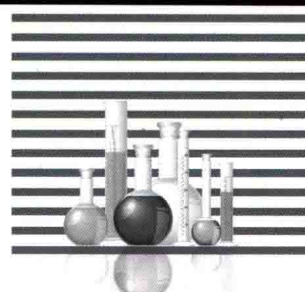




高等学校“十三五”规划教材



分析化学实验

FENXI HUAXUE SHIYAN

李志富 主 编



化学工业出版社

高等学校“十三五”规划教材

分析化学实验

李志富 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

《分析化学实验》共七章,包含了20个方法类别的73个基本实验和综合实验、10个设计实验,涵盖了化学分析和仪器分析两个方面的内容。为适应计算机技术的发展,书中对Excel和Origin在实验数据处理中的使用方法作了介绍。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,每种分析方法尽可能多对应几个实验项目,以满足各院校的实际需要。

本教材可作为综合性大学、师范院校、工、农、医等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

分析化学实验/李志富主编. —北京:化学工业出版社, 2017.3
高等学校“十三五”规划教材
ISBN 978-7-122-28770-0

I. ①分… II. ①李… 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(2016)第319364号

责任编辑:宋林青

文字编辑:刘志茹

责任校对:王素芹

装帧设计:史利平

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)

印刷:北京云浩印刷有限责任公司

装订:三河市瞰发装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张15½ 字数380千字 2017年3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:29.80元

版权所有 违者必究

前言

FOREWORD

分析化学实验是化学、化工、生命科学、环境科学与工程、医药学、食品、材料、农业、地质等专业的主要基础技能课程之一,是分析化学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分析化学素养的重要途径之一。而分析化学实验教材是做好分析化学实验教学的重要依据。

本书编写的宗旨是: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,适应学生个性化发展。

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”;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,兼顾各专业的特点和需要。

在实验内容安排上,力求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,使学生未上理论课也可以顺利进行实验,利于学生选课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,实验技术包括酸碱滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法、银量滴定法、紫外-可见分光光度法、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、热分析法及毛细管电泳分析法。

本教材共分为七章,第一章介绍分析化学实验基本知识,以后各章介绍分析化学实验内容,共包括 20 个方法类别的 73 个基本实验和综合实验及 10 个设计实验。同时还介绍了 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,对基本实验每实验安排 3~4 学时、综合实验每实验安排 4~6 学时、设计实验每实验安排 8~10 学时。

在实验形式上,由于不同学校在校学生人数、实验总课时、实验室设备和仪器套数都不一样,因此,分析化学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。

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

在编写本教材时,参考了相关教材和讲义,并征询了有关高校从事分析化学教学工作老师们的意见。本书编写组成员都是多年来一直从事分析化学实验教学和科研工作的老师,具有丰富的教学 and 实践经验,撰写内容汇集了编者们的宝贵实践积累,实用和可操作性强,

为完成本书的编写大家共同付出了很多的精力和心血。

参加本书编写的人员有丁静、李志文、任少红、王仁亮、王晓鹏、葛海燕、李莉，全书由李志富统稿并修改定稿。本书在编写过程中得到了校领导和有关部门的大力支持和帮助，尤其是山东省省立医科大学圆满完成了本教材编写大纲的制订和编写组织工作，化学工业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，疏漏和不足之处难免，真诚欢迎广大读者批评指正。

编 者

2016 年 12 月

目录

CONTENTS

1

◎ 第一章 分析化学实验基本知识

第一节	分析化学实验目的和学习要求	1
一、	分析化学实验的任务和目的	1
二、	分析化学实验的学习要求	2
三、	分析化学实验室规则	3
第二节	常用仪器基本操作	3
一、	玻璃器皿的洗涤	3
二、	滴定分析器皿的使用	5
三、	称量	10
第三节	实验用水规格和制备	12
一、	分析化学实验室用水规格	12
二、	各种纯度水的制备	13
第四节	化学试剂	14
一、	化学试剂的种类	14
二、	试剂的使用和保管	15
三、	试剂的选用和注意事项	15
第五节	实验室安全防护	16
一、	实验室的一般安全规则	16
二、	分析实验室事故处理方法	17
第六节	实验数据记录和处理	17
一、	实验数据的记录	17
二、	实验数据处理和结果表达	18
三、	实验报告的书写	19
四、	Excel 在实验数据与误差分析中的应用	19
五、	Origin 使用方法简介	23
第七节	样品采集和保存	24
一、	样品采集的原则	24

	二、各类样品的采集方法	24
	三、试样的保存	26
第八节	样品预处理技术	26
	一、干灰化法	26
	二、湿式消解法	27
	三、熔融分解法	29
	四、植物和生物样品的预处理示例	29
	五、岩石、土壤试样的预处理示例	30

◎ 第二章 滴定分析法

31

第一节	滴定分析法概述	31
	一、滴定分析法分类	32
	二、滴定方式和对化学反应的要求	32
	三、滴定曲线和滴定突跃	33
	四、指示剂	34
	五、滴定终点误差	34
	六、标准溶液的配制	35
	七、滴定分析法的计算	36
第二节	滴定分析法实验项目	38
	实验 2-1 电子分析天平的称量练习 (基本实验)	38
	实验 2-2 滴定分析仪器基本操作练习 (基本实验)	40
	实验 2-3 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HCl 标准溶液 (500mL) 的配制和标定 (基本实验)	44
	实验 2-4 双指示剂法分析混合碱试样成分的组成和含量 (综合实验)	46
	实验 2-5 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液 (500mL) 的配制和标定 (基本实验)	47
	实验 2-6 醋酸溶液中 HAc 含量的测定 (基本实验)	49
	实验 2-7 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ EDTA 溶液 (500mL) 的配制和标定 (基本 实验)	50
	实验 2-8 水的总硬度测量和钙、镁含量的分别测量 (综合实验)	52
	实验 2-9 铅、铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 含量的连续测定 (综合实验, 选作实验)	54
	实验 2-10 $0.02\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ KMnO_4 溶液的配制和标定 (基本实验)	56
	实验 2-11 医用消毒剂溶液中过氧化氢含量的测定 (基本实验)	58
	实验 2-12 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硫代硫酸钠标准溶液 (500mL) 的配制和标定 (基本实验, 选作实验)	60
	实验 2-13 硫酸铜溶液中铜离子浓度的分析 (综合实验, 选作实验)	62

实验 2-14 $0.05\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ AgNO_3 标准溶液 (250mL) 的制备和味精中

氯化物含量的测定 (综合实验, 选作实验) 64

◎ 第三章 紫外-可见吸收分光光度分析法

69

第一节 紫外-可见吸收分光光度法概述 69

第二节 紫外-可见吸收分光光度法实验项目 70

实验 3-1 邻二氮菲分光光度法测定微量 Fe^{2+} 的实验条件的选择及试样中
铁离子总浓度的分析 (综合实验) 70

实验 3-2 双波长分光光度法测定水中硝酸盐含量 (综合实验) 74

实验 3-3 分光光度法测定食品中亚硝酸盐含量 (综合实验) 77

实验 3-4 紫外差值光谱法测定废水中微量苯酚的含量 (综合选作实验) ... 80

实验 3-5 紫外-可见分光光度法测定饮料中苯甲酸含量 (综合选作
实验) 83

实验 3-6 分光光度法同时测定钢中铬和锰的含量 (综合实验) 85

实验 3-7 分光光度法测定溴百里酚蓝的 pK_a (综合实验) 87

实验 3-8 导数光谱法测定降压药中氢氯噻嗪的含量 (综合实验) 89

实验 3-9 有机化合物紫外吸收光谱及溶剂效应的影响 (综合选作实验) ... 92

实验 3-10 共轭结构化合物发色团的鉴别 (基本实验) 94

◎ 第四章 其他光谱分析法

96

第一节 分子荧光分析法概述 96

第二节 分子荧光分析法实验项目 97

实验 4-1 荧光分析法测定尿中维生素 B_2 的含量 (综合实验) 97

实验 4-2 荧光分析法直接测定水中的痕量可溶性铝 (综合实验) 99

实验 4-3 荧光分析法测定食品中硒含量 (综合选作实验) 102

实验 4-4 奎宁的荧光特性分析和含量测定 (基本实验) 104

实验 4-5 荧光分析法测定阿司匹林中乙酰水杨酸和水杨酸 (综合选作
实验) 106

实验 4-6 胶束增敏荧光分析法测定溶液中微量铝离子的浓度 (综合
实验) 109

第三节 红外吸收光谱分析法概述 111

一、气体试样 112

二、液体和溶液试样 112

三、固体试样 113

四、红外光谱法的应用 114

第四节 红外吸收光谱分析法实验项目 115

实验 4-7 苯甲酸红外光谱法测定和解析——压片法 115

实验 4-8 聚乙烯和聚苯乙烯膜的红外光谱测定——薄膜法 117

实验 4-9	红外吸收光谱法区分顺丁烯二酸和反丁烯二酸 (基本实验)	119
第五节	电感耦合等离子体原子发射光谱法 (ICP-AES) 概述	120
一、	原子发射光谱过程	120
二、	ICP-AES 的主要优点	121
三、	ICP-AES 的缺点	121
四、	原子发射光谱所需要的激发光源	121
五、	电感耦合等离子体原子发射光谱定性定量方法	122
第六节	电感耦合等离子体原子发射光谱法实验项目	123
实验 4-10	电感耦合等离子体原子发射光谱法测定废水中镉、铬含量 (综合实验)	123
实验 4-11	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 (综合实验)	125
实验 4-12	电感耦合等离子体原子发射光谱法测定人发中微量铜、铅和锌 (综合实验)	127
第七节	原子吸收与原子荧光光谱法概述	129
一、	原子吸收光谱法	129
二、	原子荧光光谱法	130
第八节	原子吸收与原子荧光光谱法实验项目	130
实验 4-13	原子吸收光谱分析中实验条件的选择 (基本实验)	130
实验 4-14	火焰原子吸收光谱法测定人发中微量锌——标准曲线法 (综合实验)	133
实验 4-15	石墨炉原子吸收光谱法测定血清中铅的含量——工作 曲线 (综合实验)	134
实验 4-16	原子吸收光谱法测定自来水中钙、镁的含量 (综合实验)	137
实验 4-17	原子吸收标准加入法测定黄酒中的铜和镉 (综合实验)	139
实验 4-18	流动注射氢化物发生原子吸收光谱法测定血清中的硒 (综合选作实验)	140
实验 4-19	冷原子吸收光谱法测定尿中汞的含量 (综合选作实验)	144
实验 4-20	氢化物发生原子荧光分析法测定化妆品中砷 (综合选作 实验)	145
实验 4-21	原子荧光法测定植物中的汞含量 (综合选作实验)	147

◎ 第五章 电化学分析法

150

第一节	电化学分析法概述	150
一、	电位分析法	151
二、	库仑分析法	152
三、	电导分析法	152
四、	极谱分析法和伏安分析法	153

第二节	电化学分析法实验项目	155
实验 5-1	pH 玻璃电极性能检查及饮料溶液 pH 值的测定 (基本实验) ...	155
实验 5-2	离子选择性电极法测定自来水中氟离子含量 (基本实验)	157
实验 5-3	乙酸的电位滴定分析及其解离常数的测定 (综合实验)	160
实验 5-4	硫酸铜电解液中氯离子的电位滴定 (基本实验)	163
实验 5-5	氯离子电极选择性系数的测定 (基本选作实验)	165
实验 5-6	库仑滴定法测定药片中维生素 C 的含量 (综合实验)	168
实验 5-7	控制电流库仑分析法测定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的浓度 (综合实验)	170
实验 5-8	电导池常数及水纯度的测定 (基本实验)	172
实验 5-9	单扫描极谱法测定食品中禁用色素苏丹红 I 的含量——峰电流 一阶导数法 (综合选作实验)	175
实验 5-10	催化极谱法测定自来水中微量钼 (综合选作实验)	177
实验 5-11	铈膜电极溶出伏安法测定水中的铜、锌、铅、镉 (综合 实验)	179
实验 5-12	循环伏安法测定神经递质多巴胺 (综合选作实验)	181
实验 5-13	微分电位溶出法测定生物样品中的铅和镉 (综合实验)	183
实验 5-14	循环伏安法测定饮料中的葡萄糖 (综合实验)	185

◎ 第六章 色谱分析法

188

第一节	气相色谱法概述	188
一、	气相色谱仪结构流程	188
二、	气相色谱定性和定量分析方法	190
第二节	气相色谱法实验项目	194
实验 6-1	气相色谱分离条件的选择 (基本实验)	194
实验 6-2	TCD 气相色谱法测定无水乙醇中水的含量 (基本实验)	197
实验 6-3	FID 气相色谱法测定混合烷烃中正己烷、正庚烷和正辛烷的 含量 (基本实验)	199
实验 6-4	程序升温气相色谱法测定废水中苯的系列化合物——内标法 (综合选作实验)	202
实验 6-5	程序升温毛细管色谱法分析白酒中微量成分的含量 (综合 选作实验)	205
第三节	高效液相色谱法概述	207
一、	高效液相色谱仪的结构组成	207
二、	HPLC 定性和定量分析方法	214
第四节	高效液相色谱法实验项目	214
实验 6-6	高效液相色谱法测定人血浆或泰诺感冒片中扑热息痛的含量 (综合实验)	214
实验 6-7	反相色谱法测定饮料中咖啡因的含量 (综合实验)	216

实验 6-8	高效液相色谱法测定饮料中山梨酸和苯甲酸的含量 (综合实验)	219
实验 6-9	高效液相色谱法测定荞麦中芦丁含量	221
第五节	离子色谱分析法	223
实验 6-10	离子色谱法测定水样中的阴离子含量	223
第六节	其他方法	226
实验 6-11	乙基苯核磁共振氢谱的测绘和谱峰归属	226
实验 6-12	质谱法测定固体阿司匹林试样	229
实验 6-13	毛细管电泳分离测定饮料中的防腐剂	230
实验 6-14	$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 差热-热重分析	232

◎ 第七章 分析化学设计性实验

234

◎ 参考文献

238

第一章

分析化学实验基本知识

著名化学家波义耳曾说过,“化学的目的在于认识物质,而认识的方法是分析”。对物质的分析有两大任务,一是探究物质组成,二是研究物质结构。分析化学实验正是发展和应用各种理论、方法、仪器、技术和策略,以获取有关物质化学组成、含量和化学结构信息的一门科学。实验者必须首先了解有关分析化学实验的一些基本知识和规则,才能保证实验的顺利进行并取得预期的结果。

分析化学实验的基本知识主要包括分析化学实验的目的和要求、常用仪器的基本操作、实验用水、化学试剂、安全防护、数据处理、样品采集和预处理。

第一节 分析化学实验目的和学习要求

分析化学实验是化学化工、生命科学、环境科学、医药学、食品、材料、农业、地质等专业的主要基础技能课程之一,是分析化学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,加强分析化学实验教学已成为全面提高学生分析素质的重要途径之一。而分析化学实验教材是实验教学质量的重要保障。

一、分析化学实验的任务和目的

分析化学实验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。

分析化学实验的主要任务是通过实验教学训练学生的基本操作技能,提高其实际动手能力,培养理论联系实际的工作作风、实事求是的科学态度和良好的实验习惯,为学习后续课程以及将来从事分析检测工作奠定基础。

分析化学实验的目的是使学生具备作为高素质专门分析人才所必需的分析理论和实验操作技能。

分析化学作为现代的分析测试手段,日益广泛地为许多领域的科研和生产提供大量的物质组成、结构以至微区内元素的空间分布状态等方面的信息,因而已成为高等学校中许多专

业的重要课程之一。要学好分析化学，必须认真做好分析化学实验，“纸上得来终觉浅，绝知此事要躬行”。通过分析化学实验，可以使學生加深理解有关分析仪器的基本原理，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；同时学习实验数据的处理方法，正确、科学地表达实验结果；培养学生分析问题和解决问题、勇于科技创新和独立工作的能力。

二、分析化学实验的学习要求

我国著名化学家卢嘉锡曾说过，分析工作者应具备“C3H3”，即 Clearhead（清醒的头脑）、Cleverhand（灵巧的双手）、Cleanhabit（整洁的习惯）。这对于做好分析化学实验有着重要的指导意义。学习分析化学实验要讲究方法，要学会，更要会学。最终就是要会用，要真正通过分析化学实验这门信息技术课把学和用充分结合起来。因此，在进行实验技能训练时，要掌握要领，规范操作，勤于思考，要知其然，更要知其所以然。为此对分析化学实验提出以下具体学习要求。

1. 做好各项预习

分析化学实验所用的仪器较昂贵，同一实验室不可能购置多套同类仪器，分析实验通常都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。

预习的主要内容如下

- ① 仔细阅读分析化学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 明确实验的内容及步骤、操作过程和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. 认真观察实验现象，仔细记录实验数据

实验过程中，要认真地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；学会选择最佳实验条件；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、实验数据或图表、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。

三、分析化学实验室规则

实验室规则是人们在长期的实验室工作中,从正反两方面的经验、教训中归纳总结出来的。它可防止意外事故,保持正常的实验环境和工作秩序。遵守实验室规则是做好实验的重要前提。分析化学实验必须严格遵守以下实验室规则。

- ① 穿好实验服,准备好实验教材、预习笔记、实验报告记录本,准时到实验室。
- ② 实验前一定要做好预习和实验熟悉准备工作,检查实验所需要的试剂、仪器是否齐全。实验前要集中精力听取和记录指导教师所强调的要点和注意事项,实验时要认真操作,仔细观察,积极思考,如实详细地做好记录。
- ③ 实验中必须保持肃静,不准大声喧哗,不得到处乱走。不得无故缺席,因故缺席未做的实验应该补做。
- ④ 爱护财物,小心使用仪器和实验设备,注意节约水、电和试剂。实验时只使用分配给自己的仪器,不得动用他人的仪器;公用仪器和临时用的仪器用完后应清洗干净,放回原处。如有损坏,必须及时登记并报告实验教师。
- ⑤ 实验台上的仪器应整齐地放在一定位置上,并保持台面的清洁。废纸和破碎的玻璃仪器应倒入指定的垃圾桶内,酸性废液应倒入废液缸内,切忌倒入水槽,以防堵塞或锈蚀下水道。碱性废液倒入水槽并用水冲洗。树立环保意识。
- ⑥ 按规定量取药品或溶液,注意节约。称取药品后,及时盖好原瓶盖,放在指定地方的药品不得擅自拿走。
- ⑦ 使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行操作,细心谨慎,避免因粗心大意而损坏仪器。如发现仪器有故障,应立即停止使用,报告指导教师,及时排除故障。使用后必须填写登记本。
- ⑧ 实验后,应将所用玻璃仪器洗净并整齐地放回原处,精密仪器按程序进行关闭,实验台、试剂架上的各种仪器和试剂必须存放有序,清洁整齐。
- ⑨ 每次实验后由学生轮流值日,负责打扫和整理实验室,并检查水龙头、各种电气开关和门窗是否关紧关闭,以保持实验室的整洁和安全。

第二节 常用仪器基本操作

一、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。洗涤的目的是去除污垢,同时不能引进任何干扰物质。洗涤后的玻璃器皿应清洁透明,达到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、吸量管、容量瓶、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 的盐酸(浓盐酸和蒸馏水的体积比,有时还可写成 1:1 形式)浸泡后去污渍有效。酸洗适用于洗涤附在容器上的金属(如银、铜等)、铅盐类和一些荧光物质。

盐酸-乙醇(1+2)(浓盐酸和乙醇的体积比)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 20min。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直接接触。

(5) 用有机溶剂洗涤 适于洗涤聚合体、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 20g 重铬酸钾置于 40mL 水中,加热使其溶解,放冷。缓缓加入 360mL 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。

贮存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;经长期使用或吸收过多水分即变成墨绿色,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(浓盐酸和蒸馏水的体积比)、1+1 硫酸(浓硫酸和蒸馏水的体积比)、1+1 硝酸(浓硝酸和蒸馏水的体积比)。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 将浓盐酸和乙醇按 1+2 体积比混合即可。

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

3. 超声波清洗

超声波清洗器是一种新型的清洗仪器,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,这一现象被称之为“空化作用”。超声波清洗正是用液体中气泡产生的冲击波,不断冲击物体表面及缝隙,从而达到全面清洗的效果。

超声波清洗器的最基本组成是: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0.6~20L不等,可带有定时、功率强弱和温度控制功能,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。玻璃器皿内应充盈洗涤液体,避免局部“干超”,使器皿破裂。

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,尤其适宜形状复杂、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,而用超声波清洗不会引起器皿损伤。

4. 玻璃器皿的干燥

根据器皿类型和使用要求不同,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 适用于不急用或不易加热的玻璃器皿。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(105~120℃)内烘1h,烘厚壁玻璃器皿、实心玻璃塞时应缓慢升温。

(3) 气流烘干器干燥 气流烘干器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器干燥。气流烘干器分无调温和可调温两种类型,可调温型气流烘干器一般可在40~120℃之间控温。

(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,快速干燥的器皿。有些有机溶剂可以和水相溶,可用有机溶剂将水带出,然后将有机溶剂挥发干。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),将残余的乙醇挥发干。若需要可向容器内吹风,加快有机溶剂的挥发。

二、滴定分析器皿的使用

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的温度。常用的移液管有25mL、50mL、100mL等规格,如图1-1(a)所示。

吸量管是带有分刻度线的玻璃管,一般用于移取非整数的小体积溶液。常用的吸量管有1mL、2mL、5mL、10mL、20mL等规格,如图1-1(b)所示。

(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水除去(以免稀释待移溶液),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 1~2cm, 管尖不应插入太浅, 以免液面下降后造成吸空; 也不能插入太深, 以免移液管外部附有过多的溶液。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 [如图 1-2(a) 所示], 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, 以免稀释待移液), 吸液时, 应注意容器中液面和管尖的位置, 应使管尖随液面的下降而下降。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。

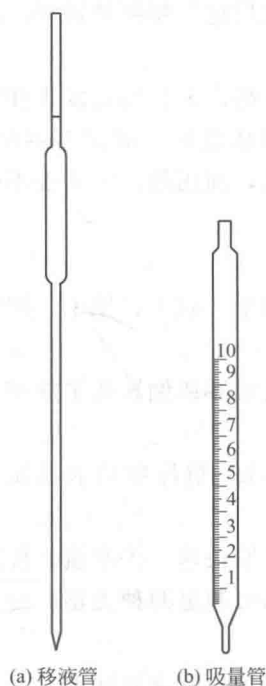


图 1-1 移液管和吸量管

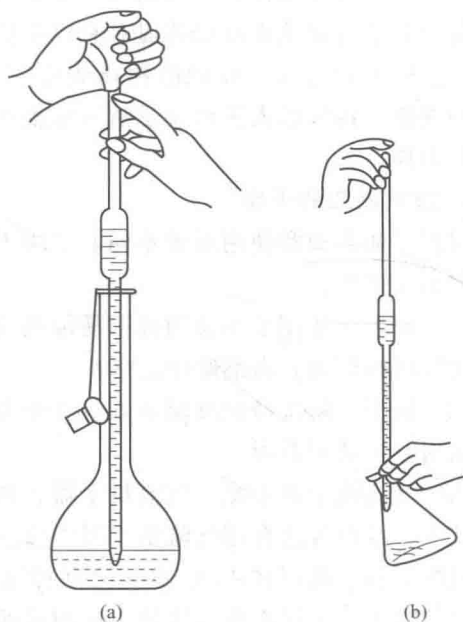


图 1-2 吸取溶液 (a) 和放出溶液 (b) 的操作

(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, 然后将移液 (吸量) 管往上提起。将待吸溶液的容器倾斜约 30° , 右手垂直地拿住移液 (吸量) 管, 使移液 (吸量) 管尖紧贴液面以上容器内壁轻轻转两圈, 以除去其外壁上的溶液。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。然后移开待吸溶液的容器, 左手改拿接收溶液的容器 (一般为锥形瓶或烧杯) 并使其倾斜约 30° , 将移液 (吸量) 管保持垂直状态轻轻插入接收溶液的容器中, 且接收容器内壁要与移液 (吸量) 管的管尖紧贴在一起, 松开食指让溶液自然地顺接收容器内壁流下 [如图 1-2(b) 所示], 待液面下降到管尖后, 再停 15s 左右, 靠内壁转动一下移液 (吸量) 管尖后再将其移去。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。

移液管和吸量管使用完毕, 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。