

普通高等院校化学应用类规划教材

分析化学实验教程

熊 亚 主编

 **北京理工大学出版社**
BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

内 容 简 介

本教材在内容编排上分为化学实验规则和实验室基本知识、分析化学实验常用仪器简介、分析化学实验常见玻璃量器及使用、实验基本操作、实验数据的处理、分析化学基础性实验、分析化学综合性及设计性实验七大部分,以利于学生分阶段有层次地进行培养和训练。在实验内容的安排上,基础操作由简到繁,由易到难,实验项目从基础性实验到综合性、设计性实验,力求做到循序渐进,培养学生从了解到熟练掌握再到能够自行设计实验步骤完成实验项目的能力。

本书可作为高等学校化学工程与工艺、环境工程、应用化学、生物工程、材料工程类专业化学基础课程的教材,也可供各类大专院校及有关人员作为教材或参考书使用。

版权专有 侵权必究

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验教程 / 熊亚主编. —北京:北京理工大学出版社, 2018.1

ISBN 978-7-5682-5083-2

I. ①分… II. ①熊… 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(2017)第 325194 号

出版发行 / 北京理工大学出版社有限责任公司

社 址 / 北京市海淀区中关村南大街 5 号

邮 编 / 100081

电 话 / (010)68914775(总编室)

(010)82562903(教材售后服务热线)

(010)68948351(其他图书服务热线)

网 址 / <http://www.bitpress.com.cn>

经 销 / 全国各地新华书店

印 刷 /

开 本 / 787 毫米×1092 毫米 1/16

印 张 / 7.25

字 数 / 174 千字

版 次 / 2018 年 1 月第 1 版 2018 年 1 月第 1 次印刷

定 价 / 21.80 元

责任编辑 / 王玲玲

文案编辑 / 王玲玲

责任校对 / 周瑞红

责任印制 / 施胜娟

图书出现印装质量问题,请拨打售后服务热线,本社负责调换

前 言

目前国内分析化学实验教材的种类较多,综合起来看,优点在于各类教材都对分析化学实验的一般知识、操作技术进行了介绍,除了基础实验外,还设置了综合实验及实验设计环节,注重对学生独立工作及创新能力的培养;缺点在于各类分析化学教材具有广泛针对性,而各个学校在开设分析化学实验的时候,还应充分考虑到各个专业的特色,考虑到学生专业和实践的结合。所以,编者以培养基础理论扎实,知识面宽,动手能力强的学生为宗旨,针对我校的人才培养目标、教学特点及软硬件条件,体现教学改革精神,编写了这本既符合教学要求又适应我校具体实际情况的分析化学实验教材。本教材与化工类、生物类、环境类及材料类的专业基础课程分析化学紧密结合,与专业相邻课程也能够很好地衔接。采取由基础到综合层次递进的结构体系。栏目设计上包括了实验基础知识、基础类实验项目、综合及设计类实验项目。本教材的特色在于:

- (1) 针对我校的人才培养目标、教学特点及软硬件条件进行编写;
- (2) 体现了教学改革精神;
- (3) 以培养基础理论扎实、知识面宽、动手能力强的学生为宗旨;
- (4) 从内容上看,既符合教学要求,又适应我校具体情况;
- (5) 教学内容上力求符合学生的认知规律和实际水平,实验安排由浅入深,由简单到综合,充分调动学生学习的主动性,促进学生创新能力的提高;
- (6) 在教学上,以基础性、综合型设计、开放性实验的不同层次,创建管理规范的、开放式的实验教学环境。

在本教材的编写和修改过程中,得到很多老师的热情支持和帮助。参加本教材编写的有熊亚(第6章、第7章实验18~实验28)、李敏杰(第1章)、刘姗(第4章、第5章、第7章实验29~实验31)、邓建梅(第2章)、常会(第3章、附录)。本教材初稿完成后,由李芙蓉审稿,并提出宝贵意见,谨此致谢。

由于编者水平有限,书中不尽完善和疏漏之处敬请读者批评指正。

目 录

第 1 章 化学实验规则和实验室基本知识	1
1.1 化学实验规则	1
1.2 实验室规则	1
1.3 实验室安全知识及事故处理	2
1.4 分析化学实验的目的及学习方法	4
第 2 章 分析化学实验常用仪器简介	6
2.1 电子天平及使用	6
2.2 分光光度计及使用	7
第 3 章 分析化学实验常见玻璃量器及使用	9
3.1 滴定管及其使用	9
3.2 移液管及其使用	13
3.3 容量瓶及其使用	15
第 4 章 实验基本操作	17
4.1 玻璃器皿的洗涤及干燥	17
4.2 试剂的取用	17
第 5 章 实验数据的处理	19
5.1 实验数据记录	19
5.2 实验数据处理的方法	19
5.3 实验结果表达及报告的书写	19
第 6 章 分析化学基础性实验	20
实验 1 分析天平的称量练习	20
实验 2 滴定操作练习	23
实验 3 酸碱标准溶液的配制和标定	25
实验 4 混合碱的分析	28
实验 5 自来水总硬度的测定	30
实验 6 高锰酸钾标准溶液的配制和标定、 H_2O_2 含量的测定	33
实验 7 邻二氮菲分光光度法测定铁	35
实验 8 维生素 C 片剂中 Vc 含量的测定	38
实验 9 水中化学需氧量 COD 含量的测定	40
实验 10 土壤中腐殖质含量的测定	42
实验 11 磷肥中水溶磷的测定	45
实验 12 水中阴离子表面活性剂的测定 (萃取光度法)	46
实验 13 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 电位滴定硫酸亚铁铵溶液	49
实验 14 牙膏中微量氟的测定	51

实验 15	白酒中甲醇的测定 (品红亚硫酸比色法)	53
实验 16	稠环芳烃的高效液相色谱法分析	55
实验 17	石墨炉原子吸收法测定水中镉含量	58
第 7 章	分析化学综合性及设计性实验	61
实验 18	铝合金的综合分析	61
实验 19	铅精矿中铅的测定	64
实验 20	硅酸盐水泥中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	67
实验 21	HCl 和 NH_4Cl 混合液中各组分含量的测定	70
实验 22	含铬废液的实验室处理和铬含量的测定	73
实验 23	铵盐中铵态氮的测定	76
实验 24	茶叶中微量元素的鉴定与定量测定	79
实验 25	鸡蛋壳中钙含量的测定	82
实验 26	水果中总酸度的测定	85
实验 27	食用米醋中总酸量和氨基酸氮含量的测定	87
实验 28	Zn^{2+} 、 Al^{3+} 混合液中 Zn^{2+} 、 Al^{3+} 的测定	92
实验 29	绿茶中茶多糖的提取和含量测定	95
实验 30	季铵盐改性土壤对水中苯酚的吸附及去除效果分析	96
实验 31	设计性实验	98
实验 31-1	黄连素片中盐酸小檗碱的测定	99
实验 31-2	EDTA 络合滴定法测定不同品质牛奶中钙含量	99
实验 31-3	胃舒平药片中铝和镁含量的测定	99
实验 31-4	阿司匹林中乙酰水杨酸含量的测定	100
实验 31-5	水中酚类的气相色谱法测定	100
实验 31-6	中药材黄连中生物碱的测定	100
附录		101
一、元素的相对原子质量 (1995, IUPAC)		101
二、基准试剂的干燥条件		102
三、常用指示剂		102
四、标准溶液的配制和标定		104
参考文献		107

第1章 化学实验规则和实验室基本知识

1.1 化学实验规则

进行化学实验要遵循如下规则：

- ① 实验前要认真预习，写出预习报告。
- ② 实验时应遵守操作规程，保证实验安全。
- ③ 遵守纪律，不迟到早退，提前完成实验者必须经指导老师检查实验结果并同意后方可离开实验室；保持室内安静，不要大声喧哗。
- ④ 要节约使用药品、水、电，爱护仪器和实验室设备。在使用精密设备时，用后应填写使用记录，如发现仪器有故障，应立即停止使用并报告教师。
- ⑤ 实验过程中，随时保持工作台面、地面的整洁。垃圾等及时丢入垃圾桶，不得丢入水槽，以免堵塞。有毒性或腐蚀性的化学废液和废渣要收集在指定的容器中，便于集中处理。实验完毕后，应打扫干净实验台面，摆放好玻璃仪器。
- ⑥ 实验过程中要仔细观察，将观察到的现象和数据如实地记录在报告本上。根据原始记录，认真地分析问题，处理数据，写出实验报告。
- ⑦ 对实验内容和操作规程不合理的地方可提出改进的意见，但实施前一定要与指导老师商讨，经同意后方可进行。
- ⑧ 实验室进行轮流值日生制度。实验结束后值日生负责打扫实验室，包括拖地、整理和擦拭试剂架、通风橱、实验台面，清理废物和废液，关闭水、电、排气扇开关和实验室门窗。

1.2 实验室规则

化学实验室是学习、研究化学的重要活动场所。在化学实验室中工作或学习，往往会接触到各种化学药品、电器设备、玻璃仪器及水、电。在这些化学药品中，有的有毒，有的有刺激性气味，有的有腐蚀性，有的易燃、易爆，还有的可能致癌。使用不当，或操作有误、违反章程、疏忽大意，都可能造成意外事故。因此，必须要遵守实验室规则。

在化学实验室工作或学习的每一个人都必须高度重视实验安全问题，要像重视实验一样认真阅读实验教材中有关的安全指导，了解实验的操作步骤和操作方法，了解有关化学药品的性能及实验中可能碰到的各种各样的危险。

- ① 遵守实验室的各项规章制度。
- ② 经常保持实验室的整洁和安静，注意维持桌面和仪器的整洁。

③ 每个实验人员都必须知道实验室内电闸、水阀的位置，实验完毕离开实验室时应将这些闸、阀关闭。

④ 实验室内禁止饮食、吸烟，切勿以实验器皿代替水杯、餐具等使用，防止化学试剂入口。实验结束后要洗手，如曾使用过有毒药品，还要漱口。

1.3 实验室安全知识及事故处理

1.3.1 实验室安全知识

① 实验开始前应检查仪器是否完整无损，装置是否正确稳妥。了解实验室安全用具（如灭火器、喷淋室、洗眼器、急救箱、电闸等）放置的位置，熟悉使用各种安全用具的方法。

② 实验进行时，不得离开岗位，要经常注意反应情况是否正常，装置有无漏气、破裂等现象。

③ 做危险性较大的实验时，要根据情况采取必要的安全措施，如戴防护眼镜、面罩、橡皮手套等。

④ 使用易燃、易爆物品时要远离火源。不要用湿手、湿物接触电源。水、电、燃气用完立即关闭。点燃的火柴用后立即熄灭，不得乱扔。

⑤ 取用有毒药品如重铬酸钾、汞盐、砷化物、氰化物时，应特别小心。剩余的有毒废弃物不得倾入水槽，应倒入指定接收容器内，最后集中处理。剩余的有毒药品应交还教师。

⑥ 倾注试剂或加热液体时，不要俯视容器，以防溅出致伤。尤其是腐蚀性很强的浓酸、浓碱、强氧化剂等试剂，使用时切勿溅在衣服和皮肤上。稀释这些药品时（尤其是浓硫酸），应将它们慢慢倒入水中，而不能反向进行，以避免迸溅。加热试管时，切记不要使试管口对着自己或他人。

⑦ 绝不准许随意混合各种药品，以免发生意外事故。

⑧ 实验室内严禁饮食、吸烟或把餐具带入。实验完毕后，必须洗净双手方可离开实验室。

⑨ 实验室所有药品不得带出室外。

1.3.2 实验室事故的处理措施

1. 火灾

实验室中使用的许多药品是易燃的，着火是实验室最易发生的事故之一。一旦发生火灾，应保持沉着镇静。一方面防止火势蔓延：立即熄灭所有火源，关闭室内总电源，搬开易燃物品；另一方面立即灭火。无论使用哪种灭火器材，都应从火的四周开始向中心扑灭，把灭火器的喷出口对准火焰的底部。

如果小器皿（如烧杯或烧瓶）内着火，可盖上石棉网或瓷片等，使之隔绝空气而灭火，绝不能用嘴吹。

如果油类着火，要用沙或灭火器灭火。

如果电器着火,应切断电源,然后能用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火。不能用泡沫灭火器,以免触电。

如果衣服着火,切勿奔跑,而应立即在地上打滚,用防火毯包住起火部位,使之隔绝空气而灭火。

总之,失火时,应根据起火的原因和火场周围的情况采取不同的方法扑灭火焰。

2. 中毒

化学药品大多数具有不同程度的毒性,主要通过皮肤接触或呼吸道吸入引起中毒。一旦发生中毒现象,可视情况不同采取各种急救措施。

溅入口中而未咽下的毒物应立即吐出来,用大量水冲洗口腔;如果已吞下,应根据毒物的性质采取不同的解毒方法。

腐蚀性中毒,强酸、强碱中毒都要先饮大量的水。对于强酸中毒,可服用氢氧化铝膏。不论酸碱中毒,都需服牛奶,但不要吃呕吐剂。

刺激性及神经性中毒,要先服牛奶或蛋白缓和,再服硫酸镁溶液催吐。

吸入有毒气体时,将中毒者搬到室外空气新鲜处,解开衣领纽扣。吸入少量氯气和溴气者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

总之,实验室中若出现中毒症状,应立即采取急救措施,严重者应及时送往医院。

3. 玻璃割伤

玻璃割伤也是常见事故,一旦被玻璃割伤,首先仔细检查伤口处有无玻璃碎片,若有,先取出。如果伤口不大,可先用双氧水洗净伤口,涂上红汞,用纱布包扎好;若伤口较大,流血不止,可在伤口上10 cm处用带子扎紧,减缓流血,并立即送往医院就诊。

4. 灼伤、烫伤

酸灼伤:如果皮肤被酸灼伤,应立即用大量水冲洗,再用饱和 Na_2CO_3 溶液或稀氨水溶液清洗,最后再用水冲洗。

衣服溅上酸后应先用水冲洗,再用稀氨水洗,最后用水冲净;如果地上有酸,应先撒石灰粉,然后用水冲刷。

碱灼伤:如果皮肤被碱灼伤,应用大量水冲洗,再用饱和硼酸溶液或1%醋酸溶液清洗,涂上油膏,包扎伤口。如果眼睛受伤,抹去眼外部的碱,用水冲洗,再用饱和硼酸溶液洗涤后,滴入蓖麻油。

衣服溅上碱液后先用水洗,然后用10%醋酸溶液洗涤,再用氨水中和多余的醋酸,最后用水洗净。

溴灼伤:皮肤被溴灼伤应立即用水冲洗,也可用酒精洗涤或用2%硫代硫酸钠溶液洗至伤口呈白色,然后涂甘油加以按摩。如果眼睛被溴蒸气刺激后受伤,暂时不能睁开时,可以对着盛有卤仿或乙醇的瓶内注视片刻加以缓和。

烫伤:皮肤接触高温(火焰、蒸气)会造成烫伤,轻伤者涂甘油、玉树油等,重伤者涂以烫伤油膏后速送医院治疗。

1.3.3 实验室废物的处理与排放

化学实验中,常有废水、废物和废气(“三废”)的排放。“三废”中往往含有大量的有毒物质,为了保证实验人员的健康,防止环境污染,需处理后排放。

1. 汞蒸气或其他废气

为减少汞的蒸发,可在汞液面上覆盖化学液体,如甘油、5%的硫化钠溶液或水等。不慎溅落的少量汞,可以撒上多硫化钙、硫黄或漂白粉,干后扫除。产生大量有毒气体如 H_2S 、 HCN 和 SO_2 等的实验,应在通风橱内进行,同时应采用适当的吸收装置进行吸收。

2. 废渣处理

碎玻璃及锐角的废物不要丢入废纸篓中,应放入专用废物箱。实验室中少量有毒废渣应集中深埋于指定地点。有回收价值的废渣应回收利用。

3. 废液处理

不同的废液不能混装,应按不同性质分别倒入专门的废液缸,再集中处理,常采用燃烧法和深埋法。

含酸废液或含碱废液应用 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 或 H_2SO_4 中和至 $\text{pH}=6\sim 8$ 后排放。

含汞、砷、锑和铋的废液可控制酸度在 $[\text{H}^+]=0.3\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$,使其生成硫化物沉淀而除去。

少量含氰化物废液可用 NaOH 调节溶液至 $\text{pH}>10$ 时,加适量 KMnO_4 将 CN^- 氧化。较大的含氰化物废液可用次氯酸盐处理。

含铬废液一般可在调节溶液呈酸性后加入 FeSO_4 ,将 Cr^{6+} 还原为 Cr^{3+} ,再加入 NaOH 调节溶液至 $\text{pH}=6\sim 8$ 。加热至 $80\text{ }^\circ\text{C}$ 左右,通入适量空气,使 Cr^{3+} 以 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 的形式与 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 一起沉淀除去。

1.4 分析化学实验的目的及学习方法

1.4.1 分析化学实验的目的

化学是一门以实验为基础的科学。分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分,也是学习无机化学的一个重要环节,是高等院校化学工程与工艺、应用化学、环境工程、生物工程、制药工程及轻工、食品、园艺等专业二年级学生必修的基础课之一。它的主要目的是:通过实验,巩固并加深对分析化学基本概念和基本理论的理解;掌握分析化学实验的基本操作和技能,学会正确地使用基本仪器测量实验数据,正确地处理数据和表达实验结果;掌握一些无机物的制备、提纯和检验方法;培养学生独立思考、分析问题、解决问题和创新能力;培养学生实事求是、严谨认真的科学态度,整洁、卫生的良好习惯,为学生继续学好后续课程及今后参加实际工作和开展科学研究打下良好基础。

1.4.2 分析化学实验的学习方法

学好并掌握分析化学实验,除了要有明确的学习目的,端正的学习态度之外,还要有好的学习方法。分析化学实验的学习方法大致有以下几个方面:

1. 认真预习

认真钻研实验教材和教科书中的有关内容;明确实验目的,弄清实验原理;熟悉实验内容、步骤、基本操作、仪器使用和实验注意事项;认真思考实验前应准备的问题;写出预习

报告(包括实验目的、原理、步骤、注意事项及有关的安全问题等)。

2. 做好实验

按照实验教材上规定的方法、步骤、试剂用量和操作规程进行实验,要做到认真操作,仔细观察并如实记录实验现象;遇到问题要善于分析,力求自己解决,若自己解决不了,可请教指导老师或同学;如果发现实验现象与理论不相符合,应认真查明原因,经指导老师同意后重做实验,直到得到正确的结果。要严格遵守实验室规则。

3. 写好实验报告

实验报告是每次实验的记录、概括和总结,也是对实验者综合能力的考核。每个学生在做完实验后都必须及时、独立、认真地完成实验报告,交指导老师批阅。一份合格的实验报告应包括以下内容:

- ① 实验名称。实验项目的名称。
- ② 实验目的。简述该实验所要达到的目的要求。
- ③ 实验原理。简要介绍实验的基本原理和主要反应方程式。
- ④ 实验所用的仪器、药品及装置。要写明所用仪器的型号、数量、规格,药品的名称、规格,装置示意图。
- ⑤ 实验内容、步骤。要求简明扼要,尽量用表格、框图、符号表示,不要全盘抄书。
- ⑥ 实验现象和数据的记录。在仔细观察的基础上如实记录,依据所用仪器的精密密度,保留正确的有效数字。
- ⑦ 解释、结论和数据处理。化学现象的解释最好用化学反应方程式,如还不完整,应另加文字简要叙述;结论要精炼、完整、正确;数据处理要有依据,计算要正确。
- ⑧ 问题与讨论。对实验中遇到的疑难问题提出自己的见解。分析产生误差的原因,对实验方法、教学方法、实验内容、实验装置等提出意见或建议。

实验报告要做到文字工整、图表清晰、形式规范。

第2章 分析化学实验常用仪器简介

2.1 电子天平及使用

2.1.1 电子天平的构造原理及特点

电子天平是新一代的天平，它利用电子装置完成电磁力补偿的调节，使物体在重力场中实现力的平衡，或通过电磁力矩的调节使物体在重力场中实现力矩的平衡。通过设定的程序，可实现自动调零、自动校正、自动去皮、自动显示称量结果，或将称量结果经接口直接输出、打印等。具有性能稳定、操作简便、称量速度快、灵敏度高、能进行自动校正、去皮及质量电信号输出的特点。

2.1.2 电子天平的使用方法

① 打开电源，预热，待天平显示屏出现稳定的 0.000 0 g 即可进行称量。

② 打开天平门，将样品瓶（或称量纸）放入天平的称量盘中，关上天平门，待读数稳定后记录显示数据。如需进行“去皮”称量，则按下“TARE”键，使其显示为“0”。

③ 按相应的称样方法进行称量。

④ 最后一位同学称量后要关机后再离开（由于电子天平的称量速度快，在同一实验室中将有多位同学共用一台天平，在一次实验中，电子天平一经开机、预热、校准后，即可一个个一次连续称量，前一位同学称量后一定不要关机后离开）。

由于电子天平自重较轻，使用中容易因碰撞而发生移位，进而可能造成水平改变，故使用过程中动作要轻。

2.1.3 称量方法

1. 直接称量法

用于直接称量某一固态物体的质量。

要求：所称物体洁净、干燥，不易潮解、升华，并无腐蚀性。

方法：天平零点调好以后，关闭天平，把被称物用一干净的纸条套住（也可戴专用手套），放在天平左盘中央。调整砝码使天平平衡，所得读数即为被称物的质量。

2. 固定质量称量法

用于称量指定质量的试样。如称量基准物质用于配制一定浓度和体积的标准溶液。

要求：试样不吸水，在空气中性质稳定，颗粒细小（粉末）。

方法：先称出容器的质量，关闭天平。然后加入固定质量的砝码于右盘中，再用牛角勺将试样慢慢加入盛放试样的容器中，半开天平进行称重。当所加试样与指定质量相差不到

10 mg 时, 完全打开天平, 极其小心地将盛有试样的牛角勺伸向左称盘的容器上方 2~3 cm 处, 勺的另一端顶在掌心上, 用拇指、中指及掌心拿稳牛角勺, 并用食指轻弹勺柄, 将试样慢慢抖入容器中, 直至天平平衡。此操作必须十分仔细。

3. 递减称量法/差量法

用于称量一定质量范围的试样。适于称取多份易吸水、易氧化或易于和 CO_2 反应的物质。

方法:

① 用小纸条夹住已干燥好的称量瓶, 在用台秤上粗称其质量。

② 将稍多于需要量的试样用牛角匙加入称量瓶, 在台秤上粗称。

③ 将称量瓶放到天平左盘的中央, 在右盘上加适量的砝码或环码使之平衡, 称出称量瓶及试样的准确质量 (准确到 0.1 mg), 记下读数, 设为 m_1 g。关闭天平, 将右盘砝码或环码减去需称量的最小值。将称量瓶拿到接收器上方, 右手用纸片夹住瓶盖柄, 打开瓶盖。将瓶身慢慢向下倾斜, 并用瓶盖轻轻敲击瓶口, 使试样慢慢落入容器内 (不要把试样撒在容器外)。当估计倾出的试样已接近所要求的质量时 (可从体积上估计), 慢慢将称量瓶竖起, 并用盖轻轻敲瓶口, 使黏附在瓶口上部的试样落入瓶内, 盖好瓶盖, 将称量瓶放回天平左盘上称量。若左边重, 则需重新敲击; 若左边轻, 则不能再敲。准确称取其质量, 设此时质量为 m_2 g, 则倒入接收器中的质量为 $(m_1 - m_2)$ g。重复以上操作, 可称取多份试样。

2.2 分光光度计及使用

分光光度计是用于测量物质对光的吸收程度, 并进行定性、定量分析的仪器。可见分光光度计是实验室常用的分析测量仪器, 其型号较多, 如 72 型、721 型、722 型、723 型。这里介绍 721 型。

2.2.1 基本原理

白光通过棱镜或衍射光栅的色散, 形成不同波长的单色光。一束单色光通过有色溶液时, 溶液中的溶质能吸收其中的部分光。物质对光的吸收是有选择性的, 一种物质对不同波长光的吸收程度不同。用透光率或吸光度 (或光密度) 表示物质对光的吸收程度。如果入射光强度用 I_0 表示, 透射光强度用 I_t 表示, 定义透光率为 I_t/I_0 , 以 T 表示, 即 $T = I_t/I_0$ 。定义 $\lg(I_t/I_0)$ 为吸光度 (光密度或消光度), 以 A 表示, 即 $A = \lg(I_t/I_0)$ 。显然, T 越小, A 越大, 即溶液对光的吸收程度越大。

Lambert-Beer 定律总结了溶液对光的吸收规律: 一束单色光通过有色溶液时, 有色溶液对光的吸光度 A 与溶液的浓度 c 和液层的厚度 b 的乘积成正比, 即

$$A = kcb$$

比例常数 k 叫作摩尔吸收系数 (或光密度系数), 与物质的性质、入射光的波长和溶液温度等因素有关。

由上式可以看出, 当液层厚度一定时, 溶液的吸光度 A 只与溶液的浓度 c 成正比。测定时一般只读取吸光度。

分光光度法就是以 Lambert-Beer 定律为基础建立起来的分析方法。

通常用光的吸收曲线来描述有色溶液对光的吸收情况。将不同波长的单色光依次通过一定浓度的有色溶液，分别测定其吸光度 A ，以波长 λ 为横坐标，以吸光度 A 为纵坐标作图，所得的曲线称为光的吸收曲线。最大吸收峰处对应的单色光波长称为最大吸收波长 $\lambda_{\max}$ ，选用 $\lambda_{\max}$ 的光进行测量，光的吸收程度最大，测定的灵敏度最高。

一般在测量样品前，先测工作曲线，即在与测定样品相同的条件下，先测量一系列已知准确浓度的标准溶液的吸光度 A ，画出 $A-c$ 的曲线，即工作曲线。待样品的吸光度 A 测出后，就可以在工作曲线上求出相应的浓度 c 。

2.2.2 仪器的基本结构

721 型分光光度计的內部主要由光源灯部件、单色光器部件、入射光和出射光光量调节器、光电管暗盒（电子放大器）部件和稳压装置等几部分组成。

2.2.3 仪器使用方法

- ① 打开电源开关，指示灯亮，打开比色皿暗箱盖，预热 20 min；
- ② 旋转波长调节器旋钮，选择所需的单色光波长；
- ③ 选择适当的灵敏度挡（能调到透光率为 100%、挡次越小越好）；
- ④ 将盛有比色溶液的比色皿放在比色皿架上，将挡板卡紧；
- ⑤ 推进比色皿拉杆，使参比溶液处于光路，打开比色皿暗箱盖，光路自动切断，旋转零点调节器调零；
- ⑥ 合上暗箱盖，光路接通，旋转光量调节旋钮，使光 100% 透过；
- ⑦ 重复调节“0”点和“100%”，稳定后，将比色皿架拉杆拉出，测定被测溶液的吸光度；
- ⑧ 改变波长后必须重新调节；
- ⑨ 测定完毕后，取出比色皿，洗净擦干，放入盒内，切断电源，关闭仪器。

2.2.4 注意事项

- ① 连续使用时间不应超过 2 h，最好是间歇半小时再使用。
- ② 仪器在预热、间歇期间，要将比色皿暗箱盖打开，以防光电管受光时间过长而产生“疲劳”。
- ③ 手持比色皿时，要接触“毛面”，每次使用完毕后，都要用去离子水（或蒸馏水）洗净并倒置晾干后再放入比色皿盒内。使用时要特别注意保护比色皿的透光面，使其不受污染或划损，擦拭要用高级镜头纸。
- ④ 在搬动或移动仪器时，注意小心轻放。

第3章 分析化学实验常见玻璃量器及使用

3.1 滴定管及其使用

滴定管是滴定时用来准确测量放出滴定溶液体积的量器。它是滴定分析中最常用的仪器。常量分析用的滴定管有 25 mL、50 mL 和 100 mL 等几种规格，其最小分度值为 0.1 mL，读数可估计到 0.01 mL。此外，还有容积为 10 mL、5 mL、2 mL 和 1 mL 的半微量和微量滴定管，最小分度值为 0.05 mL、0.01 mL 或 0.005 mL。它们的形状各异。

常量分析中常用容积为 50 mL 的滴定管。

按用途不同，滴定管可分为酸式滴定管和碱式滴定管。酸式滴定管用玻璃磨口活塞控制溶液流量，可装入酸性、中性及氧化性溶液。碱式滴定管的下端连接一段放有玻璃珠的橡皮管，橡皮管的下端再连接一支尖嘴玻璃管。玻璃珠用于控制碱溶液的流量。碱式滴定管可盛碱性溶液和无氧化性溶液。具有氧化性的溶液（如 KMnO_4 、 I_2 和 AgNO_3 溶液）和侵蚀橡皮管的酸类均不能使用碱式滴定管。

半微量滴定管：容积为 10 mL，最小刻度为 0.05 mL，一般附有自动加液漏斗。

微量滴定管：也附有自动加液漏斗。

3.1.1 滴定前酸式滴定管的准备

1. 检查与清洗

用前先检查玻璃活塞是否配套紧密，如不紧密，并有严重的漏水现象，不宜使用。根据实验要求、污物性质和沾污程度进行清洗。常用的清洗方法为：① 首先用自来水冲洗。② 若污物洗不掉，改用合成洗涤剂洗。③ 若还不能洗净，可用铬酸洗液洗涤。方法是：关闭活塞，倒入 10~15 mL 铬酸洗液于酸式滴定管中，一手拿住滴定管上端无刻度处，另一手拿住活塞上端无刻度处，边转动边将洗液向管口一头倾斜（严防活塞脱落），逐渐端平滴定管，让洗液布满全管。然后竖直滴定管，打开活塞，将洗液放回原瓶中。如果内壁污染严重，改用热洗液浸泡一段时间后再洗涤干净。

总之，要根据具体情况选用针对性的洗涤剂进行清洗。如管壁有 MnO_2 沉淀时，可用亚铁盐溶液进行冲洗；盛装 AgNO_3 标准溶液后产生的棕黑色污垢，要用稀硝酸或氨水清洗。

污物清洗后，还必须用自来水冲洗干净，再用蒸馏水润洗三次。将管外壁擦干，检查管内壁是否完全被水均匀润湿且不挂水珠。如内壁是不均匀润湿而挂有水珠，则应重新洗涤。

2. 活塞涂油

为了使玻璃活塞转动灵活并防止漏水，需将活塞涂上凡士林。操作如下：把滴定管平放在桌面上，先取下套在活塞小头上的橡皮圈，后取出活塞，洗净，用滤纸擦干活塞及活塞槽。将滤纸卷成小卷，插入活塞槽进行擦拭，如图 3-1 所示。用手指蘸上少许凡士林在活塞

孔两边均匀、薄薄地涂上一层,活塞中间有孔的部位及孔的近旁不能涂,如图 3-2 所示。或者分别在活塞大头一端和活塞套小头一端的内壁涂上薄薄一层凡士林。将涂好凡士林的活塞准确地直插入活塞槽中(不能转动插入),插入时活塞孔应与滴定管平行,如图 3-3 所示。将活塞按紧后沿同一方向不断转动,直到从外面观察油膜均匀透明为止。旋转时,应有一定的挤压力,以免活塞来回移动,使孔受堵,如图 3-4 所示。



图 3-1 擦干活塞内壁手法

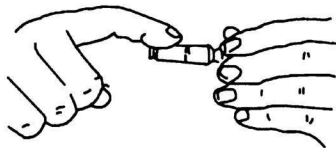


图 3-2 涂油手法

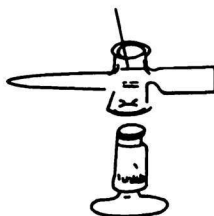


图 3-3 活塞安装

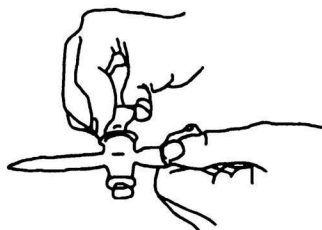


图 3-4 转动活塞

若发现活塞转动不灵活或出现纹路,说明凡士林涂得不够;如果凡士林从活塞隙缝溢出或挤入活塞孔,表示凡士林涂得太多。遇到上述情况,必须重新涂凡士林。涂好凡士林后,在活塞小头套上橡皮圈,防止活塞脱落。

3. 清除活塞孔或尖嘴管孔中凡士林的方法

活塞孔堵塞,比较容易清除,取下活塞,放入盛有热水的烧杯中,待凡士林熔化后自动流出。如果是滴定管尖嘴堵塞,则需用水充满全管,将尖嘴浸入热水中,温热片刻后打开活塞使管内水突然冲下,可把熔化的凡士林带出。

4. 试漏

检查滴定管是否漏水,用水装满滴定管至“0”刻度以上,夹在滴定管架上直立 2 min,观察有无水滴漏下,再将活塞旋转 180°,直立静置 2 min,再仔细观察有无水滴漏下。

3.1.2 滴定前碱式滴定管的准备

用前先检查碱式滴定管下端橡皮管是否老化、变质。查看橡皮管长度是否合适,橡皮管不宜过长,否则滴定管内液位高时,橡皮管膨胀,会影响读数。检查玻璃珠的大小是否合适。玻璃珠过大,不便操作,过小会漏水。如玻璃珠不合要求,应及时更换。要达到既不漏水,又能灵活控制滴液速度的目的。

碱式滴定管的洗涤方法和酸式滴定管的洗涤方法基本相同,注意选择合适的洗涤剂。如果需用铬酸洗液时,不能让铬酸洗液接触橡皮管。把碱式滴定管倒立于盛有铬酸洗液的烧杯中,将滴定管尖嘴连接在抽气泵上。打开泵轻轻挤玻璃珠抽气,让洗液徐徐上升到接近橡皮管处为止,浸泡 20~30 min。拆除抽气泵,轻挤玻璃珠放进空气,使洗液回到烧杯中。然

后用自来水和蒸馏水依次冲洗、润洗。用洗耳球代替抽气泵亦可。

3.1.3 装入滴定液

1. 用滴定液润洗

在正式装入滴定液前，先用滴定液润洗滴定管内壁三次，每次用 8~10 mL。润洗方法是：两手平持滴定管，边转动边倾斜管身，使滴定液洗遍全部内壁。从管口放出少量滴定液，然后打开活塞冲洗管尖嘴部分，尽量放净残留液。对于碱式滴定管，要特别注意对玻璃珠下方部位的润洗。

2. 装入滴定液

滴定管用滴定液润洗后，可将滴定液直接装入滴定管中，不得借用其他任何量器来转移。装入方法如下：左手前三指持滴定管上部无刻度处，使刻度面向手心，将滴定管稍微倾斜，右手拿住试剂瓶，将滴定液直接倒入滴定管至“0”刻度以上。

3. 赶气泡

充满滴定液后，先检查滴定管尖嘴部分是否充满溶液。酸式滴定管的气泡容易看到。有气泡时，迅速打开活塞让溶液急速流出，以赶走气泡。碱式滴定管的气泡往往在橡皮管和尖嘴玻璃管内。橡皮管内的气泡应对光检查。排除气泡的方法是：右手持滴定管并将其倾斜约 30° ，左手把橡皮管向上弯曲，让尖嘴斜向上方，用两指挤玻璃珠稍上边的橡皮管，使溶液和气泡从尖嘴管口喷出，如图 3-5 所示。重新装满滴定液，将液面调至“0”刻度处。

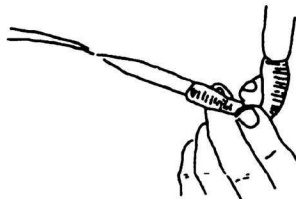


图 3-5 碱式滴定管除气

3.1.4 滴定管的读数

由于滴定管读数不准而引起的误差，是滴定分析误差的主要来源之一。对初学者来说，应多做读数练习，切实掌握好正确的读数方法。由于溶液的内聚力和附着力的相互作用，使滴定管内的液面呈弯月面。如果溶液有颜色，将会明显减少溶液的透明度，给读数带来困难。为了准确读数，应注意以下几点：

① 读数时滴定管要自然垂直：静置 2 min 后，将滴定管从滴定管架上取下，用左手大拇指和食指捏住滴定管上端无刻度或无溶液处，使滴定管保持自然垂直状态，然后读数。

② 读数时视线要水平：无色或浅色溶液应读取弯月面的最低点，即读取视线与弯月面相切的刻度。视线不水平会使读数偏低或偏高，如图 3-6 (a) 所示。深色溶液如 KMnO_4 溶液等，应读取视线与液面两侧最高点相齐的刻度。注意，初读数与终读数应用同一标准。

③ “蓝带”滴定管读数：“蓝带”滴定管是乳白色衬背上标有蓝线的滴定管，其读数对无色溶液来说是以 2 个弯月面相交的最尖部分为准，如图 3-6 (b) 所示。当视线与此点水平时即可读数。若为深色溶液，仍应读取视线与液面两侧最高点相齐的刻度。

④ 读数卡的用法：为了帮助读数，在滴定管背面衬上一黑白两色卡片，中间部分为 $3\text{ cm} \times 1.5\text{ cm}$ 的黑纸，如图 3-6 (c) 所示。读数时将卡片放在滴定管的背后，使黑色部分在弯月面下约 1 mm 处。此时可看到弯月面反射层全部成为黑色，这样的弧形液面界线十分清晰，易于读取黑色弯月面下缘最低点的刻度。

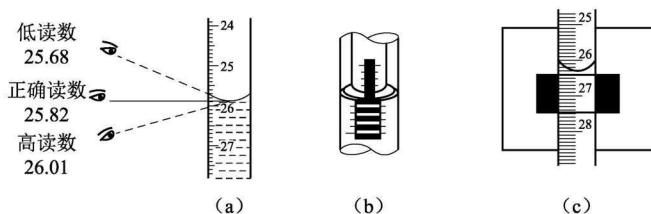


图 3-6 滴定管的读数方法

⑤ 读至小数点后 2 位：滴定管上的最小刻度为 0.1 mL，第二位小数是估计值，要求读准至 0.01 mL。

3.1.5 滴定管操作方法

1. 酸式滴定管活塞操作

使用酸式滴定管进行滴定时，将酸式滴定管垂直夹在右边的滴定管夹上。活塞柄向右。

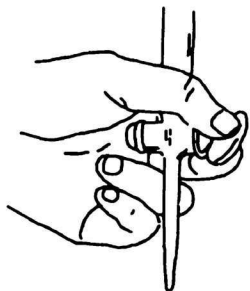


图 3-7 左手旋转活塞法

左手从滴定管后向右伸出，拇指在滴定管前，食指和中指在管后，三个指头平行地轻轻控制活塞旋转，并向左轻轻扣住（手心切勿顶住活塞，以免漏液），无名指及小拇指向手心弯曲并向外顶住活塞下面的玻璃管，如图 3-7 所示。当活塞沿逆时针方向转动时，拇指移向活塞柄靠身体的一端（与中指在一端），拇指向下按，食指向上顶，使活塞轻轻转动。活塞沿顺时针方向转动时，拇指移向食指一端，拇指向下按，中指向上顶，使活塞轻轻转动。注意转动时中指和食指不能伸直，应微微弯曲以做到向左扣住。

2. 碱式滴定管挤玻璃珠操作

使用碱式滴定管主要是挤玻璃珠的操作。左手拇指和食指挤橡皮管内的玻璃珠，无名指和小指夹住尖嘴玻璃管，向外侧挤压橡皮管将玻璃珠移至手心一侧，在玻璃珠旁形成空隙使溶液流下。注意，不要用力捏玻璃珠，也不要上、下挤玻璃珠。尤其不要挤玻璃珠下面的橡皮管，否则空气进入橡皮管形成气泡，造成读数误差。

3. 滴定操作

滴定一般在锥形瓶或烧杯中进行。滴定时，滴定管的尖嘴要伸入锥形瓶或烧杯 1~2 cm 深处。若用烧杯，滴定管尖嘴应靠在烧杯内壁上，以防溶液溅出。若用锥形瓶，右手拿锥形瓶颈部，距离滴定台面约 1 cm。滴定时，左手控制活塞或挤玻璃珠调节溶液流速。右手持锥形瓶，向同一方向做圆周运动（在烧杯中滴定要用玻璃棒搅拌）。滴定接近终点时，应放慢速度，一滴一滴加入，最后要半滴半滴加入，每加一滴（或半滴），充分摇匀，仔细观察滴定终点溶液颜色的变化情况。变色后 0.5 min 仍不消失，表示已到达终点。

图 3-8 (a) 为酸式滴定管滴定锥形瓶中的溶液。图 3-8 (b) 为碱式滴定管滴定烧杯中溶液。图 3-8 (c) 是使用碘量瓶的滴定，把玻璃塞夹在右手的中指和无名指中间。

4. 熟练掌握控制溶液流速的三种方法

连续式滴加的方法，控制滴定速度每秒 3~4 滴，即每分钟约 10 mL；间隙式滴加的方