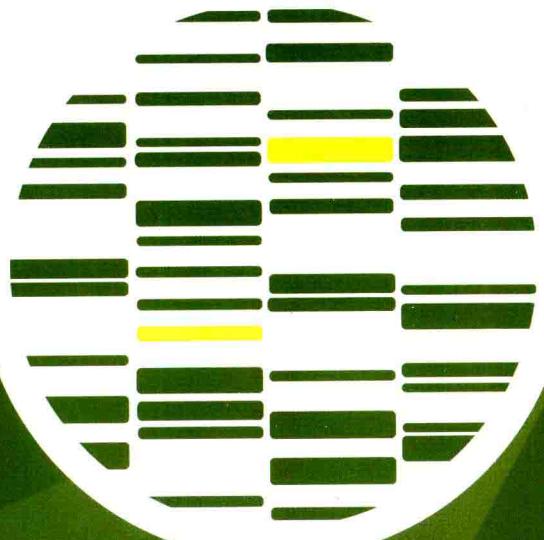


基础化学实验

(上册)

张有明 王永生 主编



科学出版社

基础化学实验

(上册)

张有明 王永生 主编

科学出版社
北京

内 容 简 介

本书共 5 章,包括绪论、基础知识与技能、基本操作、基础实验、综合性实验,书后有附录。第 1 章介绍实验须知、安全常识和绿色化学概念;第 2 章系统介绍化学实验的基础知识和通用的实验操作技术;第 3 章为基本操作的实验部分;第 4 章基础实验部分以模块化编排,分为基础理论、元素与化合物性质、制备与合成、分析与测定;第 5 章为初步的综合性实验。

本书可作为高等学校化学、应用化学、化学工程与工艺、生物科学等专业的本科生教材,也可供相关专业的教师和学生参考。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验. 上册/张有明, 王永生主编. —北京:科学出版社, 2015
ISBN 978-7-03-044770-8

I. ①基… II. ①张…②王… III. ①化学实验-教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 123217 号

责任编辑:丁 里 郭慧玲 / 责任校对:彭 涛
责任印制:赵 博 / 封面设计:迷底书装

科 学 出 版 社 出 版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

文林印务有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2015 年 8 月第 一 版 开本:720×1000 1/16

2015 年 8 月第一次印刷 印张:16 1/2

字数:361 000

定价: 29.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

《基础化学实验(上册)》编写委员会

主 编 张有明 王永生

副主编 任雪峰 金小青

编 委 (按姓名汉语拼音排序)

安红钢 金淑萍 金小青 林 敏

任雪峰 石彦龙 王永生 吴冬青

张有明

前　　言

随着高等教育改革的深入,化学和应用化学等相关专业人才培养方案发生了很大变化,其中化学实验教学体系的改革尤为明显。许多高校打破在二级学科单独设置实验课的传统做法,重组了无机化学、分析化学、有机化学、物理化学四大化学实验体系,在化学一级学科层面从基本操作入手,实验内容循序渐进、逐步提高,分层次构建实验教学新体系,增设综合性、设计性和开放性实验,在一定程度上提高了化学相关专业人才培养的质量。

对新建本科院校而言,由于历史积淀等诸多因素,化学实验体系盲目跟从名校也导致了一些问题,如各层次开设的实验项目之间缺少必然联系,以致学生顾此失彼,实验项目针对性和实用性不足,学生参与实验的热情和兴趣不大等。如何在培养方案中体现新建本科院校地方性和应用型的办学定位,编写一本适合学校特点和学生实际的化学实验教材就显得相当重要。

2009年借人才培养方案修订之机,编者着手化学实验教学体系改革,相应的实验讲义已在化学、应用化学、化学工程与工艺、生物科学等专业试用5年。

本套教材共分四册:《基础化学实验(上册)》、《基础化学实验(下册)》、《中级化学实验》和《综合化学实验》。

本书主编为张有明、王永生,副主编为任雪峰、金小青。参与本书编写的教师有张有明、王永生、安红钢、吴冬青、金淑萍、任雪峰、金小青、林敏、石彦龙。全书由任雪峰统稿,张有明审定。

本书的出版得到甘肃省基础化学教学团队、甘肃省实验教学示范中心、甘肃省化学特色专业、河西学院“祁连学者”人才工程、河西学院教材立项等项目支持,也得到科学出版社的大力支持与帮助,编者在此一并表示衷心的感谢!同时感谢实验讲义使用过程中提出宝贵意见的教师和历届学生。

限于编者的学识和经验,书中难免有不尽如人意之处,恳请专家学者和学生们批评指正。

编　　者
2015年5月

目 录

前言

第 1 章 绪论	1
1.1 实验须知	1
1.1.1 基础化学实验目的	1
1.1.2 基础化学实验要求	1
1.1.3 基础化学实验成绩评定	2
1.2 实验室安全常识及事故的应急处理	2
1.2.1 实验室安全知识	2
1.2.2 实验室一般事故的处理	3
1.2.3 实验室与绿色化学	3
第 2 章 基础知识与技能	5
2.1 基础知识与基本操作	5
2.1.1 常用玻璃仪器	5
2.1.2 化学实验室用水	13
2.1.3 仪器的洗涤和干燥	14
2.1.4 试剂的等级和选用	16
2.1.5 溶液的配制	17
2.1.6 有效数字及其运算规则	19
2.1.7 加热与冷却	25
2.1.8 物质的分离和纯化	30
2.1.9 分析试样的采集与制备	39
2.1.10 重量分析法基本操作	46
2.1.11 蒸馏	50
2.1.12 萃取	64
2.1.13 色谱分离	67
2.2 部分常用仪器及应用	75
2.2.1 电子天平及其称量方法	75
2.2.2 酸度计及 pH 的测定	78
2.2.3 分光光度计及其应用	79
2.2.4 熔点仪及熔点的测定	81
2.2.5 旋光仪及旋光度的测定	83
第 3 章 基本操作	86
实验一 仪器的认领、洗涤和干燥(4 学时)	86

实验二 简单玻璃工操作(4 学时)	87
实验三 分析天平称量练习(4 学时)	93
实验四 溶液的配制(4 学时)	94
实验五 滴定分析及基本操作练习(4 学时)	96
实验六 温度计及容量仪器的校准(7 学时)	98
实验七 重结晶及热过滤(4 学时)	101
实验八 蒸馏及分馏(7 学时)	103
实验九 减压蒸馏(4 学时)	106
实验十 薄层色谱分离(4 学时)	109
第4章 基础实验	112
实验十一 二氧化碳相对分子质量的测定(3 学时)	112
实验十二 过氧化氢分解热的测定(3 学时)	114
实验十三 化学反应速率与活化能(5 学时)	117
实验十四 乙酸电离度和电离常数的测定(5 学时)	121
实验十五 碘化铅溶度积的测定(6 学时)	124
实验十六 四氧化三铅组成的测定(3 学时)	126
实验十七 p 区非金属元素(一)(卤素、氧、硫)(4 学时)	128
实验十八 p 区非金属元素(二)(氮族、硅、硼)(4 学时)	131
实验十九 常见非金属阴离子的分离与鉴定(4 学时)	135
实验二十 ds 区金属(铜、银、锌、镉、汞)(4 学时)	140
实验二十一 糖类物质的性质及旋光度的测定(6 学时)	143
实验二十二 由粗食盐制备试剂级氯化钠(4 学时)	150
实验二十三 硝酸钾的制备(4 学时)	153
实验二十四 环己烯的制备(5 学时)	155
实验二十五 肉桂酸乙酯的合成(6 学时)	157
实验二十六 甲基橙的制备及 K_a 值的测定(8 学时)	161
实验二十七 1,2-二溴乙烷的制备(7 学时)	166
实验二十八 正丁醚的制备(4 学时)	169
实验二十九 食用白醋中总酸度的测定(4 学时)	171
实验三十 硫酸铵肥料中含氮量的测定(甲醛法)(4 学时)	173
实验三十一 混合碱中两种组分含量的测定(双指示剂法)(5 学时)	175
实验三十二 EDTA 溶液的配制及标定(4 学时)	178
实验三十三 天然水总硬度的测定(4 学时)	180
实验三十四 锌、铅含量的连续测定(4 学时)	183
实验三十五 复方氢氧化铝中铝、镁含量的测定(8 学时)	185
实验三十六 铝合金中铝含量的测定(5 学时)	187
实验三十七 高锰酸钾法测定双氧水中 H_2O_2 的含量(4 学时)	189
实验三十八 水中化学耗氧量的测定(6 学时)	192

实验三十九 铁矿中全铁含量的测定(6学时)	194
实验四十 铜合金中铜含量的测定(6学时)	197
实验四十一 溴酸钾法测定苯酚含量(4学时)	200
实验四十二 钙盐中钙含量的测定(4学时)	202
实验四十三 氯化物中氯含量的测定(莫尔法)(3学时)	204
实验四十四 银合金中银含量的测定方法(福尔哈德法)(3学时)	207
实验四十五 邻二氮菲吸光光度法测定铁(8学时)	209
实验四十六 磷基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物的组成及其稳定常数的测定 (4学时)	212
第5章 综合性实验.....	216
实验四十七 高锰酸钾的制备与纯度分析(8学时)	216
实验四十八 硫代硫酸钠的制备与纯度分析(6学时)	218
实验四十九 硫酸铜的制备及结晶水的测定(8学时)	220
实验五十 菠菜色素的提取和分离(8学时)	222
实验五十一 茶叶中咖啡因的提取及含量分析(9学时)	226
实验五十二 阿司匹林的合成、鉴定及含量测定(8学时)	231
实验五十三 交叉康尼查罗反应制备茴香醇(8学时)	236
附录.....	238
附录1 相对原子质量表	238
附录2 常用化合物的相对分子质量	240
附录3 常用有机化合物的物理常数	241
附录4 常用酸、碱的浓度和密度	244
附录5 常用缓冲溶液的配制	244
附录6 常用的指示剂	245
附录7 常用基准物质的干燥条件和应用	249
附录8 实验室常用洗液	250
附录9 常用试剂的配制	251
附录10 溶解性表	253

第1章 绪论

1.1 实验须知

1.1.1 基础化学实验目的

化学是一门以实验为基础的学科,化学实验蕴涵着丰富的实验思想,具有多样化的实验方法、手段,以及综合性很强的基本实验技能训练。它是培养学生创新意识和创新能力,引导学生确立正确科学思想和科学方法,提高学生科学素质的重要基础。在培养学生理论联系实际,与科学技术发展相适应的综合能力,以适应科技发展与社会进步对人才的需求方面有着不可替代的作用。在化学教学中,以实验手段培养学生的实践能力和创新精神是化学教学最显著的特点。通过基础化学实验的系统学习,要求学生达到以下目的:

- (1) 掌握实验的基本操作和基本技能,熟悉常用仪器的构造、原理及其使用方法。
- (2) 理解和掌握基础化学的基本概念、基础知识和基本理论。
- (3) 掌握无机和一般有机化合物的提取、制备、合成、分离和纯化等相关的基本操作。
- (4) 建立严格的“量”的概念,学会运用误差理论正确处理实验结果。
- (5) 培养实验现象的观察和记录、实验条件的判断和选择、实验数据的测量和处理、实验结果的分析和归纳等能力。
- (6) 培养严谨务实的科学态度、勤奋好学的思想品质、认真细致的工作作风、整洁卫生的良好习惯和相互协作的团队精神。
- (7) 培养学生主动学习、独立思考、分析问题和解决问题的能力。
- (8) 培养学生具有安全意识、环保意识和可持续发展的理念。

1.1.2 基础化学实验要求

实验室是实验教学及科研的重要基地,为了确保良好的工作及学习环境,须共同遵守以下要求:

- (1) 学生实验之前应认真预习实验教材,明确实验目的、要求,理解实验原理和设计思想,确定实验方法和实验步骤,了解所用仪器和设备,预计实验中可能出现的问题和解决办法,设计好数据记录表格。未预习者不能进行实验。
- (2) 学生带预习报告提前 5 min 进入实验室,实验教材不得带入实验室。学生实验时不得高声喧哗,不得随意走动,不得乱动与本实验无关的仪器设备。
- (3) 学生实验应该严格遵守操作规程,服从教师的指导。如因违反操作规程或不听从指导造成实验仪器设备损坏等事故,将按有关规定进行处理。注意安全,尽量节约

用水、电及一切消耗物资。

(4) 认真听教师讲解实验内容,明确操作顺序及操作过程中的注意事项。实验中认真观察、思考,独立完成实验工作。

(5) 学生应以实事求是的科学态度来进行实验,严格要求,认真做好实验的每一步骤。实验完毕,应及时递交实验报告,不准抄袭他人的实验报告,一经发现,抄袭者与被抄袭者均无成绩。

(6) 实验过程中如发生故障,应立即向教师报告,以及时处理。待故障排除后,继续进行实验。

(7) 实验完毕后,应将仪器、工具、药品、试剂及时清理,归还实验室,或按要求保管。废液、废渣、废物不得随意倾倒,应集中在指定场所,统一回收处理。实验结束应打扫整理好实验场地,做好清洁卫生工作。

(8) 检查水、电、气,关好门窗,在征得教师同意后方能离开实验室。

1.1.3 基础化学实验成绩评定

学生实验成绩的评定是对学生掌握实验设计思想、方法、技能、实验综合素质和能力全面考察的结果。实验成绩评定采取以平时成绩为主,并与期末考试相结合的多元化实验考核办法。平时成绩主要以预习报告、实验态度、实验操作、实验结果、实验报告等方面为依据进行评分。

1.2 实验室安全常识及事故的应急处理

为了预防事故的发生,保证实验正常进行,实验者必须高度重视安全操作,熟悉一般安全常识并切实遵守实验室安全守则。

1.2.1 实验室安全知识

(1) 实验开始前应检查仪器是否完好无损,装置是否正确稳妥;实验进行时不得擅离岗位,要时刻观察反应情况是否正常,装置有无漏气、破裂等现象;切勿造成密闭系统,否则可能会发生爆炸。

(2) 实验时,应戴防护眼镜、面罩、橡皮手套。

(3) 对于易燃物质,应尽可能使其远离火源,不能撞击或重压易爆炸的固体,对危险残渣必须小心处理(如用浓盐酸、浓硝酸分解重金属炔化物)。

(4) 实验室药品均不得入口。有毒药品,如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞化合物和氰化物等无机物,四氯化碳、三氯乙烯等有机物,不得接触伤口(氰化钠触及伤口会随血液循环进入全身各个部位,严重的可以致死),也不能随便倒入下水道,污染环境。严禁在实验室内饮食,实验完毕要细心洗手。

(5) 在反应过程中可能生成有毒、有腐蚀性或刺激性气体的实验应在通风橱内进行,使用后的器皿应及时清洗。

(6) 使用电器时不能用湿的手或手握湿物去拿插头。为了防止触电,电器设备的金属外壳应接地线。实验完毕应先切断电源,再拆卸实验装置。

(7) 熟悉安全用具(如灭火器、急救药箱)的放置地点、使用方法。安全用具要妥加保护,不能移作它用。

(8) 废液、废品按规定回收处理。

1.2.2 实验室一般事故的处理

(1) 如遇起火,要保持镇静,不能惊慌失措,首先应立即熄灭附近火源并移开附近易燃物质。少量有机溶剂着火,可用湿布、黄沙扑灭,不可用水灭火。锥形瓶内溶剂或油浴着火,可用湿布或石棉网盖灭。若火势较大,则使用泡沫灭火器。电器设备着火,应先关闭电源开关,再用四氯化碳灭火器(狭小和通风不良的实验室忌用,因为四氯化碳高温时生成剧毒的光气)或二氧化碳灭火器灭火。使用灭火器应从火四周开始向中心扑灭。

(2) 衣服着火时,切勿奔跑,用厚外衣熄火;情况危急时可就地打滚,盖上毛毯或者用水冲淋,使火熄灭。

(3) 被玻璃割伤时,伤口内若有玻璃碎片,需先取出碎片,然后抹上红汞(红药水)并包扎。

(4) 烫伤轻者涂以烫伤油膏,如湿润烧伤膏。

(5) 若酸液或碱液溅入眼中或灼伤皮肤,应立即用大量水冲洗。然后相应地再用1%碳酸氢钠溶液或1%硼酸溶液清洗,最后都用水洗。如果溅在皮肤上,除上述处理外,还要涂上药用凡士林。

(6) 皮肤被溴灼伤时,应立刻用大量水冲洗,继而用石油醚或酒精擦洗,再用2%硫代硫酸钠溶液洗,然后用甘油按摩,并敷上烫伤油膏。

(7) 遇有触电事故,首先应切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。

(8) 酸碱不慎入口,先用大量水漱口,再饮大量水稀释,酸中毒可服用氢氧化钠凝胶和鸡蛋清,碱中毒则服用醋和鸡蛋清。最后都饮牛奶,不要服催吐剂。

(9) 吸入少量氯气或溴蒸气,可用碳酸氢钠溶液漱口,然后吸入少量酒精蒸气,并到室外空气流通处休息。

(10) 中毒患者或其他伤势较重者,经初步处理后应立即送医院急救。常用急救用具有:

a. 消防器材:泡沫灭火器、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、毛毯、黄沙等。

b. 急救药箱:碘酒(3%)、红汞、紫药水、甘油、凡士林、烫伤油膏、70%酒精、3%双氧水、1%乙酸溶液、1%硼酸溶液、1%饱和碳酸氢钠溶液、绷带、纱布、药棉、棉花签、橡皮膏、医用镊子、剪刀、创可贴等。

1.2.3 实验室与绿色化学

传统的化学为人类创造了大量的物质财富,使生活质量、生活水平有了极大的提

高,但同时也造成了有史以来最严重的环境污染,当今重大的环境问题几乎都与化学品的生产有着直接或间接的关系。化学如何才能在创造财富的同时不污染环境,在提高生活质量和生活水平的同时不危害健康?环境问题的解决途径在哪里?保护环境,持续发展,这是人类社会生存与发展的唯一选择。20世纪90年代出现的化学新领域——绿色化学,就是为了从根本上防止和治理环境污染,从治标转向治本。

绿色化学的中心内容是利用化学原理,在化学品的设计、生产和应用时都能做到无污染、无毒害或极少污染和毒害。把化学知识、化学技术和化学方法应用于所有化学品和化学过程中,以做到以下几个方面:

- (1) 采用的原料是无毒、无害的。
- (2) 反应条件(包括催化剂和溶剂)也是无毒、无害的。
- (3) 反应具有高选择性,尽可能不产生副产品,最好能实现“零排放”。
- (4) 产品对人体是健康的,对环境不产生污染。

绿色化学吸收了化学、物理、信息、材料和生物科学等学科的基本知识和理论,是一门有明确社会需要和科学目标的交叉学科,是传统化学思维方式的更新和发展。它既要求从源头上消除或减少污染,又要求充分合理地利用资源和能源,既降低了生产成本,又符合经济可持续发展的要求。绿色化学是目前化学研究的热点和前沿。

实施和促进绿色化学的发展,与每个公民,特别是从事与化学有关的人员都有关系。根据绿色化学的基本原则,结合化学实验室的特点,必须做到以下几点:

- (1) 精选实验内容,尽可能不用或少用有毒、有害的原料。
- (2) 在保证实验效果的前提下,尽量减少实验试剂的用量,使实验小型化、微型化。
- (3) 实验产品既要无毒、无害,又要能循环使用。
- (4) 实验过程中产生的“三废”要分门别类的处理,实验中有危害性气体产生的要加强尾气吸收,防止其对环境的污染,对有用或贵重的成分要回收利用。
- (5) 学生必须严格按照规定做实验,如试剂的用量、实验条件的控制等。

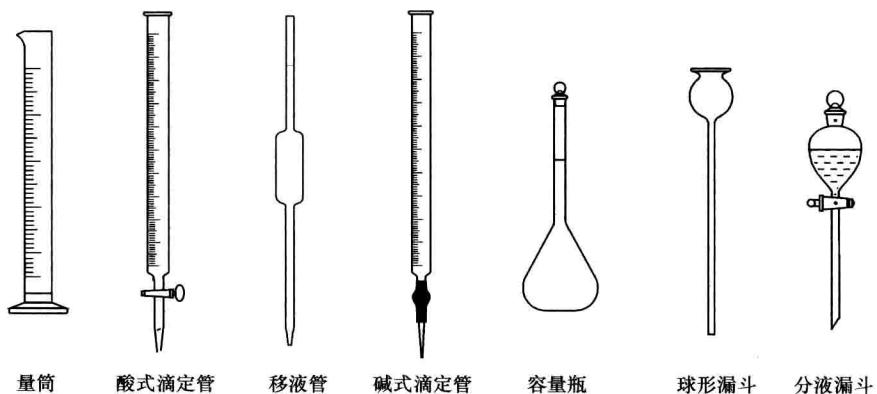
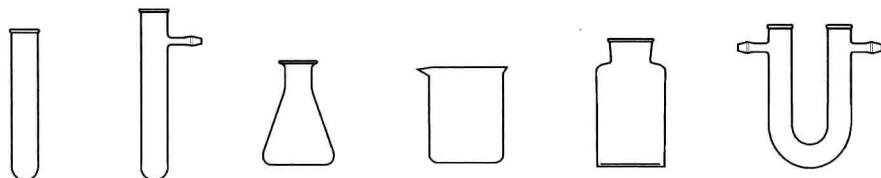
第2章 基础知识与技能

2.1 基础知识与基本操作

2.1.1 常用玻璃仪器

1. 常用玻璃仪器介绍

常用玻璃仪器如图 2-1 所示。



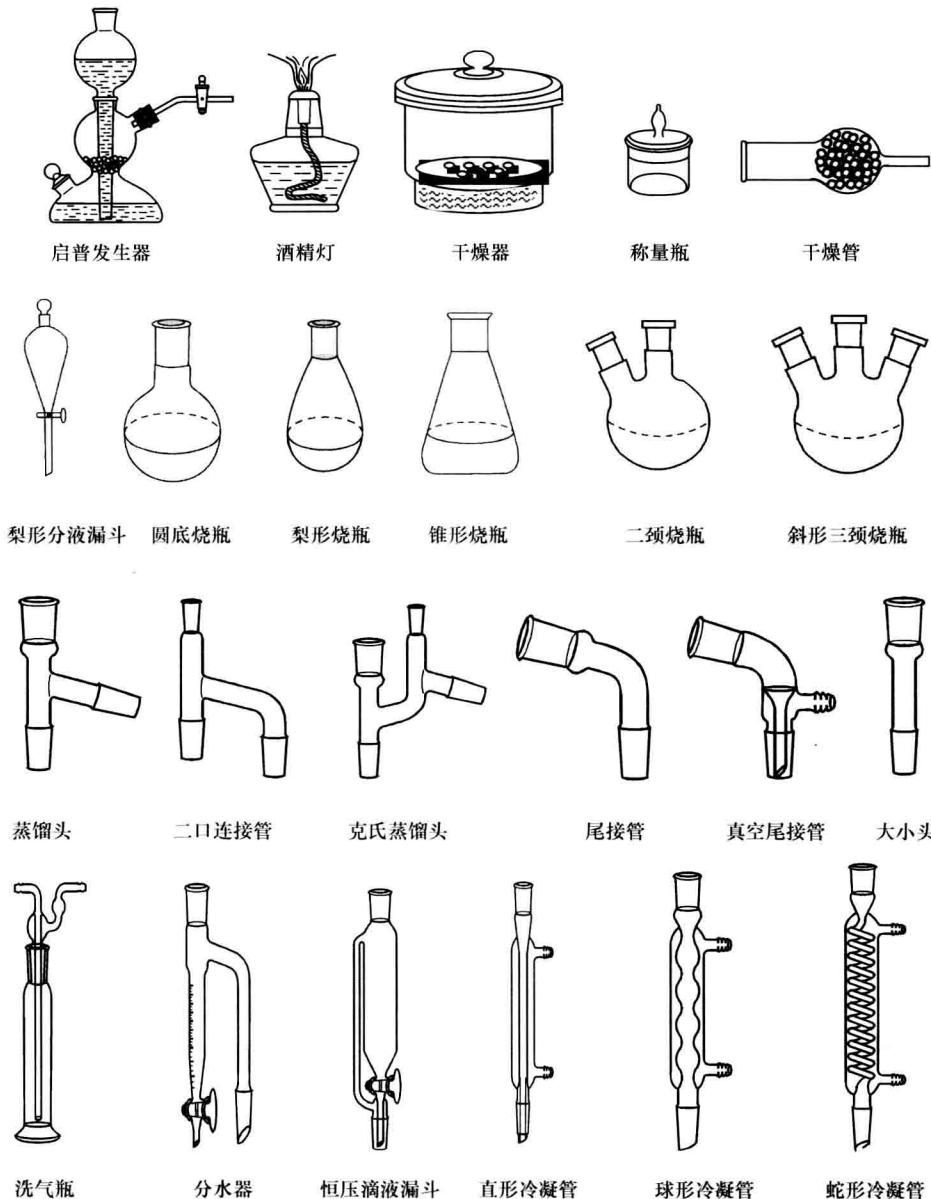


图 2-1 常用玻璃仪器

2. 容量仪器的使用

移液管、滴定管、容量瓶、量筒、微量进样器等是基础化学实验中测量溶液体积的常用量器,正确使用它们是化学基础实验的基本操作技术之一。在此,简要介绍这些容量仪器的规格和使用方法。

1) 量筒

量筒是化学实验室中常用的度量液体体积的仪器。规格有 10 mL、25 mL、50 mL、100 mL 等。实验中应根据所取溶液的体积,尽量选用能一次量取的最小规格的量筒,若分次量取会引起误差。例如,量取 85 mL 液体,应选用 100 mL 量筒。向量筒里注入液体时,应用左手拿住量筒,使量筒略倾斜,右手拿试剂瓶,使试剂瓶口紧挨量筒口,液体缓缓流入。待注入的量比所需要的量稍少时把量筒放平,改用胶头滴管滴加到所需要的量。注入液体后,等 1~2 min,使附着在内壁上的液体流下来,然后读出刻度值;否则读出的数值偏小。读取量筒的刻度时,一定要使视线与量筒内凹液面的最低处位于同一水平线上,否则会增加体积的测量误差。具体情况如图 2-2 所示。

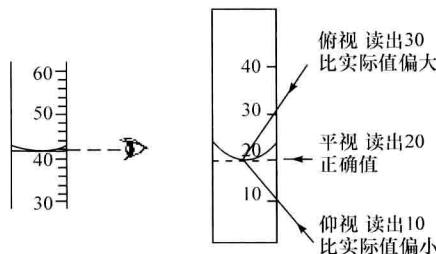


图 2-2 量筒内液体体积的正确读法

量筒上面的刻度是指温度在 20 ℃ 时的体积数。温度升高,量筒发生膨胀,容积会增大。由此可知,量筒是不能加热的,也不能用于量取过热的液体,更不能在量筒中进行化学反应或配制溶液。量筒一般只在精度要求不是很严格时使用,通常用于定性分析方面,一般不用于定量分析,因为量筒的误差较大。量筒一般不需估读,因为量筒是粗量器。

2) 移液管和吸量管

移液管是用来准确移取一定体积的溶液的量器,是一种量出式仪器,只用来测量它所放出溶液的体积。它是一根中间有一膨大部分的细长玻璃管。其下端为尖嘴状,上端管颈处刻有一条标线,是所移取的准确体积的标志。

常用的移液管有 5 mL、10 mL、25 mL 和 50 mL 等规格。通常又把具有刻度的直形玻璃管称为吸量管。常用的吸量管有 1 mL、2 mL、5 mL 和 10 mL 等规格。移液管和吸量管所移取的体积通常可准确到 0.01 mL。根据所移取溶液的体积和要求选择合适规格的移液管使用,在滴定分析中准确移取溶液一般使用移液管,反应需控制试液加入量时一般使用吸量管。

移液管的正确使用方法和步骤如下:

- (1) 检查移液管的管口和尖嘴有无破损,若有破损则不能使用。
- (2) 洗净移液管。

先用自来水淋洗后,用铬酸洗液浸泡,操作方法如下:用右手拿移液管或吸量管上端合适位置,食指靠近管上口,中指和无名指张开握住移液管外侧,大拇指在中指和无

名指中间位置握在移液管内侧,小拇指自然放松;左手拿洗耳球,持握拳式,将洗耳球握在掌中,尖口向下,握紧洗耳球,排出球内空气,将洗耳球尖口插入或紧接在移液管(吸量管)上口,注意不能漏气。慢慢松开左手手指,将洗液慢慢吸入管内,直至刻度线以上部分,移开洗耳球,迅速用右手食指堵住移液管(吸量管)上口,等待片刻后,将洗液放回原瓶。并用自来水冲洗移液管(吸量管)内、外壁至不挂水珠,再用蒸馏水洗涤三次,晾干备用。

(3) 吸取溶液。

摇匀待吸溶液,将待吸溶液倒一小部分于一洗净并干燥的小烧杯中,用滤纸将清洗过的移液管尖端内、外的水分吸干,并插入小烧杯中吸取溶液,当吸至移液管容积的1/3时,立即用右手食指按住管口,取出,横持并转动移液管,使溶液润湿全管内壁,将溶液从下端尖口处排入废液杯内。如此操作,润洗两三次后即可吸取溶液。

将用待吸液润洗过的移液管插入待吸液面下1~2 cm处,用洗耳球按上述操作方法吸取溶液(注意移液管插入溶液不能太深,并要边吸边往下插入,始终保持此深度),如图2-3(a)所示。当管内液面上升至标线以上1~2 cm处时,迅速用右手食指堵住管口(此时若溶液下落至标线以下,应重新吸取),将移液管提出待吸液面,并使管尖端接触待吸液容器内壁片刻后提起,用滤纸擦干移液管或吸量管下端黏附的少量溶液。在移动移液管或吸量管时,应将移液管或吸量管保持垂直,不能倾斜。

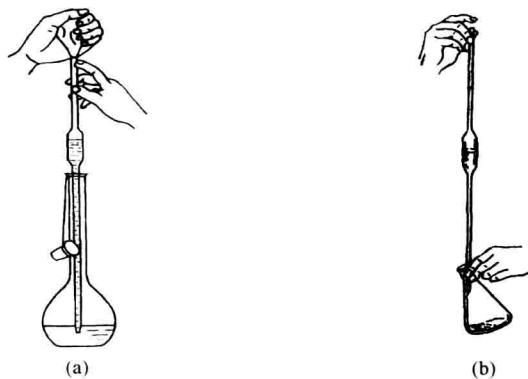


图 2-3 移液管(吸量管)的使用

(4) 调节液面。

左手另取一干净小烧杯,将移液管管尖紧靠小烧杯内壁,小烧杯保持倾斜,使移液管保持垂直,刻度线和视线保持水平(左手不能接触移液管)。稍稍松开食指(可微微转动移液管或吸量管),使管内溶液慢慢从下口流出,液面将至刻度线时,按紧右手食指,停顿片刻,再按上述方法将溶液的弯月面底线放至与标线上缘相切,立即用食指压紧管口。将尖口处紧靠烧杯内壁,向烧杯口移动少许,去掉尖口处的液滴。将移液管或吸量管小心移至承接溶液的容器中。

(5) 放出溶液。

将移液管或吸量管直立,接收器倾斜,管下端紧靠接收器内壁,放开食指,让溶液沿接收器内壁流下,管内溶液流完后,保持放液状态停留 15 s,将移液管或吸量管尖端靠接收器内壁旋转一周,移走移液管(残留在管尖内壁处的少量溶液,不可用外力强制其流出,因校准移液管或吸量管时,已考虑了尖端内壁处保留溶液的体积。管身上标有“吹”字的,可用洗耳球吹出,不允许保留)。如图 2-3(b)所示。

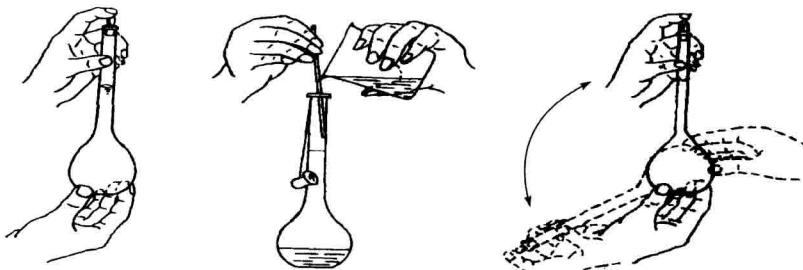
(6) 洗净移液管,放置在移液管架上。

3) 容量瓶

容量瓶是用来精确配制一定体积和一定浓度溶液的量器。它是一种细颈梨形平底瓶,由无色或棕色玻璃制成,带有磨口玻璃塞或塑料塞。颈上刻有一环形标线,是量入式量器,表示在所指温度下(一般为 20 ℃)液体凹液面与容量瓶颈部的标线相切时,溶液体积恰好与瓶上标注的体积相等。容量瓶常和移液管配合使用。通常有 25 mL、50 mL、100 mL、250 mL、500 mL、1000 mL 等规格。

容量瓶在使用前应先检查瓶塞处是否漏水。往瓶中注入 2/3 容积的水,塞好瓶塞。用手指顶住瓶塞,另一只手托住瓶底,将瓶子倒立过来停留一会儿,反复几次后,观察瓶塞周围是否有水渗出。经检查不漏水的容量瓶才能使用。

用容量瓶配制标准溶液时,先将精确称量的试样放在小烧杯中,加入少量溶剂,搅拌使其溶解(若难溶,可盖上表面皿,稍加热,但必须放冷后才能转移)。沿玻璃棒将溶液定量地转移入洗净的容量瓶中,再用溶剂润洗烧杯内壁两三次,按同样的方法转入容量瓶中。当溶液加到瓶中 2/3 处以后,将容量瓶水平方向摇转几周(勿倒转),使溶液大体混匀。然后将容量瓶平放在桌子上,慢慢加溶剂到距标线 2~3 cm,等待 1~2 min,使黏附在瓶颈内壁的溶液流下,用胶头滴管伸入瓶颈接近液面处,眼睛平视标线,加溶剂至溶液凹液面底部与标线刚好相切。立即盖好瓶塞,用手指顶住瓶塞,另一只手的手指托住瓶底,注意不要用手掌握住瓶身,以免体温使液体膨胀,影响容积的准确(对于容积小于 100 mL 的容量瓶,不必托住瓶底)。随后将容量瓶倒转,使气泡上升到顶,此时可将容量瓶振荡数次,再倒转过来,仍使气泡上升到顶。如此反复 10 次以上,才能混合均匀。容量瓶的使用如图 2-4 所示。



(a) 容量瓶的拿法

(b) 溶液转入容量瓶

(c) 振荡容量瓶

图 2-4 容量瓶的使用