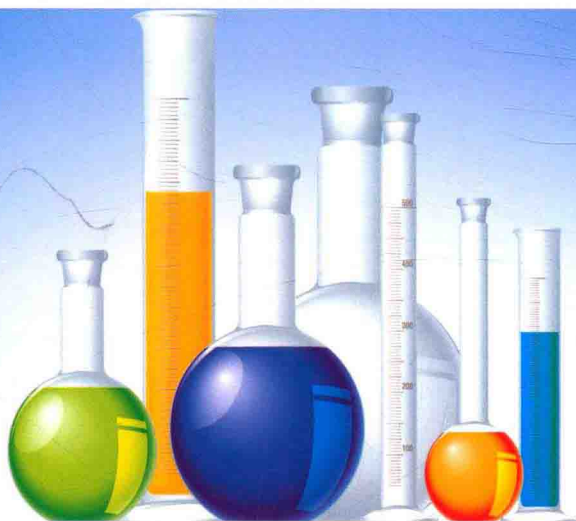




普通高等教育“十三五”规划教材
大学化学实验

分析化学实验 (第2版)

沈霞 徐引娟 主编 方建慧 审校



中国石化出版社

[HTTP://WWW.SINOPEC-PRESS.COM](http://www.sinopec-press.com)

普通高等教育“十三五”规划教材

分析化学实验

(第2版)

沈霞 徐引娟 主编

方建慧 审校

中国石化出版社

内 容 提 要

《分析化学实验》教材是在原有实验讲义基础上,根据分析化学的不断发展和对学生实验综合能力的要求,进行了较大的修改、充实后编写而成的。在实验项目的编排上,改变了以往单一传授技能训练的模式,采用由浅入深,循序渐进,逐步提高的方法,让学生有充分思考、开拓和创新的余地。本书的实验内容分为6章:第1章到第5章是基础实验,重点关注学生规范的实验操作基本技能的训练;第6章是综合性实验,通过对复杂样品的处理和综合测定,加深对分析化学理论的综合理解,培养学生解决实际问题的能力;第7章是设计性实验,注重培养学生独立思考 and 综合分析、解决问题的能力。

本书可作为大学化学、应用化学、材料化学、环境科学、地质等专业的分析化学实验教材,也可供高等师范院校和工科院校有关专业师生参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验 / 沈霞,徐引娟主编. —2版. —北京:中国石化出版社,2018.8
普通高等教育“十三五”规划教材
ISBN 978-7-5114-4959-7

I. ①分… II. ①沈… ②徐… III. ①分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2018)第 155460 号

未经本社书面授权,本书任何部分不得被复制、抄袭,或者以任何形式或任何方式传播。版权所有,侵权必究。

中国石化出版社出版发行

地址:北京市朝阳区吉市口路9号

邮编:100020 电话:(010)59964500

发行部电话:(010)59964526

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail:press@sinopec.com

北京富泰印刷有限责任公司印刷

全国各地新华书店经销

*

787×1092 毫米 16 开本 7.25 印张 170 千字

2018 年 8 月第 1 版 2018 年 8 月第 1 次印刷

定价:28.00 元

前 言

分析化学实验是分析化学课程教学中的重要环节，也是一门建立准确“量”的概念的基础课程，在培养学生基本实验技能、实践能力、科学素质以及增强学生的创新意识等方面都起着重要作用。因此，加强分析化学实验教学已成为全面提高学生素质的重要途径之一。本教材是在原有实验讲义基础上，根据分析化学的不断发展和对学生实验综合能力的要求，进行了较大的修改、充实后编写而成的。在实验项目的编排上，改变了以往单一传授技能训练的模式，采用由浅入深、循序渐进、逐步提高的方法，让学生有充分思考、开拓和创新的余地。在教材撰写中，尽量做到实验原理阐述清晰、实验步骤和注意事项叙述详细，使学生能达到一定的预习效果，并在实验过程中有切实有效的体会。

本书的实验内容分为6章：第1章到第5章是基础实验，重点关注学生规范的实验操作基本技能的训练；第6章是综合性实验，通过对复杂样品的处理和综合测定，加深对分析化学理论的综合理解，培养学生解决实际问题的能力；第7章是设计性实验，注重培养学生独立思考和综合分析、解决问题的能力。

总之，通过本课程学习，希望学生能够牢固地树立“量”的概念，掌握必备的分析化学实验技能和方法，学会科学的思维方法，具备一定的开拓创新的能力和好的实验素质及严谨的科学态度，为后继课程的学习和今后从事科研和生产工作打下良好的基础。

在本教材的编写过程中，得到了教研室其他同事的大力帮助和支持，在此表示由衷的感谢。

由于编者的水平及教学经验有限，书中难免不妥之处，恳请读者提出批评和建议。

编 者

于上海大学理学院化学系

目 录

分析化学实验课的目的和要求	(1)
实验室安全规则	(3)
第 1 章 定量分析基本知识和基本操作	(4)
1.1 天平与称量	(4)
1.2 滴定分析仪器和基本操作	(6)
1.3 重量分析基本操作	(15)
1.4 天平称量练习	(20)
1.5 滴定管的校准	(22)
1.6 容量瓶和移液管的相对校准	(23)
第 2 章 酸碱滴定	(25)
2.1 酸碱体积比的测定	(25)
2.2 盐酸和氢氧化钠标准溶液的浓度标定	(27)
2.3 食用醋中酸含量的测定	(30)
2.4 铵盐中含氮量的测定——甲醛法	(32)
2.5 硼酸含量的测定	(33)
2.6 果品中总酸度的测定	(35)
2.7 工业碱中 NaOH 和 Na_2CO_3 含量的测定——双指示剂法	(37)
第 3 章 络合滴定	(40)
3.1 EDTA 标准溶液的配制和标定	(40)
3.2 自来水总硬度的测定	(42)
3.3 铅铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续测定	(44)
3.4 白云石中钙、镁含量的测定	(46)
第 4 章 氧化还原滴定	(49)
4.1 铁矿中全铁含量的测定——无汞法	(49)
4.2 KMnO_4 标准溶液的配制和标定	(51)
4.3 KMnO_4 法测定石灰石中钙的含量	(53)
4.4 水中化学耗氧量的测定	(56)
4.5 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制和标定	(59)
4.6 铜合金中铜含量的测定	(61)
4.7 三氯化铬的含量测定	(63)

第5章 重量分析法	(66)
5.1 氯化钡中钡含量的测定	(66)
5.2 镍盐中镍含量的测定	(68)
第6章 综合性实验	(71)
6.1 HCl 和 NH_4Cl 混合溶液中各组分含量的测定	(71)
6.2 HCl 和 H_3BO_3 混合溶液中各组分含量的测定	(72)
6.3 食品中蛋白质含量测定(甲醛法)	(74)
6.4 HCl- FeCl_3 样品中各含量的测定	(76)
6.5 Fe^{3+} 、 Al^{3+} 混合液的连续测定	(79)
6.6 络合滴定法测定铜合金中铜和锌的含量	(81)
6.7 蛋壳中 Ca、Mg 总量的测定	(83)
方法 I 酸碱滴定法测定蛋壳中 CaO 的含量	(83)
方法 II 络合滴定法测定蛋壳中 Ca、Mg 总量	(84)
方法 III 高锰酸钾法测定蛋壳中 CaO 的含量	(86)
6.8 食品中亚硝酸盐光度法测定	(86)
6.9 水泥熟料全分析	(89)
第7章 设计性实验	(95)
附录1 部分元素的相对原子质量表	(96)
附录2 常见化合物的相对分子质量	(97)
附录3 化学试剂等级对照	(99)
附录4 常用弱酸在水中的离解常数	(100)
附录5 常用基准物质	(101)
附录6 常用酸碱指示剂	(102)
附录7 常用酸碱混合指示剂	(103)
附录8 常用金属指示剂	(104)
附录9 常用氧化还原法指示剂	(105)
附录10 常用缓冲溶液的配制	(106)
参考文献	(107)

分析化学实验课的目的和要求

一、实验目的

1. 正确和熟练掌握分析化学实验的基本操作和实验技能;
2. 掌握滴定分析、重量分析和分离分析的方法及技术,重点是滴定分析;
3. 建立准确“量”的概念,学会正确进行数据处理和误差分析;
4. 加深对分析化学基本理论的理解和运用,具有设计分析方案的初步能力;
5. 培养学生严谨、求实的科学态度,认真、细致和整洁的工作作风,使学生具有从事科学实验的素质。

二、实验要求

分析化学实验课是培养学生掌握分析化学基础理论知识和基本操作技能,养成认真、求实、严谨的科学态度,提高观察、分析和解决问题能力的重要教学环节。为达到这个目的,本课程的实验课有以下几点要求:

1. 做好实验前预习。学生首先要在实验前阅读有关实验教材,了解实验的目的、原理、实验方法和操作的主要步骤及注意事项,并对所用的试剂和反应生成物的性能做到心中有数,对所用仪器设备的操作有基本了解,并写好实验预习报告。预习报告不要照抄讲义,要求写明实验原理、步骤(示意式),以便能及时、正确地解决实验时所要解决的问题。

2. 在实验过程中,应规范操作、仔细观察、积极思考。运用所学理论解释实验现象,研究实验中的一些问题。不能只是“照方配药”,要随时把必要的数据和现象如实、正确地记录在预习报告本上。数据记录不能随意修改,实验结束后,原始数据必须由老师当场签字。

3. 实验结束后,值日生要按照要求做好实验室及天平室的卫生。

4. 自觉遵守实验室规则,保持实验室整洁、安静,对仪器要安置有序,任何时候都要注意节约和安全。

5. 按照要求,及时写出实验报告。

实验报告格式要规范,主要包括以下几个内容:

- (1) 实验目的;
- (2) 实验原理(包括简单的文字叙述、反应方程式和计算公式);
- (3) 实验步骤;
- (4) 数据处理表格;
- (5) 讨论。

注意事项

1. 准时进入实验室交上预习报告。实验室柜子钥匙由学生自己保管,每次进实验室必须带好钥匙。钥匙一旦遗失,要及时配上。

2. 认真听讲解,并仔细观察教师的示范操作,掌握操作要领,不理解的地方及时请教

老师。

3. 实验数据及时让老师签字认可，不得随意篡改数据，一经发现，本次实验即以零分计入总分。
4. 实验过程中遇到仪器损坏或丢失，要及时赔偿补上。
5. 实验室、天平室不得大声喧哗，做实验时不得随意串位。
6. 注意安全操作，节约使用化学试剂和其他实验用品，节约用水。
7. 实验时，保持实验桌面干净整洁，水池不污染。
8. 不无故缺席，有事请假须出示正规的请假条。
9. 学期结束，即将仪器清点，并将柜子钥匙交还老师。

实验安全规则

分析化学实验中，经常使用有腐蚀性、易燃、易爆或有毒的化学试剂，为确保实验的正常进行和人身安全，必须自觉遵守实验的操作规则和实验室的安全规则：

1. 实验室内严禁饮食、吸烟、随意点火，一切药品禁止入口，实验完毕后须洗手，水、电、煤气、灯、电炉用完后应立即关闭，离开实验室时应仔细检查。

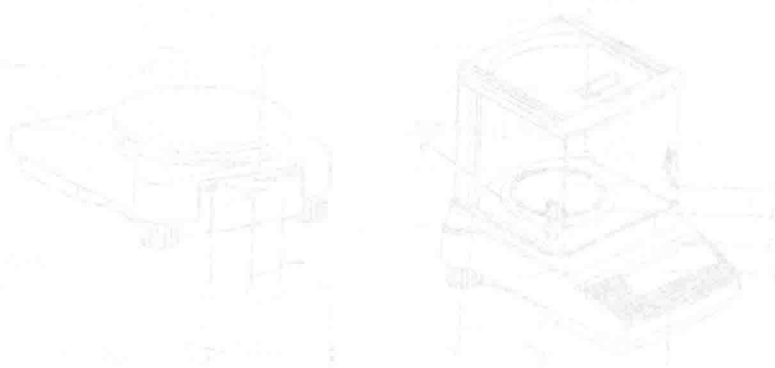
2. 易燃、易爆、易释放有毒物质的实验，必须严格按照实验操作规则进行操作，不得违反。

3. 使用浓 HNO_3 、浓 HCl 、浓 H_2SO_4 、氨水时，均应在通风橱中操作，绝不允许在实验室加热。

4. 使用丙酮、甲醛、乙醇等有机溶剂时，一定要远离火焰和热源。使用后用瓶塞塞严，放阴凉处保存。

5. 浓酸、浓碱切不可溅到皮肤上，如不小心溅到皮肤和眼内，应立即用水冲洗，然后用 5% NaHCO_3 溶液(强酸腐蚀)，或用 5% 硼酸溶液(强碱腐蚀)冲洗，最后再用水冲洗。

6. 保持实验室内整洁、干净，保持水槽清洁，禁止将杂物、碎片等物扔入水槽内，以免造成下水道堵塞。废酸、碱等切勿倒入水槽内，以免腐蚀下水管。 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液必须倒入废液缸内，以免造成水质污染。



第 1 章 定量分析基本知识和基本操作

1.1 天平与称量

天平是进行化学实验不可缺少的重要称量仪器，由于对质量准确度的要求不同，需要使用不同类型的天平进行称量。常用的天平种类很多，如托盘天平、普通天平、电光天平、单盘分析天平等。现在的实验室通常采用不同精度的电子天平称量。

一、电子分析天平工作原理

用现代电子控制技术进行称量的天平称为电子天平。其称量原理是电磁力平衡原理。通过传感器检测位移信号，以数字方式显示被称物的质量。当把通电导线放在磁场中，导线将产生磁力，当磁场强度不变时，力的大小与流过线圈的电流强度成正比。如物体的重力方向向下，电磁力方向向上，二者相平衡，则通过导线的电流与被称物体的质量成正比。

电子天平采用弹性簧片为支承点，无机机械天平的玛瑙刀口，采用数字显示代替指针显示。具有性能稳定，灵敏度高，操作方便快捷(放上被称物后，几秒内即能读数)，精度高等优点。电子天平还有自动调零、自动校准砝码以及去皮等多种功能，并可与电子计算机或打印机等配套使用，图 1.1 为 METTLER TOLEDO(梅特勒-托利多)生产的电子天平。

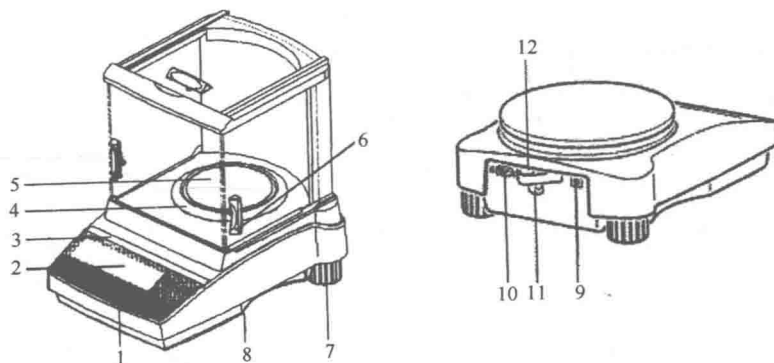


图 1.1 B-N 系列天平

- 1—操作键；2—显示屏；3—具有以下参数的型号标牌“Max”：最大称量，“d”：可读性；
4—防风圈；5—称盘；6—风罩侧开门(左右)；7—水平调节脚；
8—用于下挂称量方式的称钩(在天平底面)；9—交流电源适配器插座；
10—RS232C 接口；11—防盗锁连接环；12—水平泡

二、AB104-N 型电子天平主要技术指标

称量范围：0~100g

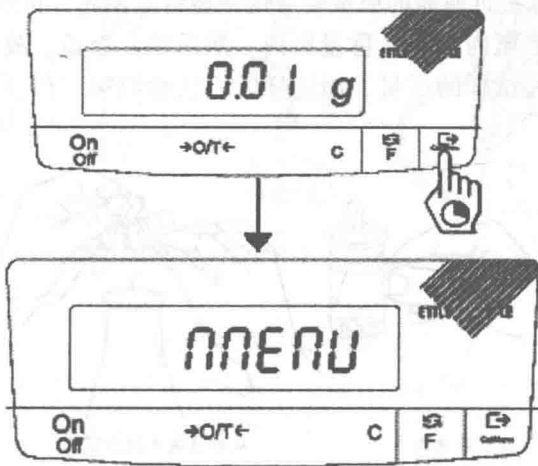
读数精度：0.1mg

皮重称量范围(减)：0~100g

重复性(S): 0.0001g
再现性(标准偏差): ±0.0002g
稳定时间: ≤4s
校准砝码: 100g
开机预热时间: 30min

三、电子天平的操作

- 1. 在使用前观察水平仪。如水平仪水泡偏移，需调整水平调节脚，使水泡位于水平仪中心。
- 2. 称量工作方式：



称量工作方式的操作键功能	
单击键 	按键并保持不放 
On • 开机	Off • 关机(待机状态)
→ O/T ← • 清零/去皮	
C • 删除功能	
 • 单位转换	F • 激活计件功能
 • 通过接口传输称量数据(如果配置适合)	Cal/Menu • 调校(校准) • 显示菜单(按键不放,直到 MENU 字样出现)

四、分析天平的称量方法

以 AB104-N 型电子天平为例简述称量方法。

1. 固定质量称量法

此法用于称取某一固定质量的试剂。要求被称物在空气中稳定、不吸潮、不吸湿，试样为粉末状、丝状或片状，如金属、矿石等。例如指定称取 0.5000g 某铁矿试样，按称量工作方式操作，显示称量模式后，将一洁净的表面皿轻放在称盘中，显示质量数后轻按 →O/T← 键，出现全零状态。表面皿值已去除，即去皮重，然后用药匙取样轻轻振动，使之慢慢落在表面皿中间，至显示数值为 0.5000g 即可。

2. 直接称量法

此法用于直接称量物体的质量，如容量器皿校正中称量锥形瓶的质量、干燥小烧杯质量，重量分析法中称量瓷坩埚等的质量。例如称取一小烧杯的质量时，轻按 $\rightarrow O/T \leftarrow$ 键，出现全零状态，将小烧杯轻放在称盘中间，显示的数值即为烧杯的质量，记录数据。

3. 递减(差减)称量法

此法用于称量一定质量范围的试样。其样品主要针对易吸潮、易氧化或易与 CO_2 反应的物质。例如称取某一样品，从干燥器中取出称量瓶(注意不要让手指直接接触称量瓶及瓶盖)，用干净小纸片夹住瓶盖，打开瓶盖，用药匙加入适量样品(约共取 5 份样品称量)，盖上瓶盖，用干净纸条套在称量瓶上，轻放在已进入称量模式的称盘上。称得质量为 W_1 ，然后取出称量瓶，放在锥形瓶上方，将称量瓶倾斜，用瓶盖轻轻敲瓶口上部，使试样慢慢落入锥形瓶中，当倾出的试样接近所需的质量时，慢慢地将瓶抬起，再用瓶盖轻敲瓶口上部，使粘在瓶口的试样落入锥形瓶内或掉入称量瓶内，然后盖上瓶盖，放回称盘中，称得质量为 W_2 ，两次质量之差，就是试样的质量。用同样的方法称取第二份、第三份试样。其操作如图 1.2 所示。



图 1.2 称量瓶使用示意图

1.2 滴定分析仪器和基本操作

滴定分析中准确测量溶液体积的器皿是滴定管、移液管和容量瓶三种。滴定管、移液管是测量“放出”溶液的体积，容量瓶是测量“容纳”溶液的体积。这些测量仪器不仅在化学分析中使用，在仪器分析、其他分析工作中也经常使用。

体积测量的误差是滴定分析误差的主要来源，一般情况下体积测量误差比称量误差大。因此，为了获得准确的分析结果，必须准确地测量溶液的体积。减少溶液体积的测量误差，一方面取决于所用容量器皿面积的准确度；另一方面，更重要的是能否正确地准备和使用这些容量器皿。下面分别介绍这些器皿的性能、规格和使用。

一、滴定管

1. 滴定管的种类

滴定管是滴定时可准确测量滴定剂体积的玻璃量器。它的主要部分管身用细长且内径均匀的玻璃管制成，上面刻有均匀的分度线，线宽不超过 0.3mm。下端的流液口为一尖嘴，中间通过玻璃旋塞或乳胶管(配有玻璃珠)连接以控制滴定速度。滴定管按其容积的不同可分为常量、半微量和微量滴定管。按构造的不同又可分为普通滴定管和自动滴定管。

常量滴定管中常用的是 50mL 和 25mL 的滴定管，分度值为 0.1mL，读数可估读到 0.01mL，在化学分析中使用的主要是这类滴定管。容积为 10mL，分刻度值为 0.05mL 的滴定管是半微量滴定管。容积为 1~5mL，分度值为 0.005 或 0.01mL 的滴定管为微量滴定管 [图 1.3(c)]，它们都是测量小量体积时用的滴定管。

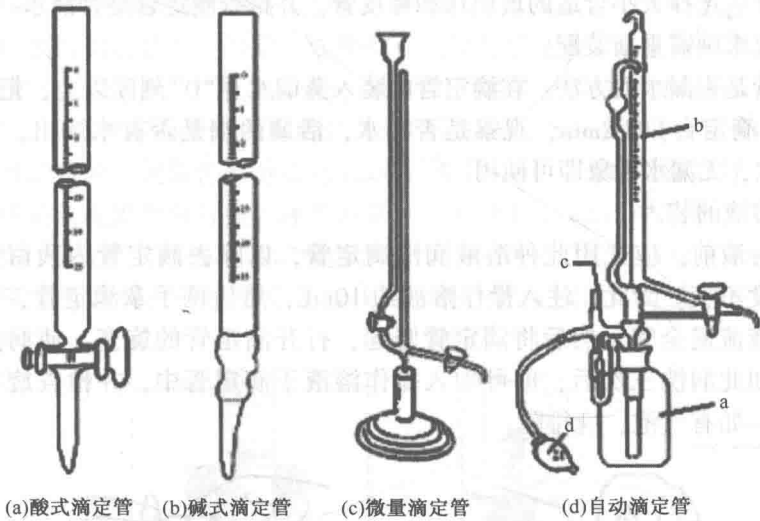


图 1.3 滴定管

自动滴定管与上述普通滴定管的不同是装溶液和调节零刻度半自动化。如图 1.3(d) 所示：储液瓶 a 用于储存标准溶液，量管 b 以磨口接头，与储液瓶连接，使用时，用打气球 d 打气将液体通过玻璃管，压入量管。玻璃管末端是一毛细管，它准确位于量管的标准线上。当溶液压入量管略高于标准线时，用手按通气口 c，使压力降低，此时溶液即自动被吸到储液瓶中，使量管中液面恰好位于零线上。自动滴定管使用方便，但构造比较复杂，洗涤不如普通滴定管简便，适用于经常使用同一标准溶液的日常工作。

化学分析中所用的常量滴定管一般分为两种，一种是下端带有玻璃塞的酸式滴定管 [图 1.3(a)]，用来盛放酸性溶液或氧化性溶液；另一种是碱式滴定管 [图 1.3(b)]，用来盛放碱性溶液或还原性溶液，它的下端连接一软橡皮管，内放一玻璃珠，以控制溶液的流速，橡皮管的下端再连一尖嘴玻璃管。

滴定管的容量精度分为 A 级、B 级。通常以喷、印的方法在滴定管上制出耐久性标志，如制造厂商标、标准温度(20℃)、量出式符号(E_x)、精度级别(A 或 B)和标称总容量(mL)等。

酸式滴定管不能盛放碱性溶液，因磨口玻璃塞会被碱性溶液腐蚀，放置久了会粘住；而碱式滴定管也不能盛放氧化性的溶液，如 KMnO_4 、 I_2 等，以免与橡皮管作用。

2. 滴定管的准备

(1) 滴定管的洗涤

无明显油污的滴定管，可直接用自来水冲洗，若有油污，可先用铬酸洗液或 30%~40% 的氢氧化钠酒精溶液洗涤(装洗液于管中，放置 10min)，然后用自来水冲洗干净，再用蒸馏水润洗三次(每次 10~15mL)直至滴定管的内壁完全被水均匀润湿不挂水珠才为洗净。碱式滴定管的洗涤方法同上，但要注意铬酸洗液等不能接触橡皮管。

(2) 旋塞涂油

酸式滴定管使用前应检查旋塞转动是否灵活，如不合要求，则取下旋塞。用吸水纸擦干

旋塞的旋塞槽[图 1.4(a)], 用手粘少量凡士林在旋塞的两头[图 1.4(b)]涂上薄薄的一层, 但在旋塞孔的近旁不要涂凡士林, 以免堵塞旋塞孔, 如图 1.4(c)所示再把旋塞插入塞槽内, 向同一方向转动旋塞[图 1.4(d)], 观察旋塞和旋塞槽接触的地方是否都是透明状态, 转动是否灵活, 并检查是否漏水, 如不合要求则需要重新涂油。

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, 液滴是否灵活控制, 如不合要求则需重新装配。

检查滴定管是否漏水的方法: 在滴定管内装入蒸馏水至“0”刻度以上, 把滴定管垂直夹在滴定管架上(滴定台)约 2min, 观察是否漏水, 活塞两端是否有水渗出, 然后将旋塞转 180°, 观察一次, 无漏水现象即可使用。

(3) 操作溶液的装入

加入操作溶液前, 应先用此种溶液润洗滴定管, 以除去滴定管内残留的水分, 确保操作溶液的浓度不变。为此, 注入操作溶液约 10mL, 然后两手拿滴定管, 慢慢倾斜并同时转动, 使溶液流遍全管。然后将滴定管竖起, 打开滴定管的旋塞, 使润洗液从出口管的下端流出, 如此润洗三次后, 即可加入操作溶液于滴定管中, 并检查旋塞附近或橡皮管内有无气泡, 如有气泡, 应排除。

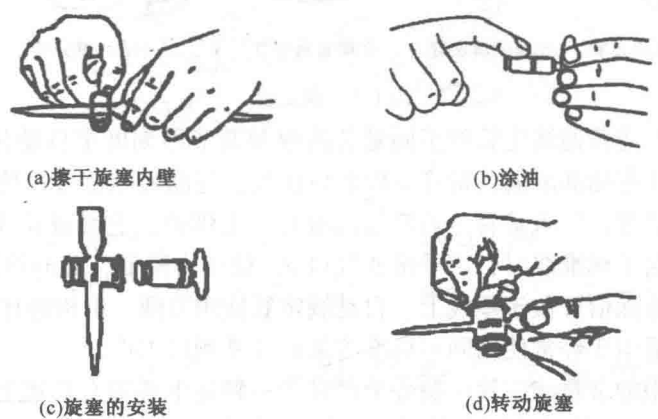


图 1.4 旋塞涂油

滴定管中气泡排除方法: 酸式滴定管可快速转动旋塞使溶液冲出, 将气泡带走, 或将滴定管尽量平放, 然后放出液体使气泡随之冲出; 碱式滴定管可将橡皮管向上弯曲, 并用力捏挤玻璃珠旁橡皮管并产生一缝隙, 使溶液从尖嘴处喷出, 即可排除气泡, 如图 1.5。排除气泡后, 加入操作溶液, 使之在“0”刻度上, 再调节液面在 0.00mL 刻度处备用, 如液面不在 0.00mL 时, 则应记下初读数。

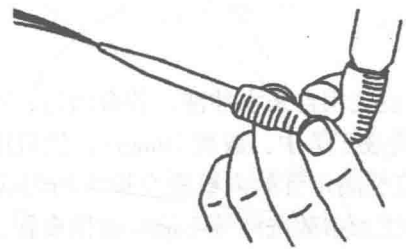


图 1.5 碱式滴定管除气方法

3. 滴定管的读数

滴定管应垂直地夹在滴定管台上，由于滴定管读数不准确所引起的误差，常是滴定分析误差的主要来源之一。因此为了准确读数，必须遵守下列规则：

① 读数时应将滴定管垂直，注入溶液或放出溶液后，需等待 1~2min 才能读数。

② 由于附着力和内聚力的作用，滴定管的液面呈弯月形。对于无色溶液或浅色溶液，应读弯月面下缘实线的最低点。为此，读数时视线应与弯月面下缘实线的最低点相切，即视线与弯月面下缘实线最低点在同一水平上。为了便于观察和读数，可在滴定管后衬一张“读数卡”，此卡可用黑纸或涂有黑色颜料的长方形(约 3cm×1.5cm)的纸板制成。读数时，把读数卡放在滴定管的背后，使黑色部分在弯月面下约 1cm 处，此时可看到弯月面的反射层全部成为黑色，然后读此黑色弯月面下缘的最低点，如图 1.6(a)；对于有色溶液，如 KMnO_4 、 I_2 溶液等，读数时视线应与液面两侧的最高点相切。若滴定管的背后有一条蓝线或带，无色溶液就形成了两个弯月面，并且相交于蓝线的中线上，读数时读此交点的刻度，如图 1.6(b)。

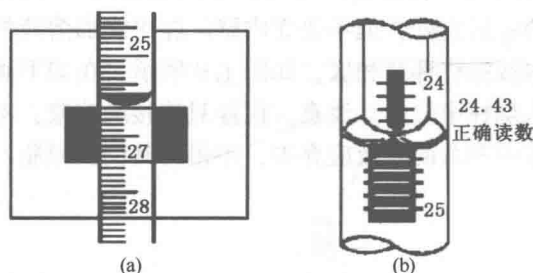


图 1.6 滴定管读数

③ 滴定时，最好每次都从 0.00mL 开始(或从接近“0”的任何一刻度开始)，这样滴定时所消耗的体积可由终数值直接得出，并且在重复测定时，都使用同一段滴定管，可以减少体积误差。

④ 读数应读到小数点后第二位，即准确到 0.01mL。初读数和终读数均应立即写在记录本上。

4. 滴定操作

滴定一般在锥形瓶中进行，必要时也可在烧杯中进行。注意调节滴定管的高度，使滴定管的下端伸入提起的锥形瓶口内 1cm 左右。滴定的姿势如图 1.7 所示。用左手控制滴定管的旋塞，小指和无名指在酸式滴定管的旋塞左下方，大拇指、食指和中指在旋塞右边，大拇指在前，食指和中指在后，手指略微弯曲，稍微用力，五个手指控制住旋塞，轻轻向里扣住旋转，手心不要顶住活塞小头一端，以免使旋塞松动，使溶液溅漏。右手握住锥形瓶，边滴边摇动，向同一方向作圆周旋转，而不能前后振动，否则会溅出溶液。滴定速度一般为 10mL/min，即 3~4 滴/s，临近滴定终点时，应一滴或半滴地加入，并用洗瓶吹入少量水洗锥形瓶内壁，使溅起的溶液淋下，充分作用完全，继续滴定直至准确到达终点为止。为了在滴定时能控制溶液放出的量，除了旋塞应转动灵活之外，必须熟练掌握旋塞转动方法，并做到：①滴下一滴溶液即能关闭活塞；②使半滴溶液悬在滴定管尖上而不掉下。

使用碱式滴定管时，左手拇指在前，食指在后，捏住橡皮管中的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，见图 1.8 所示。但注意不能捏挤玻璃珠下方的橡皮管，否则，在放开手时会有空气进入而形成气泡。



图 1.7 滴定操作

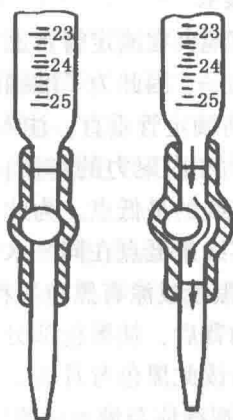


图 1.8 碱式滴定管滴定操作

在烧杯中滴定时，也应调节滴定管的高度，使滴定管的下端伸入烧杯内 1cm 左右。滴定管下端应在烧杯中心的左后方处，但不要靠内壁。左手滴加溶液的同时，右手持搅棒在右前方作圆周搅动，但不得接触烧杯壁和底，如图 1.9 所示。在加半滴溶液时，用搅棒下端承接悬挂的半滴溶液，放入烧杯中混匀。注意，搅拌只能接触溶液，不要接触滴定管尖。

滴定结束后，滴定管中剩余的溶液应弃去，不得将其倒回原瓶，随即洗净滴定管，并用蒸馏水充满全管，备用。

二、容量瓶

容量瓶是一种细颈梨形的平底玻璃瓶，带有玻璃磨口塞或塑料塞，如图 1.10 所示。颈上有一环形标线，表示在所标温度下(一般为 20°C)，当溶液充满到弯月面与标线相切时，瓶内容纳的溶液体积，恰好与瓶上所标示的体积相等(如瓶上标有“ $\text{E}20^{\circ}\text{C}250\text{mL}$ ”字样，“E”指容纳意思)。

容量瓶用于配制标准溶液或稀释溶液，有 5mL、10mL、25mL、100mL、250mL、500mL、1000mL 和 2000mL 等各种规格。



图 1.9 在烧杯中滴定

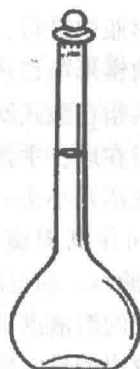


图 1.10 容量瓶

1. 容量瓶的准备

容量瓶使用前应检查是否漏水。检查的方法如下：注入自来水至标线附近，盖好瓶塞，用拇指和中指捏住容量瓶的瓶颈处，食指抵住瓶塞，并用另一只手托住瓶底，将瓶倒立观察

周围是否有水渗出,如不漏水则可使用。容量瓶应洗涤干净,洗涤方法原则与洗涤滴定管相同,洗涤的容量瓶内壁应为蒸馏水均匀润湿,不挂水珠,否则要重洗。

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,应先将固体物质在烧杯中溶解后,再把溶液转移入容量瓶中,操作见图 1.11,然后用蒸馏水洗涤烧杯 4~5 次,洗涤液一起转入容量瓶中,当溶液盛至容积约 3/4 时应将容量瓶水平摇动使初步混匀(不可倒转),然后稀释至刻度(观察刻度时,眼睛的视线应与标线的最低点相切)。盖好瓶塞,并用另一只手握住容量瓶底部。将容量瓶倒转并摇动容量瓶,待气泡上升至顶部时,再倒转摇动,如此反复多次,使溶液充分混匀,见图 1.12。热溶液应冷却至室温后,才能注入容量瓶中,否则会造成体积误差。

三、移液管和吸量管

移液管(吸管)用于准确移取一定体积的溶液,通常有两种形状,一种移液管是一根细长而中间有一膨大部分(称为球部)的玻璃管,也称胖度移液管(胖度吸管),在管的上端有一环形标线,球部有它的容积和标定时的温度,常用的移液管有 5mL、10mL、25mL、50mL 和 100mL 等几种。另一种是直形的,管上有刻度,称为吸量管(刻度吸管)。常用的有 1mL、2mL、5mL、10mL 等几种,如图 1.13 所示。

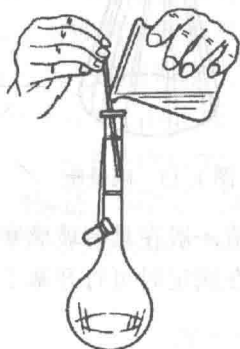


图 1.11 转移溶液操作



图 1.12 混匀操作



图 1.13 移液管及吸量管

1. 洗涤

移液管和吸量管一般采用洗耳球吸取铬酸洗液或氢氧化钠酒精溶液洗涤,也可放在高型玻璃筒或量筒内用洗液浸泡,取出沥尽后,用自来水冲洗,再用蒸馏水洗干净。

2. 操作方法

移取溶液时,移液管和吸量管在使用前要洗涤干净,用滤纸将管尖端内外水吸尽,然后用待移取的溶液润洗 2~3 次,以确保所移取溶液浓度不变。移取溶液时,用右手大拇指和中指拿住管颈标线上方,把管子下端的尖端插入溶液中 1~2cm,不要伸入太深,以免管口外壁沾附溶液过多;也不要伸入太浅,以免液面下降后吸入空气。左手拿洗耳球把球内空气压出,然后将球的尖端紧按住移液管管口,慢慢松开左手指使溶液吸入管内,如图 1.14 (a)所示。当液面升高到刻度以上时,移去洗耳球,立即用右手的食指堵住管口,大拇指和中指拿住移液管标线上方,将移液管离开液面,管的末端仍靠在盛液器皿的内壁上,略为放