



高等院校药学类专业**双语实验**教材

FENXI HUAXUE
SHUANGYU SHIYAN

分析化学

双语实验

主编 丁瑞芳 段煜



中国健康传媒集团
中国医药科技出版社

双语实验教材

分析化学双语实验

主 编 丁瑞芳 段 煜

副主编 魏开芳 高桂花 王晓红 张敏娜

编 者 (以姓氏笔画为序)

丁瑞芳 (济宁医学院)

王利涛 (济宁医学院)

王晓红 (潍坊医学院)

任 强 (济宁医学院)

刘潇潇 (潍坊医学院)

张敏娜 (济宁医学院)

周采菊 (济宁医学院)

段 煜 (潍坊医学院)

高桂花 (济宁医学院)

程忠哲 (潍坊医学院)

魏开芳 (济宁医学院)



中国健康传媒集团
中国医药科技出版社

内 容 提 要

本教材是“高等院校药学类专业双语实验教材”之一。本套教材编者主要来自济宁医学院和潍坊医学院。为适应医药行业国际化对药学类人才的需求,结合目前大学生英语水平普遍较高的特点,本套教材采用英汉双语编写。本教材共五部分,包括分析化学实验基本知识、基础实验、设计性实验、大型分析仪器仿真操作和附录。

本教材供高等医药院校药学类专业教学使用,同时也可供从事药物研究与开发的工作人员参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学双语实验 / 丁瑞芳, 段煜主编. —北京: 中国医药科技出版社, 2019.1
高等院校药学类专业双语实验教材
ISBN 978-7-5214-0728-0

I. ①分… II. ①丁… ②段… III. ①分析化学-化学实验-双语教学-高等学校-教材
IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2019)第 010764 号

美术编辑 陈君杞

版式设计 易维鑫

出版 中国健康传媒集团 | 中国医药科技出版社

地址 北京市海淀区文慧园北路甲 22 号

邮编 100082

电话 发行: 010-62227427 邮购: 010-62236938

网址 www.cmstp.com

规格 787×1092mm 1/16

印张 10 1/4

字数 215 千字

版次 2019 年 1 月第 1 版

印次 2019 年 1 月第 1 次印刷

印刷 三河市双峰印刷装订有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978-7-5214-0728-0

定价 29.00 元

版权所有 盗版必究

举报电话: 010-62228771

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

前 言

分析化学是高等医药教育药学类专业的必修专业基础课，具有实践性较强的特点。分析化学实验在分析化学的教学中占有极其重要的地位，是全面理解并掌握分析化学课程的重要环节，也是培养应用型药学人才不可缺少的一部分。

本教材在编写过程中，编者参照了教育部高等医药院校药学类专业教学指导委员会《药学类专业教学质量国家标准》（2015）和高等医药院校药学类专业《分析化学及分析化学实验大纲》，重点强调分析化学的基本理论知识、科学的思维方法和基本实验技能训练。本教材包括分析化学实验基本知识、基础实验、设计性实验、大型分析仪器仿真操作和附录，共五部分内容。旨在通过严格、系统的实验技能训练，培养学生严谨、实事求是的科学态度以及分析问题、解决问题的能力，为学习药物分析等后修课程和以后从事医药卫生工作奠定良好的基础。

为适应医药行业国际化对药学类人才的需求，本教材采用英汉双语编写。所有编者十多年来一直参与和探索分析化学双语实验教学，通过推行双语实验教学，学生可以掌握分析化学专业核心词汇，培养学生英文文献资料的阅读能力，为将来继续学习奠定基础。

本教材编者主要来自济宁医学院和潍坊医学院，编写分工如下。丁瑞芳（第二部分实验二十至二十一、二十六）、段煜（第三部分，第四部分，附录一），魏开芳（第二部分实验三至六、附录二至四）、高桂花（第二部分实验七至八、二十二至二十三）、王晓红（第二部分实验九、二十八）、张敏娜（第二部分实验十、十二、十六、二十七）周采菊（第二部分实验十八至十九、二十四）、刘潇潇（第二部分实验十七）、任强（第二部分实验十三至十五、二十五）、王利涛（第一部分、第二部分实验一至二）和程忠哲（第二部分实验十一）。

本教材供高等医药院校药学类专业教学使用，同时也可供从事药物研究与开发的工作人员参考。

本教材是所有编者对多年来双语实验教学的总结。感谢所有编者对本教材的辛勤付出及其所在院校领导的支持。教材中难免存在疏漏与不当之处，敬请读者批评指正。

编 者

2018年9月

目 录

第一部分 分析化学实验基本知识	1
第二部分 基础实验	5
实验一 滴定分析基本操作	5
Experiment 1 The Basic Operation in Titrimetric Analysis	9
实验二 电子天平与称量练习	14
Experiment 2 Electronic Analytical Balance and Weighing Exercise	16
实验三 0.1 mol/L HCl 标准溶液的配制和标定	18
Experiment 3 Preparation and Standardization of Standard 0.1 mol/L Hydrochloric Acid Solution	20
实验四 混合碱的含量测定	22
Experiment 4 Determination of Mixed Base	24
实验五 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液的配制与标定	26
Experiment 5 Preparation and Standardization of Standard Solution of 0.1 mol/L Sodium Hydroxide Solution	28
实验六 阿司匹林的含量测定	30
Experiment 6 Determination of Aspirin	32
实验七 0.05 mol/L EDTA 标准溶液的配制与标定	34
Experiment 7 Preparation and Standardization of 0.05 mol/L EDTA Standard Solution	36
实验八 EDTA 对铅、铋混合溶液的连续滴定	38
Experiment 8 Continuous Titration of Pb^{2+} and Bi^{3+} Mixed Solution by EDTA	40
实验九 EDTA 标准溶液的标定及自来水总硬度的测定	42
Experiment 9 EDTA Solution Calibration and Determination of Tap Water Hardness	44
实验十 0.1 mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制和标定	46
Experiment 10 Preparation and Standardization of 0.1 mol/L Sodium Thiosulfate Standard Solution	48
实验十一 碘量法测定维生素 C 的含量	51
Experiment 11 Vitamin C Determination by Iodine Titration	53



实验十二 碘量法测定葡萄糖的含量	55
Experiment 12 Determination of Glucose by Iodimetry	57
实验十三 0.02 mol/L 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	59
Experiment 13 Preparation and Standardization of 0.02 mol/L Standard Potassium Permanganate Solution	61
实验十四 过氧化氢的含量测定	63
Experiment 14 Determination of Hydrogen Peroxide	65
实验十五 硝酸银标准溶液的配制和标定	67
Experiment 15 Preparation and Standardization of the Standard Silver Nitrate Solutions	69
实验十六 氯化铵的含量测定	72
Experiment 16 Determination of Ammonium Chloride	74
实验十七 自来水中氯含量的测定	76
Experiment 17 The Determination of the Content of Chlorine in Tap Water	78
实验十八 氯化钡中结晶水测定	80
Experiment 18 Determination of Water in Barium Chloride Dihydrate	82
实验十九 磷酸的电位滴定	84
Experiment 19 The Potentiometric Titration of Phosphoric Acid	86
实验二十 用氟离子选择电极测定水中氟离子含量	88
Experiment 20 Determination of F^- in Water by Fluorine Ion-Selective Electrode	90
实验二十一 永停滴定法标定 I_2 标准溶液	93
Experiment 21 Standardization of I_2 Standard Solution by Dead-stop Titration Method	95
实验二十二 紫外-可见分光光度法测定维生素 B_{12} 注射液的含量	97
Experiment 22 Determination of Vitamin B_{12} Injection by UV Spectrophotometry	99
实验二十三 比色法测定芦丁的含量	101
Experiment 23 Determination of the Content of Rutin by Colorimetry	103
实验二十四 荧光分光光度法测定维生素 B_2 的含量	105
Experiment 24 Determination of Vitamin B_2 by Fluorescence Spectrometry	107
实验二十五 苯和二甲苯气相色谱实验条件的考察	109
Experiment 25 Experimental Conditions Study for Benzene and Methylbenzene Analyzed by Gas Chromatography	111
实验二十六 HPLC 法测定感冒胶囊中咖啡因的含量	114
Experiment 26 Determination of Caffeine in Ganmao Capsule by HPLC	116
实验二十七 水杨酸红外光谱的测定	118
Experiment 27 Determination of Salicylic Acid Chemical Structure by IR Spectrophotometry	120

实验二十八 薄层色谱的制备和应用	122
Experiment 28 Preparation and Application of Thin Layer Chromatography	124
第三部分 设计性实验	127
实验二十九 食醋总酸度的测定	127
Experiment 29 Determination of Total Acidity of Vinegar	128
实验三十 蛋壳中钙、镁的含量测定	129
Experiment 30 Determination of Calcium and Magnesium Content in Eggshell	130
第四部分 大型分析仪器仿真操作	132
实验三十一 气相色谱-质谱联用仪的仿真操作	132
Experiment 31 Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS)	134
实验三十二 红外光谱仪仿真操作	136
Experiment 32 Infrared Spectroscopy (IR)	137
实验三十三 原子吸收分光光度计的仿真操作	139
Experiment 33 Atomic Absorption Spectrophotometer (AAS)	142
实验三十四 高效液相色谱的仿真操作	146
Experiment 34 High Performance Liquid Chromatography (HPLC)	147
第五部分 附录	149
附录 1 常用指示剂	149
附录 2 常用缓冲溶液的配制	152
附录 3 0~95 °C时标准缓冲溶液的 pH	153
附录 4 常用酸碱的密度、含量和浓度	154
参考文献	155

第一部分 分析化学实验基本知识

分析化学实验是一门以实践为基础的课程，是药学及相关专业的实验必修课，主要培养学生严谨的实验作风，实事求是的科学态度，正确地分析问题、解决问题的能力。

一、实验室守则

1. 实验室内应保持安静，严禁大声喧哗、吵闹，遵守秩序。
2. 实验前认真做好预习，了解实验的目的和原理，熟知每个操作步骤，并计划好整个实验应该使用的仪器及其操作程序。
3. 实验过程中，爱护仪器设备，节约药品，严禁粗心大意或浪费药品试剂，如发生事故应及时报告。
4. 实验室台面应随时保持整洁，公用试剂用完后立即放回原处。
5. 仪器使用严格遵守操作规程，发现故障或有损坏立即报告，不得擅自动手检修。
6. 实验室水槽禁止排放具腐蚀性和剧毒液，所有实验用的废弃物应倒入垃圾筒内。
7. 实验室内，水龙头、照明灯和电器应随用随关；易燃品不能直接加热，并要远离火源操作和放置。
8. 实验完毕，实验台面整理干净，并检查仪器、物品以及水、电、煤气。
9. 实验室内一切物品，未经实验室负责教员批准，严禁携带出室外。
10. 值日生负责打扫实验室卫生，最后离开实验室前应认真、负责地进行全面检查，严防事故发生。

二、实验室安全知识

在分析化学实验中，经常使用水、电、易损的玻璃仪器或精密分析仪器以及一些具有腐蚀性甚至易燃、易爆或有毒的化学试剂。为预防分析化学实验中化学药品中毒，操作过程中的烫伤、割伤、腐蚀等危害人身安全的各种因素和燃气、高压气体、高压电源、易燃易爆化学品可能产生的火灾、爆炸及漏水等事故，必须严格遵守实验室的安全规则。

1. 实验室内严禁饮食、吸烟，防止化学试剂入口，实验完毕后必须洗手。
2. 使用 KCN 、 As_2O_3 、 HgCl_2 等剧毒品时要特别小心，用过的废物、废液不可乱扔、乱倒，要回收或加以特殊处理。
3. 使用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性的试剂时，操作要小心，防止溅伤和腐蚀皮肤、衣物等。稀释浓酸时（尤其是浓硫酸），应将浓酸沿玻璃棒慢慢倒入水中，切勿反向。

4. 使用易挥发的有毒或有强烈腐蚀性的液体和气体，要在通风橱中操作。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。溅到实验台或地面上要用水稀释后擦掉。

5. 使用高压气体钢瓶时，要严格按操作规程进行操作。例如在原子吸收光谱实验室中所用的各种火焰，其点燃与熄灭的原则是：先开助燃气，再开燃气；先关燃气，再关助燃气（即燃气按“迟到早退”原则开启）。乙炔钢瓶应存放在远离明火、通风良好、温度低于 35℃ 的地方。钢瓶在更换前需保持一部分压力。

6. 在仪器分析实验室中，要在阅读仪器操作规程后或经教师讲解后再动手操作仪器。不要随便拨弄仪器，以免损坏或发生其他事故。

7. 使用自来水后要及时关闭阀门，遇停水时要立即关闭阀门，以防来水后发生跑水，离开实验室之前应再检查自来水阀门是否完全关闭（使用冷凝器时较易忘记关闭冷却水）。

8. 如果发生烫伤或割伤，可先在实验室进行简单处理，然后尽快去医院进行医治。

9. 实验过程中万一起火，不要惊慌，应尽快切断电源或燃气源，用石棉布或湿抹布熄灭（盖住）火焰。密度小于水的非水溶性有机溶剂着火时，不可用水浇，以防止火势蔓延。电器着火时，不可用水冲，以防触电，应使用干冰或干粉灭火器进行灭火。衣服着火时，切忌奔跑，应就地躺下滚动，或用湿衣服在身上抽打灭火。

10. 实验室应保持室内整齐、干净。不能将毛刷、抹布扔在水槽中。保持水槽清洁，禁止将固体废弃物、玻璃碎片等扔入水槽内，以免造成下水管道堵塞。此类物质以及废纸屑等应放入废纸箱或实验室规定放的地方。废酸、废碱等小心倒入废液缸（或塑料提桶内），切勿倒入水槽内，以免腐蚀下水管道。

三、仪器保管及使用的一般规则

1. 实验之前按实验课本上的仪器目录清点清楚，如有缺损及时报告老师，登记补领。

2. 自己保管使用的仪器应有有序的摆放，根据每次实验实际需要取出仪器，用完后洗刷干净后放回原处，不能留在实验台上。

3. 每次临时使用的仪器，用完后洗刷干净放在原处，不能放入自己的实验橱内。

4. 精密贵重仪器，应严格按照操作规程使用，未明确用法之前不能随意动仪器。仪器如有故障，及时报告老师。

5. 不准随便使用别组的仪器。

四、实验数据的记录、处理和实验报告

1. 实验数据的记录 学生应有专门的实验记录本，并将之标上页码，不得随便撕去任何一页或乱涂乱画。绝不允许将数据记录在小纸片上或随意记在任何地方。

实验过程中所得的各种测量数据、现象和结果应及时、准确并如实地记录下来。记录实验数据时，要有严谨的科学态度、实事求是，切忌夹杂主观因素，绝不能随意拼凑和伪造数据。若发现数据读错、算错而需要改动时，可将该数据用一横线划去，在旁边写上准确的数据。实验记录不能用铅笔书写，应用钢笔、中性笔、圆珠笔书写。

记录实验数据时，保留几位有效数字应和所用仪器的准确程度相适应。有效数字是在



实验中实际能测量到的数字，记录时估读一位，其余均为准确值，如用分析天平称量时，有效数字应精确至 0.0001 g，滴定管和移液管的读数应精确至 0.01 ml。

实验记录上的每一个数据都是测量结果，所以在重复观测时即使数据完全相同也应记录下来。

2. 分析数据的处理 分析化学实验中，测得一组数据 $x_1, x_2, \dots, x_n$ 后，首先将由于明显的原因所导致的与其他测定数据相差过大的数据删去，其次对其中的可疑数据根据 Q 检验法或 Grubbs 法进行取舍，然后算出算术平均值 $\bar{x}$ 。同时，还应把分析结果的精密度表示出来。一般用相对平均偏差、标准偏差 (S) 及相对标准偏差 (RSD) 表示分析结果的精密度。这些是分析化学实验中最常用的几种处理数据的方法。

3. 实验报告

分析化学的实验报告一般包括下列内容。

实验编号_____实验名称_____实验日期_____

1. 目的要求

2. 方法原理

简要清晰地用文字说明，亦可以用化学反应方程式来说明。

3. 操作步骤

一般可用流程图表示，简明扼要写出。

4. 实验数据及其处理

列出本次实验所测得的数据，可应用文字、表格、图形将数据表示出来，并根据实验要求按一定公式计算出分析结果和分析结果的精密度。

5. 问题及讨论

对实验中观察到的现象及实验结果进行分析和讨论。若实验失败，特别是实验结果出现比较大的误差时，应寻找失败原因，总结经验教训，以提高自己分析问题和解决问题的能力。

五、化学试剂的一般知识

化学试剂的规格是以其中所含杂质的多少来划分的，一般分为四个等级，其规格见表 1-1。

表 1-1 化学试剂规格

等级	名称	英文名称	符号	标签标志
一级品	优级纯 (保证试剂)	guaranteed reagent	G.R.	绿色
二级品	分析纯 (分析试剂)	analytical reagent	A.R.	红色
三级品	化学纯	chemical reagent	C.P.或 P.	蓝色
四级品	实验试剂	laboratorial reagent	L.R.	棕色等
	生物试剂	biological reagent	B.R.或 C.R.	黄色等



在一般分析化学实验中，通常使用 A.R. 级的试剂。

此外，还有基准试剂、色谱纯试剂、光谱纯试剂等。基准试剂的纯度相当于或高于优级纯试剂，它可作为滴定分析法的基准物质，也可用于直接法配制标准溶液。色谱纯试剂是指进行色谱分析时使用的标准试剂，在色谱条件下只出现指定化合物的峰，不出现杂质峰。光谱纯试剂专门用于光谱分析，它以光谱分析时出现的干扰谱线的数目及强度来衡量，其杂质含量用光谱分析法已测不出或其杂质含量低于某一限度。

在选择试剂时不要盲目地追求纯度高，而是应根据分析工作的具体情况进行选择。例如在配制铬酸洗液时，仅需工业用的 $K_2Cr_2O_7$ 及工业硫酸即可，若用 A.R. 级的 $K_2Cr_2O_7$ ，必定造成浪费。当然也不能随意降低试剂的规格而影响分析结果的准确度。

第二部分 基础实验

实验一 滴定分析基本操作

一、实验目的

1. 学习容量仪器的洗涤方法。
2. 掌握滴定管、移液管及容量瓶的操作技术。

二、实验原理

在滴定分析中,规范地使用容量器皿及准确测量溶液的体积,是保证良好分析结果的重要因素。为此,必须学习正确地使用容量仪器,如滴定管、移液管及容量瓶等。

三、仪器和材料

仪器 滴定管,移液管,容量瓶。

材料 蒸馏水,凡士林。

四、实验步骤

1. 滴定管 滴定管是进行滴定操作的器皿,用于测量在滴定中所用标准溶液的体积。滴定管分为两种:一种是酸式滴定管,适用于具有酸性或氧化性的溶液;另一种是碱式滴定管,用于碱性溶液,这两种滴定管不能交换使用。酸性滴定管的下端有一个玻璃活塞,碱式滴定管的下端有一个玻璃球。在滴定分析中经常使用 50 ml 的滴定管,可以读到 0.01 ml,注意保留小数点后两位数字。

(1) 检查滴定管 在使用滴定管之前,需要对滴定管进行检查,以确保滴定管正常使用。酸式滴定管的检查,关闭酸式滴定管的活塞,将适量水倒入滴定管,保持 2 分钟。观察是否漏液;如果没有,旋转 180°,再保持 2 分钟,再观察是否有漏液。碱式滴定管的检查,将 50 ml 蒸馏水倒入滴定管,保持 2 分钟,观察是否有漏液。如果不漏液,可以使用该滴定管。

(2) 酸式滴定管活塞涂油 酸式滴定管活塞涂油的目的是防止漏液,确保活塞转动。最常用的润滑剂是凡士林。润滑活塞的方式如图 1-1 所示,将玻璃活塞从活塞套中取出,用滤纸将活塞及活塞套擦干,在活塞的粗端和活塞套的细端分别涂一薄层凡士林,小心不

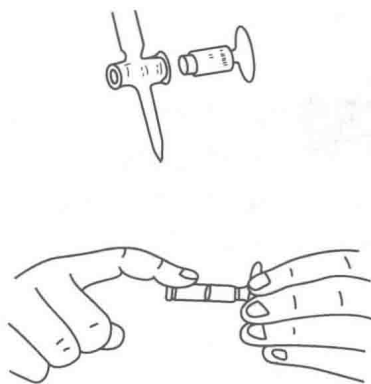


图 1-1 旋塞涂油

要涂在塞孔处以防堵塞孔眼，把活塞插入活塞套内，来回转动数次，直到外面观察时呈透明即可。

(3) 洗涤、装液与排气泡 无明显油污的滴定管，直接用自来水冲洗；若有油污可用 5% 铬酸洗液 5~10 ml，把滴定管横置，两手平端，转动滴定管直至洗液布满全管。碱式滴定管则应先将橡皮管卸下，把橡皮滴头套在滴定管底部，然后再倒入洗液进行洗涤。污染严重的滴定管，可直接倒入铬酸洗液浸泡几小时。滴定管中附着的洗液用自来水冲洗干净，最后用少量蒸馏水润洗至少 3 次。检测玻璃仪器是否洁净的方法是充满蒸馏水然后放水，只留下一层完整的水膜。

如果水聚集成滴则容器仍不干净必须再次清洗。

为了保证装入滴定管溶液的浓度不被稀释，要用该溶液洗滴定管 3 次，每次约用 5~8 ml。清洗时注入溶液后，将滴定管横置，慢慢转动，使溶液流遍全管，然后将溶液自下放出。洗好后可装入溶液，装溶液时要直接从试剂瓶倒入滴定管，不要再经过漏斗等其他容器。

将标准溶液充满滴定管至 0 刻度以上 2~3 cm 米处，并立即打开活塞，使溶液从尖嘴口喷出。检查喷嘴，看是否有气泡。如果有，将滴定管倾斜，迅速打开活塞，让溶液快速流下，反复数次，直至将气泡完全赶出。如为碱式滴定管则可将橡皮管向上弯曲，并在稍高于玻璃珠处，用两手指挤压，使溶液从尖嘴口喷出，气泡即可除尽（见图 1-2）。然后重新装入滴定溶液至 0~0.5 ml 刻度之间，读取凹液面下端的刻度到 0.01 ml，写在记录本上。

(4) 滴定 将锥形瓶放置在一张白色纸上或白色的瓷砖上，打开滴定管阀门，滴定液从滴定管中必须慢慢地流出。在滴加滴定液的过程中，必须用一只手不停地摇动锥形瓶，而另一只手控制着旋塞（见图 1-3）。当快到终点时，用洗瓶中少量的蒸馏水清洗瓶壁，继续小心逐滴的滴定，直到出现明显的滴定终点。滴定完毕，等待 2 分钟。记录滴定溶液的体积。



图 1-2 碱式管排除气泡

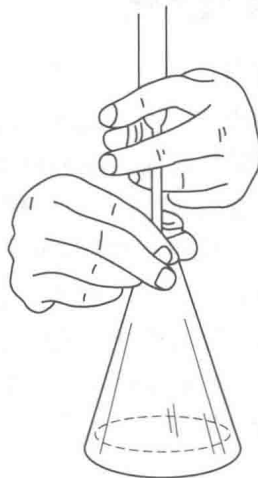


图 1-3 使用酸式滴定管

(5) 读数 在滴定完成后, 应该记录滴定的体积, 所以首先要读数 (包括初读数和终读数), 滴定管在读数时要保持竖直, 同时眼睛与溶液凹液面在同一水平线, 读数精确到 0.01 ml (图 1-4)。滴定读数应记录在原始数据记录本。

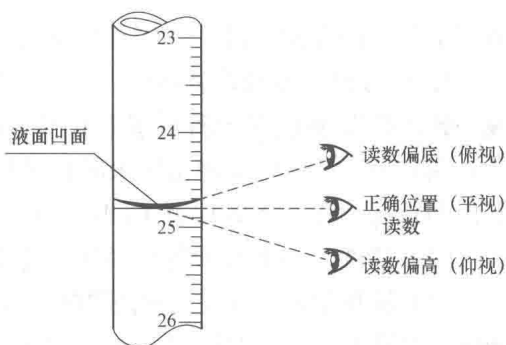


图 1-4 滴定管读数

(6) 滴定后的处理 在滴定完成后倒出溶液, 并且用蒸馏水洗净, 倒置在滴定管架上。在酸式滴定管的活塞和活塞套之间放一张纸。

2. 容量瓶 容量瓶是平底的细长颈梨形容器。颈上有一行小字标识在一个确定温度下的容积, 通常温度为 20℃。容量瓶有以下容量: 25 ml, 50 ml, 500 ml, 1000 ml。他们用来配制标准溶液到指定容积, 同时可以用来借助移液管来得到等分溶液的待分析物质。

(1) 容量瓶的检查 在使用容量瓶之前, 必须要做以下操作来检查容量瓶是否有渗漏和每个部分是否完好。步骤为: 在容量瓶中加入约一半体积的蒸馏水, 盖好塞子, 倒立, 停留大约 2 分钟 (图 1-5)。观察有无渗漏, 如果没有, 转动 180° 停留 2 分钟, 再次观察。如果没有渗漏就可以使用。

(2) 清洁 一般情况下, 如果容量瓶有油污, 用 5% 铬酸洗液清洗, 之后用蒸馏水洗涤。

(3) 定容 对固体物质, 通常准确称重并放入烧杯, 加入约一半容量瓶体积的水来溶解, 溶解后将溶液倒入容量瓶 (图 1-6), 用洗瓶中的蒸馏水洗涤三次烧杯, 然后将全部洗涤液转移至容量瓶, 在容量瓶 2/3 体积处水平摇匀, 接近标线时, 要用滴管慢慢滴加蒸馏水, 直至溶液的弯月面与标线相切为止, 彻底振摇后存放。

对于液体物质, 用移液管移取精确体积至容量瓶中, 之后按照以上步骤操作。

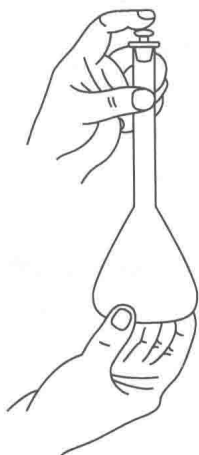


图 1-5 容量瓶的检查

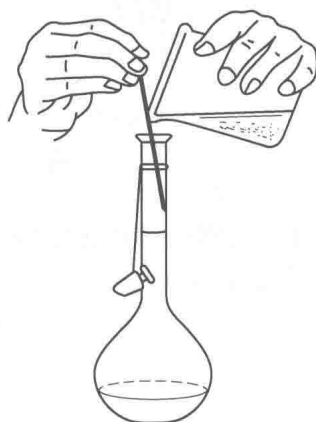


图 1-6 转移溶液

(4) 注意事项 注意: ①容量瓶不能在干燥箱中干燥或加热来溶解物质; ②容量瓶不

能用来长时间存储溶液；③如果容量瓶长时间放置，要在活塞和颈口之间放一片纸。

3. 移液管 移液管有两种：一种是有一个刻度和在特定条件下转移少量恒定体积的溶液（胖肚移液管）；另一种是管上有多个刻度，用来转移不同体积的溶液（刻度或测量移液管）。移液管上有刻度，通常用来转移已指定的不同体积的液体，它在精确工作中不常使用，不作为首选。移液管容积有 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, 20 ml, 25 ml。

(1) 清洗 如果移液管有油污，使用 5% 铬酸洗液清洗，之后用蒸馏水洗涤。

(2) 转移溶液 在使用移液管时，首先用溶液润洗三次，然后吸至刻度线上 1~2 cm，移液管上端用干燥食指指尖封闭（图 1-7），用吸水纸从滴定管下方外部擦拭黏附的液体。通过稍微放松手指的压力直到凹液面刚好达到刻度，此时移液管必须垂直放置，使凹液面与眼睛处于同一水平线。立即按紧食指，移液管的尖端接触容器壁，然后放松食指，液体缓慢流入接收容器。当液体全部流出后，移液管下端与容器侧面壁保持接触 15 s。在排出结束时，移去移液管的尖端，使其不与容器壁接触；保留在移液管中的液体不要通过吹气或其他方式除去。

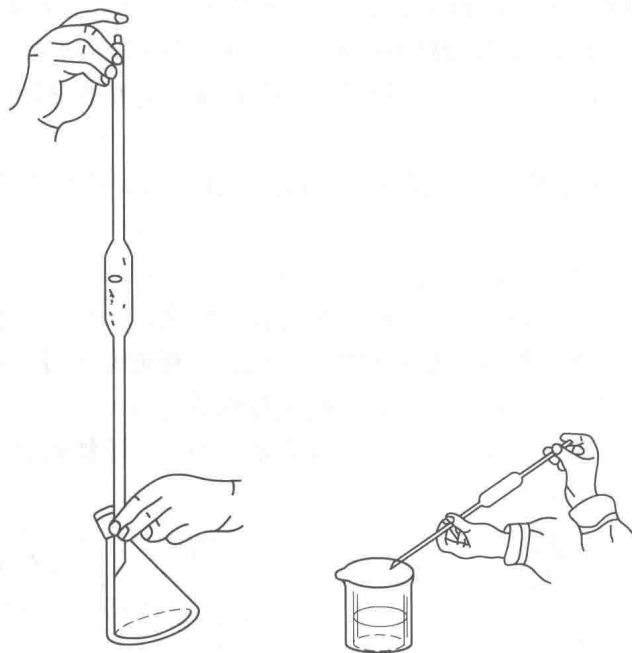


图 1-7 移液管的使用

(3) 注意事项 注意：①移液管不能在干燥箱中干燥，使用完要清洗移液管；②当使用以上仪器时，要校准。



Experiment 1 The Basic Operation in Titrimetric Analysis

1. Objective

- 1.1 Learn the methods of cleaning.
- 1.2 Master the operation of burette, volumetric flask and pipette.

2. Principle

The most commonly used apparatus in titrimetric analysis are burette, volumetric flask and pipette. Graduated cylinders and weight pipettes are less widely employed. Each of these will be described in turn.

3. Apparatus and Materials

Apparatus: burettes, volumetric flasks, pipettes.

Materials: distilled water, vaseline.

4. Procedures

4.1 Burettes

Burette is a vessel for titration and is used to measure the volume of the standard solution used in titration. Burettes are divided two kinds, one is acid burette, which is used to fill with acidic or oxidation solution, the other is basic burette, which is full of basic solution. Two kinds of burettes can't be exchanged to use. There is a glass stopcock and a jet at the lower end of acidic burette. There is a glass sphere in the bottom of basic burette. The burette of 50 ml is often used in analysis. We can read up to 0.01 ml. So it is possible to read two numbers behind point.

4.1.1 Examination of burette

The following is necessary to check the burette to ensure that the buret is normal before using them. Acid burette inspection: close stopper, and moderate amount of water is pour into the burette, stand for about 2 min. See whether it leak, if not, rotate 180° and stand for another 2 min, see again. Basic burette inspection: pour 50 ml distilled water into the burette, hold for 2 min, and observe whether there is leakage. If it isn't leaky, we can use it.

4.1.2 Lubricants for acid glass stopcocks

The object of lubricating the stopcock of acid burette is to prevent leakage and to ensure smoothness in action. The simplest lubricant is pure Vaseline. To lubricate the stopcock (Fig. 1-1), the plug is removed from the barrel and two thin streaks of lubricant are applied to the length of the plug on lines roughly midway between the ends of the bore of the plug, upon

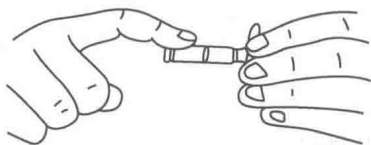
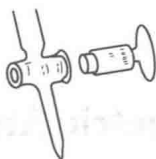


Fig. 1-1 Lubricants for glass stopcocks

replacing in the barrel and turning the tap a few times, a uniform thin film of grease is distributed round the ground joint.

4.1.3 Cleaning, full of solution and remove air bubbles

No obvious oiled burette can be washed directly with tap water. If oiled burette can be washed with 5% chromic acid lotion, place horizontally, the two hands flat, and rotate the buret until the lotion bestrew the tube. The basic burette should remove the rubber tube first, put the rubber tip on the bottom of the burette, and then pour it into the lotion for washing. The severely polluted burette can be poured directly into the chromic acid solution for a few hours. The lotion that is attached to the burette is rinsed off with tap water, and washed at least 3 times with a small amount of distilled water. One test for cleanliness of glass apparatus is that on being filled with distilled water and the water withdrawn, only an unbroken film of water remains. If the water collects in drops, the vessel is dirty and must be cleaned again.

In order to ensure that the concentration of the solution is not diluted, it is necessary to use this solution to wash the burette 3 times, and use 5~8 ml each time. After the solution is injected, the burette place horizontally and slowly turns to allow the solution to flow through the tube, and then the solution is sent out form blow. After washing, the solution can be loaded into the burette, and the solution must be poured directly from the reagent bottle, not through the funnel and other containers.

The standard solution is filled in burette with 2~3 cm above the 0 mark and immediately open the piston to make the solution squirt from the tip of the nozzle. Examine the nozzle to see that no air bubbles enclosed. If there are, tilt the burette, open the piston quickly, and let the solution flow quickly until the jet is completely filled. If it is a basic burette, it can bend the rubber tube up and squeeze it slightly higher than the glass bead, so that the solution can be expelled from the tip of the mouth and the bubbles can be removed (Fig. 1-2). Re-fill, if necessary, to bring the level is between the 0 marks. Read the position of the meniscus to 0.01 ml. Record it in a notebook.

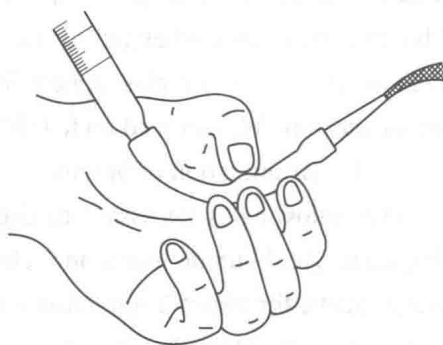


Fig. 1-2 Remove air bubbles for basic burette

4.1.4 Titration

Place the conical flask containing the titrated solution upon a piece of unglazed white paper or a white tile beneath the burette, and run in the titrating solution, the flask must be added slowly from the burette. During the addition of titrating solution, the flask must be constantly rotated with one hand whilst the other hand controls the stopcock (Fig. 1-3). When the end point