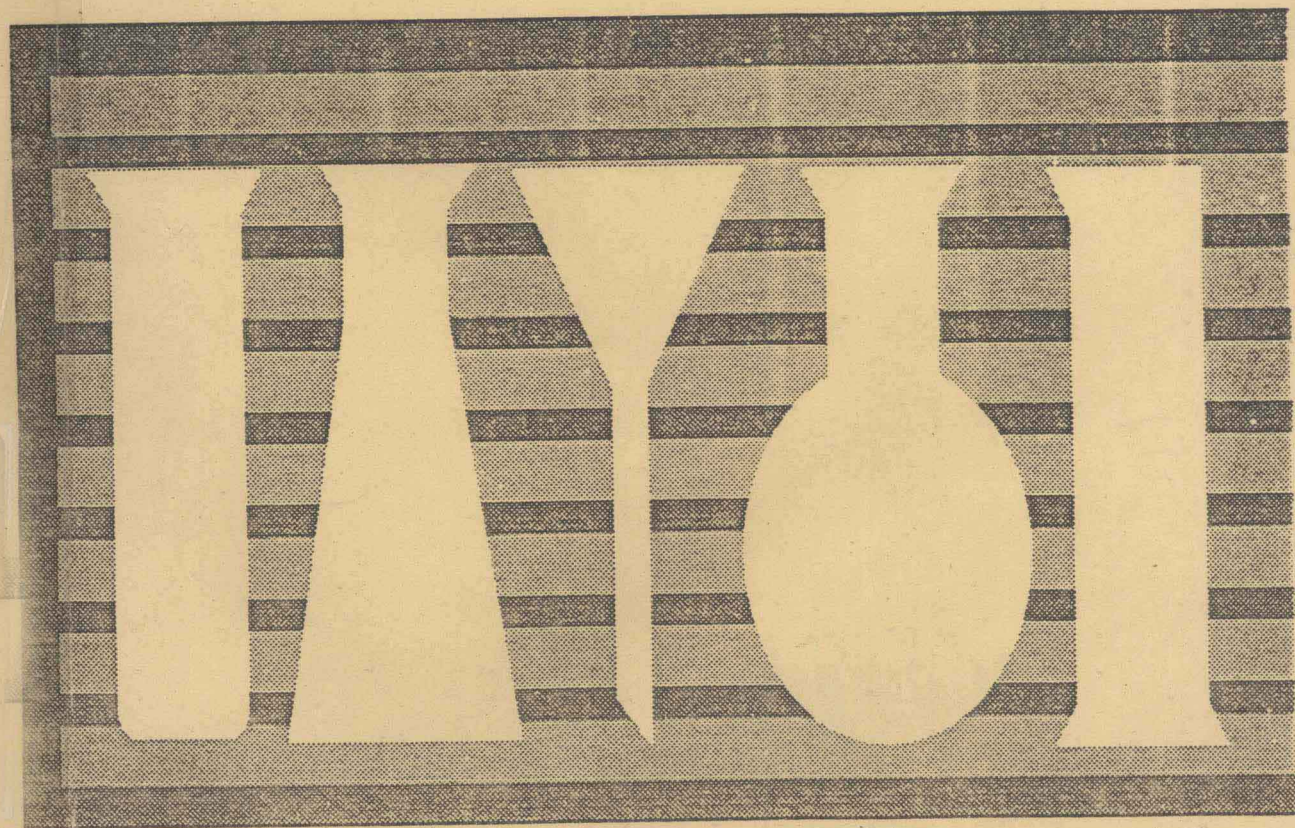


高等学校交流教材

分析化学实验

李健 孔令学 等编



黑龙江商学院

再版前言

本实验教材是在一九八六年第一版的基础上编写。现就编写原则和内容作一些说明。

1. 分析化学是一门实践性很强的学科。为培养学生具有观察现象,分析问题和勤于思考的能力,在每个实验后增加了思考题数量。

2. 由于近些年仪器分析教学内容的增加,我们适当增加了仪器分析的实验内容,压缩了化学分析的内容。总的实验个数,由第一版的 67 个减至近 60 个实验。

3. 为适应电子计算机飞速发展和广泛应用这一新形势的需要,增写了“电子计算机的应用”一章。

本实验教材由李健同志主编,参加编写的有陈平、张亚丽、吴艳华、孔令学、王亚君等同志,最后由孔令学付教授通读整理。

由于编者水平有限,书中难免有不妥和错误之处,望批评指正。

分析化学实验课的意义和要求

分析化学是一门实践性很强的学科,它的课时占整个课时的一半到 2/3。它的任务是使学生加深对分析化学理论的理解;掌握分析基本操作技能;是培养学生分析问题、解决问题能力的有力手段;为学习后续课程和将来从事生产和科研工作打下良好基础。为达到此目标,学生必须做到以下几点:

1. 做好预习工作。预习是做好实验的首要条件。实验前,要认真阅读有关实验内容,明确实验目的、原理和操作过程,结果计算方法等等。并写好预习报告。

2. 实验过程中,要手脑并用。每做一个步骤,都必须理解它的原理,不能按“照方执药”,机械式地做实验。把实验现象及数据及时地记录在实验记录本上。为此要求学生做实验时,一定要带实验记录本。同时要遵守实验室纪律,不迟到,因事不能参加实验要凭系主任批准的请假单,向指导教师请假,否则按旷课论处。要爱护仪器,损坏仪器者,要及时填写仪器破损单,视仪器破损情况与实验态度,给予罚款。还要注意安全。要了解灭火工具使用知识,安全用电。

3. 实验结束,清洗一切用过的仪器,并放回原处。擦净实验桌,洗净手,打扫地板。把记录本交给指导教师审查,经指导教师同意后,方可离开实验室。及时做实验报告,在下次实验之前,缴交上一次实验报告。写实验报告要字体工整,计算结果,要尊重实验数据,绝不允许私自涂改数据,自凑数据,若有此情况,一经查出,必定严肃处理。

分析化学实验讲义

目 录

再版前言

分析化学实验课的意义和要求

第一章:分析化学实验室基础知识	(1)
§ 1-1:分析实验室安全知识	(1)
§ 1-2:化学试剂一般知识	(1)
§ 1-3:定量分析常用仪器	(3)
§ 1-4:滴定分析基本操作	(4)
§ 1-5:重量分析基本操作	(12)
§ 1-6:实验数据的记录、处理和实验报告	(18)
第二章:分析天平的称量练习	(20)
§ 2-1:分析天平	(20)
§ 2-2:分析天平实验	(29)
实验一:分析天平零点和灵敏度的测定	(29)
实验二:分析天平称量练习	(31)
实验三:分析天平砝码校正	(33)
第三章:容量分析实验	(37)
实验一:容量器皿校正	(37)
实验二:酸碱标准溶液的配制、浓度比较和标定	(42)
实验三:有机酸含量的测定	(46)
实验四:混合碱(Na_2CO_3 和 NaOH)的测定(双指示剂和混合指示剂法)	(48)
实验五:铵盐中含氮量的测定(甲醛法)	(50)
实验六:乙酰水杨酸(阿司匹林)含量测定	(52)
实验七:白酒中总酸度的测定	(53)
实验八:醋酸钠含量的测定	(54)
实验九: α -氨基酸含量的测定(非水酸碱滴定法)	(56)
实验十:青霉素 G 钾中水份含量的测定(非水酸碱滴定法)	(58)
实验十一:EDTA 标准溶液的配制与标定	(61)
实验十二:水硬度的测定	(64)

实验十三:石灰石中钙镁含量的测定	(66)
实验十四:铋、铅混合液中铋和铅的连续测定	(68)
实验十五:络合滴定中的酸效应	(70)
实验十六:银量法标准溶液的配制与标定	(72)
实验十七:溴化钾含量的测定(佛尔哈德法)	(74)
实验十八:高锰酸钾标准溶液的配制与标定	(75)
实验十九:硫酸亚铁试剂中铁含量的测定	(78)
实验二十:过氧化氢含量测定	(79)
实验二十一:重铬酸钾——无汞法测定铁矿石中铁的含量($\text{SnCl}_2 \sim \text{KIO}_3 \sim \text{Ag}_2\text{SO}_4$ 法)	(80)
实验二十二:重铬酸钾——无汞法测定铁矿石中铁的含量($\text{SnCl}_2 - \text{TiCl}_3$ 为还原剂, Na_2WO_4 为指示剂)	(82)
实验二十三:铜盐中铜含量的测定	(84)
实验二十四:硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	(86)
实验二十五:维生素 C 注射液中 V _C 含量的测定(碘量法)	(89)
实验二十六:葡萄糖含量的测定(碘量法)	(91)
实验二十七:咖啡因含量的测定(碘量法)	(93)
实验二十八:苯酚含量的测定(溴酸钾法)	(94)
第四章:重量分析实验	(96)
实验一:葡萄糖干燥失重测定	(96)
实验二:煤中含硫量的测定	(97)
实验三:玻璃试料中 SiO_2 的测定	(99)
第五章:仪器分析实验	(101)
实验一:氯化钠和碘化钾的电位滴定	(101)
实验二:自来水中氟离子的测定	(104)
实验三:紫外可见分光光度法	(108)
实验四:铁的测定——邻菲罗啉法	(116)
实验五: KMnO_4 和 $\text{K}_2\text{G}_2\text{O}_7$ 混合液中两组份的测定	(118)
实验六:苯甲酸钠含量的测定	(120)
实验七:维生素 B_{12} 的定性鉴别和含量测定	(122)
实验八:啤酒中双乙酰含量的测定	(125)
实验九:红外分光光度计性能检查	(127)
实验十:固体样品红外光谱的测定	(132)
实验十一:液体样品红外光谱的测定	(135)

实验十二:硫酸奎宁激发光谱和发射光谱的绘制	(141)
实验十三:水中痕量铝的测定	(142)
实验十四:维生素 B ₂ 的荧光分析	(144)
实验十五:EM-360L 型核磁共振波谱仪性能检查	(146)
实验十六: ¹ H 核磁共振图谱的绘制	(149)
实验十七:Cu、Fe、Co、Ni 的纸上层析分离	(151)
实验十八:Ni ²⁺ 、Co ³⁺ 离子交换层析分离和测定	(153)
实验十九:薄层层析法分离氨基酸	(156)
实验二十:SP-2305 型色谱仪热导检测器调试	(158)
实验二十一:固定液的涂渍和色谱柱老化	(161)
实验二十二:苯、甲苯、二甲苯混合物分析	(163)
实验二十三:气相色谱法测定无水乙醇中水的含量	(165)
实验二十四:高效液相色谱参数的测定	(167)
实验二十五:高效液相色谱法测定 APC 片剂的含量	(169)
第六章:电子计算机的应用	(172)
实验一:酸效应系数 log $\alpha_{\text{A}}(\text{H})$ 的计算	(173)
实验二:弱酸溶液 pH 值的计算:计算 0.01, 0.02, ..., 0.06M 弱酸溶液的 pH 值 ...	(176)
实验三:高效方程的求解:计算 1.0×10^{-3} M HAc 溶液的 pH	(178)
实验四:H ₃ PO ₄ 实验滴定曲线的绘制	(181)
附 表	(183)

第一章 分析化学实验基础知识

§ 1-1 实验室安全知识

分析实验室应建在明亮、干燥、通风良好,并远离振源和强电磁场的地方。具有水、电和通风橱等设施。还有防火设备如灭火器、砂箱等。学生在实验前应明了这些设施的位置,实验中严格遵守实验室的安全规则:

1. 实验室内严禁饮食、吸烟,一切化学药品禁止入口。实验完毕,须洗手。水、电和煤气灯使用完毕,应立即关闭。离开实验室时,应仔细检查水、电、煤气、门、窗是否已关好。

2. 使用浓 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、 HClO_4 、氨水时,均应在通风橱中操作。如不小心溅到皮肤和眼内,应立即用水冲洗,然后用 5% 碳酸氢钠溶液(酸腐蚀时采用)或 5% 硼酸溶液(碱腐蚀时采用)冲洗,最后用水冲洗。

3. 如发生烫伤,可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤膏。严重者应立即送医院治疗。实验室如发生火灾时,应根据起火原因进行针对性灭火。酒精及其它可溶于水的液体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等有机物着火时,用砂土扑灭;导线或电器着火时,不能用水及二氧化碳灭火器,而应首先切断电源,用 CCl_4 灭火器灭火。

4. 实验室应保持整齐、干净。不能将毛刷、抹布、废纸等扔在水槽中。废酸、废碱及易腐蚀、有毒等废液小心倒入废液缸,切勿倒入水槽内,以免腐蚀下水管和污染环境。

§ 1-2 化学试剂一般知识

1. 常用试剂的规格

用来测定试样用的物质,统称试剂。化学试剂的规格是以其中所含杂质多少来划分的。表 1-1 是我国化学试剂等级标志与某些国家化学试剂等级标志的对照表。

化学试剂中,指示剂纯度往往不太明确。除少数标明“分析纯”“试剂四级”外,经常遇到只写明“化学试剂”“企业标准”或“部颁暂行标准”“生物染色素”等等。有的有机溶剂、掩蔽剂等经常见到级别不明的情况,可作为“化学纯”试剂使用。必要时需提纯。

此外,还有一些特殊用途的所谓高级纯试剂。例如,“色谱纯”试剂,是在最高灵敏度下以 10^{-10}g 下无杂质峰来表示的;“光谱纯”试剂,它是以光谱分析时出现的干扰谱线的数目强度大小来衡量的,它不能认为是化学分析的基准试剂,这点须特别注意。基准试剂纯

度相当于或高于优级纯。

表 1-1 化学试剂等级对照表

质量次序		1	2	3	4	5
我国 试剂 等级 标志	级别	一级品	二级品	三级品	四级品	
	中文标志	保证试剂	分析试剂	化学纯	化学用	生物试剂
		优级纯	分析纯	纯	实验试剂	
	符号	G. R	A. R	C. P.	L. R	B. R 或 C. R
	瓶签颜色	绿色	红色	蓝色	棕色	黄色等
德美英等国通用等级和符号		G. R	A. R	C. P		
独联体国家等级符号		化学纯 Х. Ч.	分析纯 Ч. Д. А.	纯 Ч		
适用范围		科学研究和 精密分析	一般分析	化学实验	工业用	

2. 取用试剂应注意下列事项:

(1) 取试剂时保持清洁, 避免试剂污染。瓶塞要放在干净的桌面上, 并把插入瓶内的部分朝上, 或者用手拿着。取用后应立即盖好瓶子, 放回原来位置。

(2) 用吸管吸取试剂溶液时, 绝不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中。不允许把管口向上, 不用时放于吸管架上。

(3) 试剂瓶上部应贴标签, 写明试剂名称、规格。书写标签最好用绘图墨汁, 并用腊涂封。

(4) 试剂的浓度及用量应按要求适当使用, 浓度过高, 不仅造成浪费, 而且还可能严重副反应, 甚至得不到正确结果。

3. 试剂的保管:

一般化学试剂应保存在通风良好、干净干燥的房子里, 防止水分、灰尘和其它物质沾污。同时, 根据试剂性质有不同的保管方法:

(1) 对玻璃有侵蚀作用的试剂, 如氢氧化钠、氢氧化钾、氢氟酸及氟盐(氟化钠、氟化钾、氟化铵), 应保存在塑料瓶或涂有石蜡的玻璃瓶中。

(2) 见光易分解的试剂如过氧化氢(又称双氧水, 分子式 H_2O_2)、硝酸银、高锰酸钾、草酸、硫代硫酸钠等, 与空气接触易氧化的试剂如氯化亚锡、硫酸亚铁等, 以及易挥发的试剂如溴水、氨水及乙醇等, 应放在棕色瓶内置于凉暗处。

(3) 吸水性强的试剂如无水碳酸钠、氢氧化钠、过氧化钠等应严格密封(一般用蜡封)。

(4) 相互易作用的试剂如挥发性的酸与氨、氧化剂与还原剂应分开存放。易燃、易爆炸的试剂, 应分开贮存在阴凉通风、不受阳光直接照射的地方。

(5) 剧毒试剂如氰化钾、氰化钠、氢氟酸、二氯化汞、三氧化砷(砒霜)等, 应特别妥善保

管,经一定手续领取,以免发生事故。

§ 1—3 定量分析常用仪器

一、常用玻璃仪器及用途:

常用玻璃仪器如下图(1—1)

图 1—1 定量分析中的常用仪器



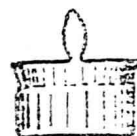
(1)玻璃洗瓶



(2)塑料洗瓶



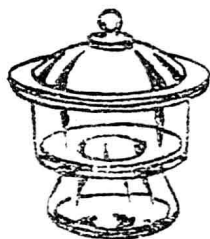
(3)高形称量瓶



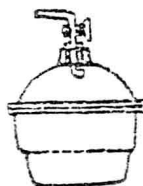
(4)扁形称量瓶



(5)容量瓶



(6)普通干燥器



(7)真空干燥器



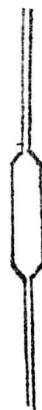
(8)坩埚钳



(9)酸式滴定管



(10)碱式滴定管



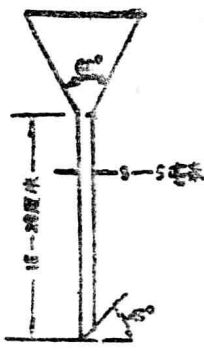
(11)无分度吸管(移液管)



(12)分度吸管(吸量管)



(13)容量瓶



(14)长颈漏斗



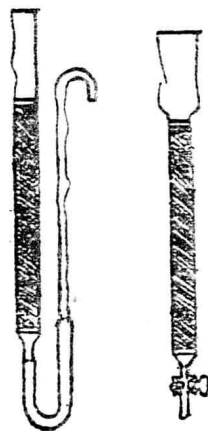
(15)玻璃砂芯坩埚



(16)瓷坩埚



(17)玛瑙研钵



(18)离子交换柱

1. 烧杯、烧瓶、锥形瓶和试管:这几种器皿均可加热(注意不可直接置于电炉上加热,要垫上石棉网),其中锥形瓶多用于滴定操作时,盛装被滴定溶液,因为它瓶底大而瓶口小,滴定时方便摇匀液体。

2. 称量瓶:用作称量(减量法称量)试样或试剂。

3. 碘量瓶:在瓶口夹窄处有一带磨口的瓶塞,用来盛装易挥发性试剂。例如碘量法滴定中,盛装碘溶液。当盛装碘溶液时,盖严塞子,还在瓶口加些蒸馏水进一步封严,滴定时,打开瓶塞,塞子上的水便流入瓶中,把挥发到塞子上的碘冲到瓶底。

4. 滴定管、5. 移液管、6. 容量瓶见 § 1-4 滴定分析基本操作。

7. 干燥器:分普通干燥器和真空干燥器。真空干燥器盖子上部与真空系统连接把干燥器内水气抽干,使贮藏物进一步干燥。干燥器口和盖子要涂上凡士林,当打开盖子时,在桌

予上一手固定干燥器,一手往一边把盖子平推。

8. 漏斗和玻璃砂芯坩埚:用于固-液分离

二、常用的坩埚和研钵的使用:

坩埚:多用于加热试样。按坩埚耐热性的不同,又有不同类型坩埚。以下仅介绍常用的几种:

1. 铂坩埚:

铂是一种贵金属,熔点 1774℃,耐高温可达 1200℃,质软,使用时应十分小心,应防止变形和损伤。在任何情况下,铂器皿不得用手揉捏,也不得用玻璃棒捣刮。

铂器皿的加热和灼烧,均应在垫有石棉板或陶瓷板的电炉(或电热板)上进行,或在煤气灯的氧化焰上进行,不能与电炉丝、铁板接触,也不能与煤气灯的还原焰(含未燃烧完全的还原性气体)接触,因为铁在高温下能与铂形成合金,还原性气体能与铂形成脆性的碳化铂,从而损坏铂器皿。滤纸可以在铂器中灼烧,但必须注意在低温和空气充足的情况下,让碳燃烧完后,才能提高温度。

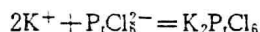
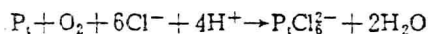
热的铂器皿,只许用铂坩埚钳(钳的尖端包有一层铂)夹取。

大多数金属在较高温度时能与铂形成合金,故不能在铂器皿内灼烧或熔融金属、重金属和某些非金属的化合物,例如 Pb、Sb、Si、Sn、Ag、Hg、Cu 等的化合物、硫化物、磷和砷的化合物等,在高温时易还原为相应的金属和非金属元素,与铂形成合金或化合物而损坏铂器皿。

铂与常用的酸不发生化学反应,只有在高温下才会受到浓磷酸的腐蚀。实验证明,在铂坩埚中加入浓盐酸、40%氢氟酸、浓硫酸和 85%的磷酸加热至冒烟时,其损失量分别为:30—80, 8—11, 7—10, 8—9 μ g。铂易溶于王水(或含有氯化物的硝酸)、氯水和溴水中。含卤素和能析出卤素的物质、盐酸和氧化剂(如 KClO₃、NO₃⁻、NO₂⁻、KMnO₄、K₂Cr₂O₇、MnO₂等)的混合物等,对铂器皿有侵蚀作用。

碱金属和钡的氧化物、氢氧化物、氰化物、硝酸盐和亚硝酸盐等,在高温熔融时侵蚀铂器皿。在铂器皿中,用 K₂CO₃、Na₂CO₃ 熔融是安全的,但不能用 Li₂CO₃。

碱的水溶液在铂器皿中蒸发时,对铂的侵蚀作用很小。但在空气中,用含 KCl 的盐酸溶液时,对铂有显著的侵蚀作用,这可能是由下列反应引起的:



K₂P_tCl₆ 的溶解度较小,故促使反应的进行。

NaCl—HCl 溶液对铂器皿的侵蚀作用较小。

FeCl₃—HCl 溶液对铂器皿有显著的侵蚀作用。

在红热下氢可渗透铂内,结果,来自加热坩埚外壁火焰中的氢,就会在坩埚内发生还原反应。因此,最好使用电炉。铂在空气中燃烧时,有少量呈微挥发性氧化物 P_tO₂ 的形式

损失,高于 1200℃ 时长时间加热,更为明显。

组分不明的试样,不得使用铂器皿加热或熔融。

铂器皿应经常保持清洁和光亮,使用过的铂器皿,通常用 (1+1)HCl 溶液煮沸清洗。如清洗不净,可用 $K_2S_2O_7$ 、 Na_2CO_3 或硼砂熔融。如仍有污点,则可用砂布包 100 筛孔以上的细砂,加水润湿后,轻轻擦试,使铂器皿表面恢复正常的光泽。

铂金坩埚变形时,可在木板上,一边滚动,一边用牛角匙压柳坩埚内壁整形。

2. 瓷坩埚

它可耐热 1300℃,瓷的成份相当于 $NaKO : Al_2O_3 : SiO_2 = 1 : 8.7 : 22$ 的比值。其内外壁均涂上一层釉,一般组成为 $SiO_2 73\%$, $Al_2O_3 9\%$, $CaO 11\%$ 和碱 (Na_2O 等) 60% 。其抗蚀性比玻璃器高。

一般不能用 $NaOH$ 、 Na_2O_2 、 Na_2CO_3 等碱性物质在瓷坩埚中熔融,因为瓷坩埚是硅酸盐,易被碱、氢氟酸和热磷酸溶液腐蚀,这点必须注意。

瓷坩埚适于 $K_2S_2O_7$ 等酸性物质熔融样品。

瓷坩埚一般可用稀 HCl 煮沸清洗。

3. 石英坩埚

一般类型的石英坩埚约含 99.8% SiO_2 ,主要杂质为 Na、Al、Fe、Ng、Ti 和 Sb。可在 1700℃ 以下灼烧,但温度太高时,石英会变成不透时状态,因此熔融温度一般不超过 800℃。

石英坩埚不能和氢氟酸、热磷酸接触。高温时,极易和强碱和碱金属的碳酸盐作用。

石英质脆,易破,使用时要小心。

适用于用 $K_2S_2O_7$ 、 $KHSO_4$ 熔融样品和用 $Na_2S_2O_3$ (212℃ 焙干) 熔剂处理样品。

可用稀无机酸(除氢氟酸外)作清洗剂。

4. 研钵

常用研钵有玻璃研钵、瓷研钵和玛瑙研钵等,使用时应根据存在的杂质及其对分析工作的影响加以选用。下面主要介绍玛瑙研钵的性质。

它是石英的变体,含少量 Fe、Al、Ca、Mg、Mn 等杂质,硬度大。

不能和氢氟酸接触,不能受热。

可用水或稀盐酸洗涤,或用少许 NaCl 研磨,亦可和细砂一起研磨清除垢物。

三、玻璃器皿的洗涤

洗净的容量器皿,它的内壁应能被水均匀润湿而不挂水珠。

分析实验室中常用的洁净剂是肥皂、肥皂液、洗衣粉、去污粉各种洗涤液和有机溶剂等,详见附录。

一般的器皿如烧杯、锥形瓶、试剂瓶等,可用刷子蘸取去污粉、洗衣粉、肥皂液等直接刷洗其内外表面。

滴定管、移液管及容量瓶等量器,为了避免容器内壁受机械磨损而影响容积测量的准确度,一般不用刷子刷洗,常用铬酸洗液侵洗。

铬酸洗液配制方法:称取 10 克工业纯 $K_2Cr_2O_7$ 置于 400ml 烧杯中,加少量水溶解后,慢慢加入 200ml 粗硫酸(工业纯),边加边搅拌,待溶液冷去后转入带有磨口玻璃塞子的玻璃瓶中。铬酸洗液为强氧化剂,腐蚀性很强,易烫伤皮肤,烧坏衣物;铬有毒,使用时注意安全。具体操作如下:

首先将仪器用自来水冲洗或用毛刷洗干净,倾尽水。然后加入数毫升铬酸洗液,倾斜此容器,用手慢慢转动使洗液布满全部器壁。待数分钟后,把洗液倒回原洗液瓶中。如果内壁沾污严重,则用洗液充满容器,浸泡 10 分至数小时。或用温热洗液浸泡 20~30 分钟。用洗液侵洗后,用少量自来水冲洗,此废水倒到专门的废液缸中,再用自来水冲洗。在使用前仍要用蒸馏水洗两三次(注意用少量蒸馏水多次洗涤,这样既节约蒸馏水,又能洗净仪器。当洗液变成绿色时便失效,便可倒入废液缸中不能随便倒到下水道内,以免污染环境。在洗碱式滴定管时,要卸下管下端橡皮管,套上旧橡皮头,再倒入洗液。

必须指出,铬酸洗液并不是万能的,认为任何污物都能用它洗去的看法是不对的。例如 MnO_2 沾污的仪器,用铬酸洗液是无效的。这情况只能用盐酸— $NaNO_2$ 或盐酸羟胺等还原剂洗涤,效果较好。

§ 1—4 滴定分析仪器及其基本操作

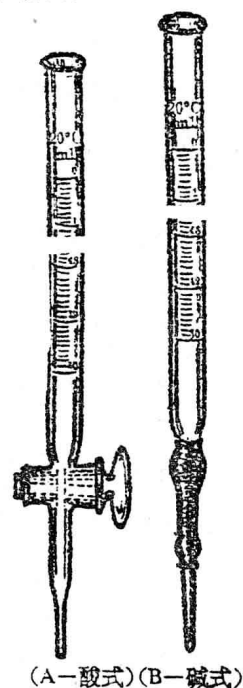
定量分析中溶液体积的测量常用玻璃量器,如滴定管、吸管、容量瓶、量筒和量杯等。体积测量的误差也是定量分析的主要来源。溶液体积测量的准确度,一方面决定于所用容量器皿的容积是否准确,另一方面,更重要的是取决于准备与使用容量器皿是否正确,下面分别讨论这些问题。

一、滴定管

1. 滴定管分类

滴定管是滴定时量标准溶液体积的玻璃量器。常量分析的滴定管容积有 50 毫升和 25 毫升两种,最小刻度为 0.1 毫升,读数可估计到小数后第二位。还有容积为 10 毫升、5 毫升、2 毫升、1 毫升的半微量或微量滴定管。

滴定管又分为酸式滴定管和碱式滴定管如图 1—2 所示:



(A—酸式)(B—碱式)

图 1—2 滴定管

酸式滴定管下端有玻璃活塞开关,用来盛酸性溶液和氧化性溶液,不宜盛碱性溶液。因为碱性溶液能腐蚀玻璃,使活塞难于转动。碱式滴定管的下端接连一橡皮管,管内有玻璃珠以控制溶液的流出,橡皮管下端再接一尖咀玻璃管。凡是能与橡皮管起反应的氧化性溶液,如 KMnO_4 、 AgNO_3 等溶液,都不能装入碱式滴定管中。

滴定管又分为无色和棕色两种,棕色的主要是盛装见光易分解的溶液,如 AgNO_3 、 KMnO_4 等。

2. 滴定管的使用

(1) 使用前的准备:

a. 洗涤:按前述方法洗净滴定管(见 § 1-3 之三)。

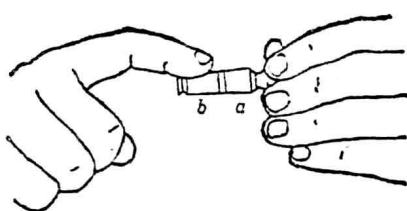
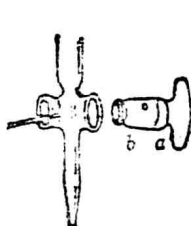


图 1-3

b. 试漏:用洗液洗干净滴定管后,把它盛满自来水,如果是酸式滴定管,可转动活塞再把它关上,检查活塞处是否漏水,若漏水,则把水倒掉,取出活塞,用滤纸或干净的布擦干活塞及活塞槽里的水,分别在活塞大端和

活塞槽小端涂上一薄层凡士林油(图 1-3)。要注意凡士林油不能涂到活塞孔处。同时不能涂得太多或太少。涂太多会堵塞活塞孔,涂太少,活塞转动不灵活,而且还会漏水。涂好凡士林油后,用橡皮圈将活塞缠好,以防活塞脱出而漏水。对碱式滴定管,要检查管下端的橡皮管中玻璃珠是否过小或过大,过小易漏水,过大玻璃珠堵塞太紧不易控制,这时可换上适当大小的玻璃珠。

c. 试漏后,先用少量蒸馏水冲洗滴定管 2-3 次,然后加入待装之标准液溶液 5-10 毫升,两手平端滴定管,慢慢转动,使溶液流遍全管,再把滴定管竖起,打开活塞,使溶液从出口管下端流出,如此洗涤 2-3 次,以洗去管中残留的水份,即可装入标准溶液。注意应将待装溶液直接倒入滴定管,不要借用任何别的器皿,以免标准溶液浓度改变或造成污染。装好标准溶液后,注意检查滴定管尖嘴内有无气泡,否则在滴定过程中,气泡将逸出,影响溶液体积准确测量。对于酸式滴定管可迅速转动活塞,使溶液很快冲出将气泡带走,对碱式滴定管,可把橡皮管向上弯曲,挤动玻璃珠,使溶液从尖嘴处喷出,即可排除气泡,把气泡排除后,再把待装的标准溶液装到最上的零刻线。

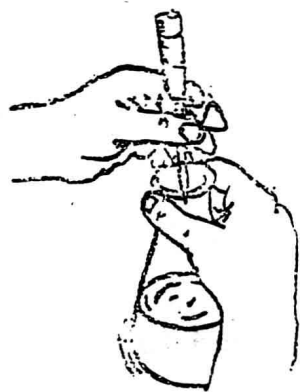


图 1-4 滴定操作

(2) 滴定操作:

a. 姿势: 滴定最好在锥形瓶中进行, 有时也可在烧杯中进行。滴定的姿势如图 1-4 所示。用左手控制滴定管的活塞, 大拇指在前, 食指和中指在后, 后指略微弯曲, 轻轻向内扣准活塞, 转动活塞时, 要注意勿使手心顶着活塞, 以防活塞被顶出, 造成漏水。右手握持锥形瓶, 边滴边摇动, 使瓶内溶液混合均匀反应及时进行完全。摇动时应作同一方向的圆周运动。刚开始滴定, 溶液滴出的速度可以稍快一些。但不能使溶液成流水状放出, 临近终点时, 滴定速度要减慢, 应一滴或半滴地加入, 滴一滴, 摇几下, 并从洗瓶吹入少量蒸馏水洗锥形瓶内壁。使附着的溶液全部流下; 然后, 再半滴、半滴地加入, 直到滴定至准确到达终点为止。半滴的滴法是将滴定管活塞稍稍转动, 使有半滴溶液悬于管口, 将锥形瓶内与管口相接触, 使液滴流出, 并以蒸馏水冲下。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, 捏紧橡皮管, 使橡皮和玻璃珠之间形成一条缝隙, 溶液即可流出。但注意不能捏挤玻璃珠下方的玻璃管, 否则空气进入形成气泡。

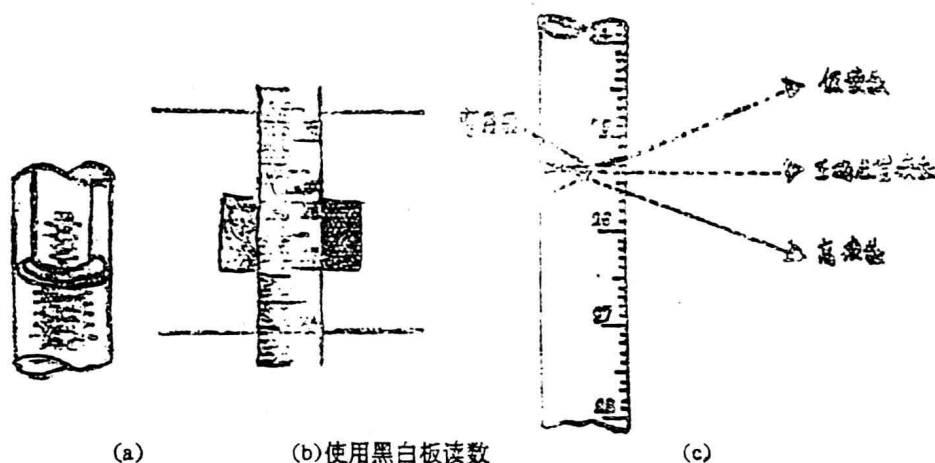


图 1-5 滴定管读数

b. 滴定管的读数: 由于滴定管读数不准确而引起的误差, 常常是定量分析误差的主要来源之一, 为了正确读数, 应遵守下列原则, 用两个指头把滴定管上端垂直地拿着, 面对光源, 眼睛和读数刻度应在同一水平上进行读数。对无色溶液, 读取弯月面下层最低点; 对有色溶液, 读取与液面最上缘相重合的刻度。

对初学者, 可把黑白纸片置于滴定管后, 使黑色部分在弯月面下一毫米处, 此时可看到弯月面的反射层呈现为黑色, 然后读与此黑色弯月面相切的刻度。如果使用“兰带”滴定管时, 液面呈现三角交叉点, 读取交叉点与刻度相重之点的读数, 滴定管的刻度读数是自上而下的, 应该读准到毫升数后第二位, 显然第二位是估计数字。每次滴定前, 都将液面调节在刻度 0.00 毫升或接近“0.00”毫升稍下的位置, 这样每次滴定所读的体积都固定在滴定管一定范围之内, 可以减少体积读数的系统误差。

二、容量瓶

容量瓶是常用的测量溶液体积的一种容量器皿。它是一个细长梨形平底瓶, 带有磨

口玻塞或塑料塞。在其颈上有一标线,在指定温度下,当溶液充满至弯月液面与标线相切时,所容纳的溶液体积等于瓶上标示的体积。它主要用来配制标准溶液,或稀释一定量溶液到一定的体积。通常有 25 毫升、50 毫升、3100 毫升、250 毫升、500 毫升、1000 毫升等各种规格。

1. 容量瓶的准备:使用前要检查是否漏水即在瓶中加水至标线,塞紧磨口塞,右手拿住瓶底,将瓶倒立,观察瓶塞处有无渗水。如不漏水,即可使用,用橡皮筋将塞子系在瓶颈上,因磨口塞与瓶是配套的,搞错后会引起漏水。

容量瓶应洗涤干净。洗涤方法与洗涤滴定管相同。

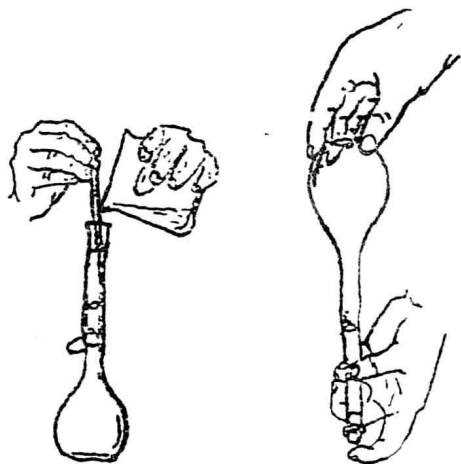


图 1-6 容量瓶的使用

2. 操作方法:如果用固体物质配制标准溶液,先将准确称取的固体物质于小烧杯中溶解后,再将溶液定量转移到预先洗净的容量瓶中,转移溶液的方法如图 1-6 所示,一手拿着玻璃棒,并将它伸入容量瓶中;一手拿烧杯让烧杯咀贴紧玻璃棒慢慢倾斜烧杯,使溶液沿着玻璃棒流下。倾完溶液后,将烧杯沿着玻璃棒轻轻上提,同时,将烧杯直立,使附在玻璃棒和烧杯咀之间的溶液回到烧杯中。再用洗瓶以少量蒸馏水冲洗烧杯 3-4 次,洗出液全部转入容量瓶中(叫做溶液的定量转移)。然后用蒸馏水稀释至容积 $2/3$ 处时,振摇容量瓶使溶液混和,但此时切勿倒转容量瓶。最后,继续加水稀释,当接近标线时,应以

滴管逐滴加水至弯月面恰好与标线相切。盖上瓶塞,以手指压住瓶盖,另一手指尖托住瓶底缘,将瓶倒转并摇动,再倒转过来,使气泡上升到顶,如此反复多次,使溶液充分混合均匀,如图 1-6 所示。

如果把浓溶液定量稀释,则用移液管吸取一定体积的浓溶液移入容量瓶中,按上述方法稀释至标线,摇匀。

热溶液应冷至室温后,才能稀释至标线,否则可造成体积误差。需避光的溶液应以棕色容量瓶配制。不要用容量瓶长期存放溶液,应转移到试剂瓶中保存,试剂瓶应先用配好的溶液荡洗 2-3 次。

三、移液管和吸管

移液管和吸量管都是准确移取一定量溶液的量器。移液管又称吸管,是一根细长而中间膨大的玻璃管,在管的上端有一环形标线,膨大部分标有它的容积和标定时的温度。如图 1-7a 所示。常用的移液管有 5 毫升、10 毫升、25 毫升、50 毫升等规格。

吸量管是具有分刻度的玻璃管,如图 1-7(b)所示,用以吸取所需的不同体积的溶

液,常用的吸量管有1毫升、2毫升、5毫升、10毫升等规格。

洗涤:移液管和吸量管一般采用橡皮洗耳球吸取络酸洗液洗涤,也可放在高型玻筒或量筒内用洗液浸泡,取出沥尽洗液后,用自来水冲洗,再用蒸馏水洗涤干净。

操作方法:当第一次用洗净的移液管吸取溶液时,应先用滤纸将尖端内外的水吸净,否则会因水滴引入而改变溶液的浓度。然后,用所要移取的溶液将移液管洗涤2—3次,以保证移取的溶液浓度不变。移取溶液时,一般用右手的大姆指和中指拿住颈标线上方,将管子插入溶液中,管子插入不要太深太浅,太深会使管外沾附溶液过多,影响量取溶液体积的准确性;太浅往往会产生空吸。左手拿洗

耳球,先把球内空气压出,然后把球的尖端接在移液管口,慢慢松开左手手指使溶液吸入管内。如图1—8(a)所示,当液面升高到刻度以上时移去洗耳球,立即用右手的食指按住管口如图1—8(b)所示,将移液管提离液面,然后使管尖端靠着盛溶液器皿的内壁,略为放松食指并用拇指和中指轻轻转动移液管,让溶液慢慢流出,使液面平稳下降,直到溶液的弯月面与标线相切时,立刻用食指压紧管口。取出移液管,把准备承接溶液的容器稍倾斜,将移液管移入容器中,使管垂直,管尖靠着容器内壁,松开食指,让管内溶液自然地

全部沿器壁流下,再等待1—15秒钟后,取出移液管。切勿把残留在管尖内的溶液吹出,因为在校正移液管时,已经考虑了末端所保留溶液的体积。

吸量管的操作方法与上述相同,但有一种0.1毫升的吸量管,管口上刻有“吹”字的,使用时必须将管子内的溶液全部流出,末端的溶液也应吹出,不允许保留。

移液管使用后,应洗净放在移液管架上。

容量器皿上常注明两种符号:一种为“E”,表示“量入”容器;另一种“A”,表示“量出”

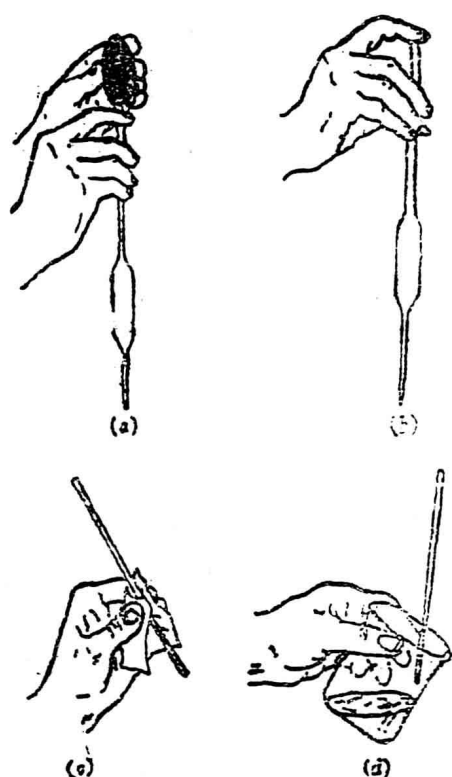
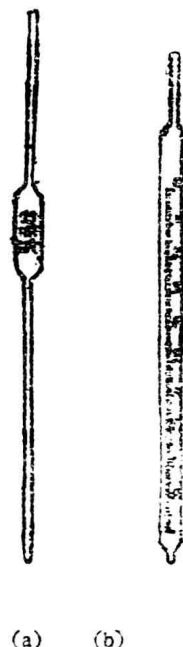


图1—8 移液管的使用



(a) 移液管

(b) 吸量管

图1—7

移液管和吸量管