洁净、干燥小烧杯的质量，然后在分析天平上称其准确质量。

(2) 将金属片放在该烧杯中，用托盘天平粗称金属片和小烧杯的总质量，再用分析天平称出金属片和小烧杯的准确质量。

(3) 金属片与小烧杯的总质量减去小烧杯的质量就是金属片的质量。

2. 差减称量法——称取 0.5g 左右 Na_2CO_3 固体

(1) 从干燥器中取出装有固体 Na_2CO_3 的称量瓶，在托盘天平上粗称出称量瓶和 Na_2CO_3 的总质量，然后在分析天平上准确地称出称量瓶和 Na_2CO_3 的总质量，计为 m_1 。

(2) 从天平下取下称量瓶，打开瓶盖，倒出 0.5g 左右固体 Na_2CO_3 于另外一洁净、干燥的小烧杯中，而后迅速盖上称量瓶盖。

(3) 然后将称量瓶分别放在托盘天平和分析天平上进行粗称和精确称量，计为 m_2 。

(4) 记录称量数据， $m_1 - m_2$ 即为小烧杯中的 Na_2CO_3 固体质量。

五、注意事项

(1) 分析天平应置于无尘、清洁、干燥的室内，放置于稳定的工作台上并避免振动，同时要避免气流和阳光照射。

(2) 用前要检查天平各部件位置是否正常，检查天平是否水平，检查电源电压与仪器所标注的电压是否相符合。

(3) 天平不得超负荷使用。

(4) 由于天平盘附近因受热或受冷而上升或下降的气流，会影响称量结果的准确性，所以过热或过冷物品不能放在天平盘上称量，应将其放入干燥器内至室温后再称量。

(5) 具有挥发性、吸湿性等的试样，应将其放在密闭容器内称量。

(6) 酸、碱等腐蚀性物质应避免附着或洒落在天平盘上。

(7) 需要用手接触机械天平部件时，应将手洗净擦干，最好戴上手套或指套。

(8) 称重时砝码应用镊子夹取，不准用手直接拿，砝码、被称物均应放在天平盘中心。

(9) 向机械天平的称盘上放入或取下被称物或砝码时，应先关闭升降旋钮，托起横梁，否则容易使刀口损坏。

(10) 电子天平不准称量带磁性的物质。

(11) 应在天平门完全关闭后读取数据。

(12) 常清洁天平内外灰尘，用软毛刷清洁天平内部。

(13) 要定期检查干燥剂是否变色，若已变红，应及时更换。

六、思考题

(1) 称量时为何要把被称物和砝码放在天平称盘的中央？

(2) 什么情况下采用直接称量法？什么情况下采用差减称量法？

(3) 天平称盘取放试样或加减砝码、圈码时应注意哪些问题？为什么？

(4) 所称得质量如果以克为单位，则电光天平所称得结果小数点后可以保留几位？

(5) 如果分析天平所称得的质量恰巧为 1.200 0g, 则该结果是否可以写成 1.2g? 为什么?

(6) 电光天平使用时, 为了保护刀口需注意哪些问题?

实验 1-3 滴定分析量器与基本操作

一、实验目的和要求

- (1) 掌握容量瓶、移液管、滴定管等常用滴定分析量器的洗涤方法。
- (2) 掌握容量瓶、移液管、滴定管等常用滴定分析量器的使用方法。
- (3) 练习滴定分析基本操作技术, 学会用指示剂正确地判断滴定终点。

二、实验原理

1. 移液管和吸量管

移液管和吸量管是用来准确移取一定体积液体的量器, 如图 1-4 所示。移液管没有分刻度, 每根移液管只能移取管外壁标示出的固定体积液体。吸量管带有分刻度, 每根吸量管可以量取满量程及其以下任意体积的液体。

使用移液管和吸量管时应遵循以下步骤。

(1) 洗涤方法。移液管和吸量管使用前应清洗干净, 使整个内壁和下部的内壁不挂水珠。清洗时可先用自来水冲洗, 再用洗液洗涤。使用洗液时可用洗耳球将洗液吸入移液管或吸量管, 然后把移液管或吸量管横过来慢慢转动, 使洗液浸润全部管内壁, 再倒出洗液。或将移液管、吸量管放入装有洗液的大量筒中浸泡一段时间, 再用自来水冲洗, 纯水润洗。

(2) 使用方法

① 用待移取液体润洗。为防止移液管或吸量管内残留纯水稀释移取的液体, 应用待移取液体润洗移液管或吸量管。如图 1-5 所示, 先将待移取液体转移到已用该种液体润洗过的干净烧杯中, 然后进行润洗和移取操作。用滤纸将管下端内外的残留纯水尽量吸干, 然后用洗耳球使移液管或吸量管吸取少量待取液体, 而后把管横过来慢慢转动, 使待取液体将管内壁完全润湿, 最后将管内液体倾倒入废液缸或指定的收集容器中。

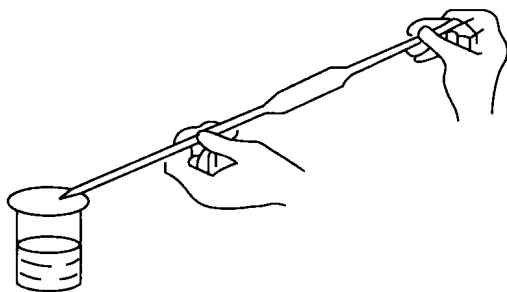


图 1-5 移液管洗涤示意

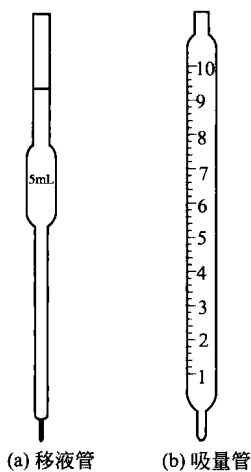


图 1-4 移液管、吸量管示意

该润洗过程应重复 2~3 次。注意在吸取待取液体淋洗时, 应避免吸入管内的液体回流到试剂瓶中, 而使待取液体被稀释。

② 移液管移取液体。移取液体时, 左手持洗耳球, 右手拇指和中指捏住移液管刻度线以上的适当位置, 右手食指空出以便能按住移液管上口。将移液管下口插入待移取液体液面下约 2cm 处 (注意不能插入太浅, 以免液面下降后造成吸空; 也不能插入太深, 以免移液管外壁附有过多的待移取液体), 左手将洗耳球中的空气挤出, 之后将洗耳球尖端对准移液管上

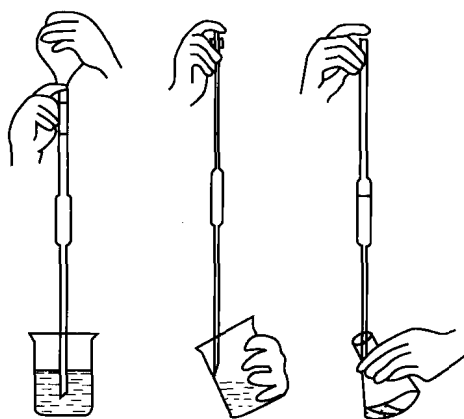


图 1-6 移液管移取液体示意

口，然后慢慢松开捏着的洗耳球，使液体缓缓进入管内，在此过程中应使移液管下口随着烧杯中液面的下降而下移，待管中液面上升到刻度线以上时，左手移去洗耳球，右手食指迅速按紧移液管上口。之后，左手放下洗耳球，改拿盛放待移取液体的烧杯，使烧杯倾斜约 45° 。右手将管向上提起，使移液管下口尖端置于烧杯内液面之上，并与烧杯内壁贴紧，使移液管保持垂直，之后将管下部伸入待移取液体的部分沿烧杯内壁轻转两圈，以除去管外壁上黏附的液体。然后保持眼睛视线与移液管刻度线处于同一高度，微微松动右手食指，使管内液面缓缓下降，直到视线平视弯月面与刻度线相切时（正确读数方法与量筒读数相同），随即用右手食指按

紧管口，保持液面不再下降。左手放下盛放待移取液体的烧杯，改拿承接容器，将承接容器倾斜约成 45° ，使移液管下口尖端处与承接容器内壁紧贴，移液管保持垂直。而后松开右手食指，使液体流入承接容器中，待移液管内液面下降到管尖后，使管停靠在承接容器内壁 15s 左右，最后移去移液管，移液操作完成。如果移液管上标有“吹”的字样，则在管内液面下降到管尖后，用洗耳球将移液管内余液吹到承接容器中。图 1-6 为移液管移取液体示意。

③ 吸量管移取液体。吸量管可以移取满量程及其以下任意体积的液体。吸量管移取满量程液体时其操作过程和上述移液管移取液体时的操作过程相同。但是当所需移取的液体体积少于吸量管满量程时，应尽量少使用吸量管最下方尖端处的刻度移取液体，吸液时应使吸量管中的液面吸到最上端刻度处，而后用右手食指控制吸量管上端管口，使液面缓慢下降，直至与所需的刻度相切，右手食指再次紧按管口，移去承接容器即可。这样可以避免吸量管下口尖端处体积准确度较差而产生的误差。

2. 容量瓶

容量瓶是一种细颈梨形平底瓶，带有磨口塞，颈部有刻度标线。在容量瓶外壁所示温度下，当液体充满至容量瓶刻度标线处时，容量瓶内液体体积恰好与容量瓶外壁上所注明的体积相等。容量瓶一般用来配制准确浓度的溶液或稀释溶液到一定的浓度。其使用需经过下面几个步骤。

(1) 使用前检查。容量瓶使用前应先进行检查，检查内容有以下两个方面。

① 刻度标线位置距离瓶口是否太近。如果刻度标线距离瓶口太近，则该容量瓶不能使用，因为刻度标线至瓶口上方空间太小，会使瓶中溶液难以混合均匀。

② 瓶塞是否漏水。检查瓶塞是否漏水操作过程如下（见图 1-7）。a. 容量瓶中加水至刻度标线处，盖好瓶塞后，用一只手食指按住塞子，其余四指握住瓶颈，用另一只手指尖托住瓶底边缘，将容量瓶倒立，静置 2min，用滤纸检查瓶塞处是否有水渗出。b. 如果没有水渗出，将容量瓶转正至瓶口朝上，而后将瓶塞旋转 180° ，再将容量瓶倒立，静置 2min，用滤纸检查瓶塞处是否有水渗出。如果仍然没有水渗出，则该容量瓶可以使用。使用时容量瓶塞不能放在操作台面上，需用细绳或橡皮筋将瓶塞系在容量瓶瓶颈上。

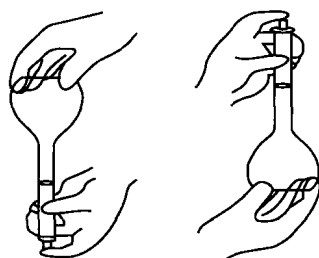


图 1-7 容量瓶检漏示意

(2) 洗涤方法。容量瓶使用前应清洗干净,使整个内壁不挂水珠。清洗时可先用自来水冲洗,再用洗液洗涤。使用洗液时可将洗液移入容量瓶,然后把容量瓶横过来慢慢转动,使洗液浸润容量瓶所有内壁,再倒出洗液,同时要用洗液清洗瓶塞。或将容量瓶及其瓶塞放入装有洗液的容器中浸泡一段时间。最后用自来水冲洗,纯水润洗容量瓶和瓶塞。

(3) 使用方法

① 用固体试剂配制溶液。先将准确称量的固体试剂置于烧杯中,加入少量溶剂将固体试剂完全溶解,而后将烧杯中的溶液定量转移至容量瓶中。所谓定量转移是指溶液中的溶质完全移至另一容器。转移时一只手拿玻璃棒,使玻璃棒下部伸入容量瓶中,且下端靠在容量瓶瓶颈内壁上,而玻璃棒上部悬空,另一只手拿烧杯,使烧杯嘴靠紧玻璃棒,倾斜烧杯使烧杯内的溶液沿玻璃棒和容量瓶内壁流入容量瓶中,如图 1-8 所示。烧杯中溶液流完时,将烧杯扶正,并将玻璃棒放入烧杯中,此时需注意玻璃棒不要靠在烧杯嘴上,以免玻璃棒与烧杯嘴之间的溶液流到烧杯外面。然后用洗瓶盛装溶剂吹洗玻璃棒和烧杯内壁,按上述方法将烧杯内吹洗后产生的溶液转移至容量瓶中,吹洗和转移过程要重复 3~4 次,才能保证所有溶质均转移至容量瓶内。之后加溶剂约至容量瓶容积 2/3 处,并用洗瓶适当吹洗刻度线以上瓶颈内壁,用一只手食指和中指夹住瓶塞的扁头,其余三指捏住容量瓶瓶颈,提起容量瓶,使其沿水平面口摇几周,使容量瓶中溶液初步混匀(注意此时不需加盖瓶塞及倒转容量瓶)。将容量瓶放置在操作台面上,继续向容量瓶加溶剂至刻度标线以下约 1cm 处,等待 1~2min,使附在瓶颈内壁的溶液流下(如果容量瓶中的溶液温度较高,需等待溶液温度降至室温)。最后用滴管滴加溶剂至弯月面下缘与刻度标线相切。盖紧瓶塞,用一只手食指按住塞子,其余四指握住瓶颈,用另一只手指尖托住瓶底边缘(注意尽量减少手与容量瓶的接触面积,以避免体温对容量瓶内溶液温度及体积的影响),将容量瓶倒立,并水平摇动几周。

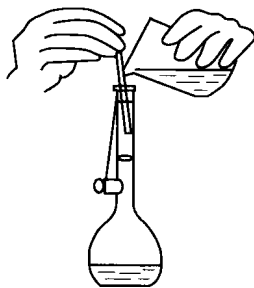


图 1-8 容量瓶配制溶液示意

重复颠倒操作 15 次以上,使瓶内溶液充分混匀,每次颠倒时要使容量瓶内气泡上升到顶部。

② 稀释溶液。根据所要配制稀溶液的浓度和体积,计算确定浓溶液的使用量。用移液管或吸量管移取一定体积浓溶液于容量瓶中,之后加溶剂稀释,定容并摇匀,定容和摇匀操作同上。

3. 滴定管

滴定管是在滴定过程中,用于准确测量滴定溶液体积的一类玻璃量器。常用的滴定管有两种:酸式滴定管和碱式滴定管。酸式滴定管如图 1-9(a) 所示,下方溶液流出处有玻璃旋塞开关,它用来盛装酸性溶液或氧化性溶液。由于碱性溶液能腐蚀玻璃旋塞使其融合,所以不能用酸式滴定管盛装碱性溶液。碱式滴定管如图 1-9(b) 所示,下方溶液流出处由乳胶管连接,乳胶管上端连接碱式滴定管主体,乳胶管下端连接尖嘴玻璃管,乳胶管中部内设玻璃珠以控制溶液流出。碱式滴定管用于盛放碱性溶液,不能盛放与乳胶管起反应的溶液,如 KMnO_4 、 I_2 等。

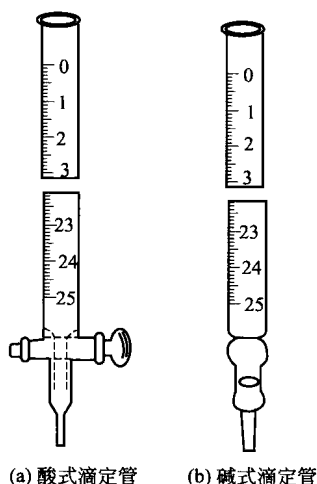


图 1-9 滴定管示意

玻璃管,乳胶管中部内设玻璃珠以控制溶液流出。碱式滴定管用于盛放碱性溶液,不能盛放与乳胶管起反应的溶液,如 KMnO_4 、 I_2 等。

(1) 洗涤方法。滴定管使用前应清洗干净,使整个内壁不挂水珠。清洗时可先用自来水

冲洗, 如果滴定管内有自来水不能冲洗掉的污物, 可用专用滴定管毛刷蘸洗涤剂刷洗, 如果刷洗后仍有不能洗去的污物, 则需用洗液清洗或浸泡。用洗液清洗时, 可先向滴定管中加入少量洗液, 然后把滴定管横过来慢慢转动, 使洗液浸润滴定管所有内壁, 然后从管下方出口处排出洗液。用洗液浸泡时, 将洗液装入滴定管至近满, 浸泡一段时间, 而后将洗液从滴定管下方出口处排出。注意清洗或浸泡碱式滴定管时, 应先将管下方溶液流出处的乳胶管取下, 套上一个一端封闭的胶头。最后, 用自来水冲洗, 纯水润洗滴定管。

(2) 酸式滴定管的旋塞涂油。酸式滴定管在使用前要在玻璃旋塞上涂凡士林油, 以防止漏水, 同时使玻璃旋塞旋转灵活。涂凡士林油时要耐心细致, 用量要恰到好处。涂得太少, 旋塞转动不灵活, 且易漏水; 涂得太多, 旋塞孔易被过多的凡士林油堵塞。具体操作过程如下(图 1-10)。

① 将洗干净的酸式滴定管平放在实验操作台上, 取出旋塞, 用滤纸将旋塞和旋塞窝表面残留的纯水擦干, 并要注意勿使滴管壁上残留的纯水再次进入旋塞窝。

② 用手指或玻璃棒蘸上凡士林油, 在旋塞两头沿圆周涂上一薄层凡士林油, 或者在旋塞的大头上及旋塞窝的小头内壁分别沿圆周涂上一薄层凡士林油。不论采用哪种方法, 都应注意不要将凡士林油涂到旋塞孔的近旁, 以免凡士林油堵塞旋塞孔。

③ 将旋塞直接插入旋塞窝中, 插入时要使旋塞孔中轴线与滴定管中轴线平行, 以保证插入过程中旋塞孔上、下口不与旋塞窝内壁接触, 以此避免插入过程中将凡士林挤到旋塞孔中。

④ 插好后, 沿同一方向旋转旋塞, 并用适当的力向内挤压旋塞, 不能使旋塞沿拔出和插入方向来回移动。如果旋塞部位旋转灵活, 并且旋塞和旋塞窝之间的油脂呈均匀透明状,

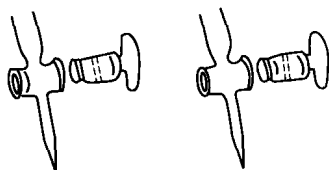


图 1-10 旋塞涂油示意

则表明凡士林油涂得恰到好处。如果旋塞转动不灵活, 或者旋塞旋转时旋塞和旋塞窝之间的凡士林出现纹路, 则表明凡士林油涂得不够。如果凡士林油从旋塞与旋塞窝之间的缝内挤出, 或者旋塞孔被堵住, 则表明凡士林油涂得太多。无论是凡士林油涂得太多还是太少, 都必须将旋塞拔出, 将旋塞和旋塞窝擦干净后, 重复上述操作, 重新涂凡士林油, 直至旋塞旋转灵活, 油膜均匀透明为止。

⑤ 把涂好油装好旋塞的滴定管平放在实验操作台上, 让旋塞的小头朝上, 然后在旋塞小头端套上一小橡皮圈(可以从橡皮管上剪下一小圈), 以防止使用过程中旋塞脱落。

(3) 使用前检查。使用滴定管前应检查是否漏水。先将滴定管内加满水, 与地面垂直放在滴定管架上, 静置 2min 以上, 观察酸式滴定管旋塞边缘、碱式滴定管乳胶管上下端连接处和滴定管末端是否有水渗出。此时, 酸式滴定管若不漏水, 需将旋塞旋转 180° , 再静置 2min 以上, 如果旋塞边缘及管末端仍然不漏水, 说明该酸式滴定管不漏水, 可以使用。如果酸式滴定管静置时, 旋塞边缘或管末端有水漏出, 则旋塞应重新涂抹凡士林油。如果碱式滴定管, 第一次静置时不漏水, 可挤压乳胶管内的玻璃球使其位置变动后, 再静置 2min 以上, 观察乳胶管上下端连接处和管末端是否有水渗出, 如果无水渗出说明该碱式滴定管不漏水, 可以使用。如果碱式滴定管静置时, 乳胶管上下端连接处或管末端有水漏出, 则应检查乳胶管是否老化变质及乳胶管内的玻璃球大小是否合适(玻璃球太小可能导致漏水, 玻璃球太大滴定时不好操作), 并更换新乳胶管及适宜的玻璃球。

(4) 使用方法

① 滴定剂润洗及装入

a. 为避免试剂瓶内壁上有凝结水珠而改变了滴定剂的配制浓度, 滴定剂使用前应先摇匀。