

高等学校教材

实验化学(I)

第二版

李梅君 徐志珍 王燕 主编



化学工业出版社
教材出版中心

高等学校教材

实验化学 (I)

第二版

李梅君 徐志珍 王 燕 主编



化学工业出版社
教材出版中心

· 北 京 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

实验化学 (I)/李梅君, 徐志珍, 王燕主编. —2 版. —北京:
化学工业出版社, 2006. 3

高等学校教材

ISBN 7-5025-8444-7

I. 实… II. ①李…②徐…③王… III. 化学实验-高等
学校-教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 025106 号

高等学校教材

实验化学 (I)

第二版

李梅君 徐志珍 王 燕 主编

责任编辑: 宋林青 刘俊之

责任校对: 陈 静 宋 夏

封面设计: 张 辉

*

化学工业出版社 出版发行
教材出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

购书咨询: (010)64982530

(010)64918013

购书传真: (010)64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销

化学工业出版社印刷厂印装

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 8¼ 字数 198 千字

2006 年 7 月第 2 版 2006 年 7 月北京第 4 次印刷

ISBN 7-5025-8444-7

定 价: 14.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

第一版前言

本书是华东理工大学工科化学系列基础实验课程改革教材。据教育部教育发展研究中心报道：跨世纪的中国教育人才培养的历史性转变是从以学科为中心向以学习者为中心的转变。因此，要打破学科中心主义的课程结构，实行学科综合、知识与能力的综合。一些学科的严格分界将被整体优化组合的课程所代替，同时摒弃把知识分得过细，强调加强综合性与整体性的素质教育。考虑到基础的无机、分析、有机、物化与生化等化学实验课都统一于普遍性的化学原理和常用的实验测试手段与方法，不过是处理问题的方面与层次不同；同时，我校总结了多年来实验教学改革实践，已成立了化学实验教学中心这一新体制，所以现在工科化学系列课程中开设一门广谱性的《实验化学》课程是顺理的，也是适时的。

《实验化学》课程整套教材包括《实验化学（I）》、《实验化学（II）》与《实验化学原理与方法》。这套教材力求以实验原理与方法为主线，把基础的无机、分析、有机、物化与生化等化学实验概括为物质性质、化合物制备、物质组成分析与结构分析、物性常数与过程参数测定和综合研究等五种题材的实验内容，据此形成了不同的版块，将几门基础化学实验整体优化组合，有重点地由浅入深从第一学期安排到第五学期。第五学期后，结合高年级的化学选修课再开设《高等实验化学》课。

为了进一步加强实验原理的教学，提高实验课的理论思维以及使学生能比较系统地掌握实验方法与技术的共性，编写了《实验化学原理与方法》教材。每学期讲授其中与实验内容配套的相关章节。

参加本书编写的还有方国女、萧繁花、高永煜、王燕等，化学实验中心的叶汝强、樊行雪、张济新、邹文樵等在这方面给予积极支持与鼓励，并提出许多宝贵意见，在此表示衷心感谢。

实验教学的改革是一个任重而道远的任务。我们期望在教学实践中经过教、学等多环节的努力，积极探索、不断总结，逐步臻于完善。

本教材由同济大学陈秉垵教授审阅，特致谢意。

编者
1998年6月

第二版前言

《实验化学 (I)》第一版于 1999 年 3 月出版, 是《实验化学》课程的系列教材之一。为遵循教育部有关“大力改革实验教学的形式和内容, 开设综合性、创新性实验”的改革精神, 根据使用院校的反馈意见, 特对本书进行了修订。本版在保持第一版编写的指导思想和教材特色的基础上, 本着提高学生独立分析与解决实际问题的能力和创新能力, 对第一版作了如下修改:

1. 考虑到教材的完整性及使用的方便性, 新增第一章“化学实验的基本知识”, 融合了化学实验的基本技能及操作。

2. 为使教材能反映科学技术的发展, 更新了实验中所涉及的仪器, 为此, 书末新增“附录”, 对仪器使用的原理和方法作了详细的阐述。

3. 对原有的第 1~4 章的内容及编排做了调整, 突出应用性和综合设计性实验。在编者开发新实验的基础上, 精选了一些与材料科学、环境保护、生活实践等有关的新实验, 以体现化学在其他学科及生活中的重要性。

第二版由李梅君、徐志珍、王燕、虞大红、张玉良、魏晓芳、吴海霞修订。全书由李梅君统稿。

本次修订得到了华东理工大学教务处、化学工业出版社等的大力支持, 在此表示感谢。感谢为本书第一版做出过贡献的同仁及在使用本书过程中提出过中肯意见和建议的同行。

限于修订者水平, 本书难免有疏漏和不妥之处。恳请同行和读者批评指正。

编者

2006 年 1 月

目 录

第一章 化学实验的基本知识	1
一、玻璃器皿的洗涤与干燥	1
1. 玻璃器皿的洗涤	1
2. 玻璃器皿的干燥	1
二、容量器皿及其使用方法	2
1. 移液管、吸量管	2
2. 容量瓶	3
3. 滴定管	4
4. 容量器皿的校正	6
三、天平与称量	8
1. 电子天平	8
2. 试样的称取方法	9
四、加热装置和加热方法	10
1. 加热装置	10
2. 加热方法	11
五、简单玻璃加工技术	13
1. 玻璃管(棒)的切割和圆口	13
2. 玻璃管的弯曲	13
3. 玻璃管(棒)的拉伸	14
六、试剂的取用和配制	14
1. 液体试剂的取用	15
2. 固体试剂的取用	15
3. 试剂的配制	15
七、试纸的使用	16
1. pH 试纸	16
2. 石蕊试纸	16
3. 自制专用试纸	16
八、固液分离及沉淀的洗涤	17
1. 倾析法	17
2. 过滤法	17
3. 离心法	18
九、气体钢瓶及使用规则	19
十、实验室安全知识	20
1. 实验室学生守则	20
2. 实验室安全守则	20

3. 实验室中发生意外事故的急救处理	21
4. 安全用电	21
第二章 化合物的制备与物质性质	22
实验一 硫酸亚铁铵的制备	22
实验二 过氧化钙的合成	23
实验三 从硼镁泥制取七水硫酸镁	24
实验四 高锰酸钾的制备	26
实验五 非金属化合物的性质	27
实验六 金属化合物的性质 (一)	33
实验七 金属化合物的性质 (二)	36
实验八 废液中回收重金属	42
实验九 阳离子的分离与鉴定	44
实验十 有机化合物的性质	52
实验十一 胶体制备及其性质研究	54
第三章 物理与化学物性常数测定	57
实验十二 恒温槽使用与液体黏度的测定	57
实验十三 液体或固体密度的测定	60
实验十四 有机化合物沸点的测定及标准沸点	61
实验十五 气压计的使用与液体摩尔质量的测定	63
实验十六 溶解热的测定 (计算机在线测定)	65
实验十七 醋酸的电位滴定与酸常数测定	68
实验十八 硼酸的线性滴定与酸常数测定	70
实验十九 分光光度法测定化学反应的平衡常数	71
实验二十 量气法测定一级分解反应速率常数	73
第四章 组分分析	76
实验二十一 酸碱标准溶液的配制和浓度比较	76
实验二十二 食用醋酸含量的测定	78
(I) NaOH 标准溶液的标定	78
(II) 食用醋酸含量的测定	79
实验二十三 碱灰中总碱度的测定	80
(I) HCl 标准溶液的标定	80
(II) 碱灰中总碱度的测定	81
实验二十四 石灰石中钙、镁含量及微量铁的测定	82
(I) EDTA 标准溶液的配制和标定	82
(II) 石灰石中钙、镁含量的测定	83
(III) 石灰石中微量铁的测定	85
实验二十五 酸牛乳中的酸度测定	86

第五章 综合性与设计性实验	89
实验二十六 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的制备及铜含量分析	89
(I) $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的制备	89
(II) 硫酸铜中铜含量的测定	91
实验二十七 三草酸合铁(III)酸钾的合成及配离子组成、电荷数的测定	92
(I) 三草酸合铁(III)酸钾的合成	92
(II) 三草酸合铁(III)酸钾配离子组成测定	93
(III) 三草酸合铁(III)酸钾配离子电荷数的测定	95
实验二十八 由鸡蛋壳制备丙酸钙及其组成测定	98
(I) 丙酸钙的制备及其防霉性质试验	98
(II) 丙酸钙中钙含量的测定	99
实验二十九 纳米 ZnO 的制备及性质测定	100
(I) 纳米 ZnO 的制备	100
(II) 纳米 ZnO 纯度的测定	102
(III) 纳米 ZnO 的谱图表征	102
(IV) 纳米 ZnO 抗紫外能力的测定	103
实验三十 氨基酸金属螯合物的制备及表征	104
实验三十一 废干电池的综合利用	105
实验三十二 净水剂聚合硫酸铁的制备	106
附录	108
1. 恒温槽及其控温原理	108
(1) 液浴恒温槽	108
(2) 超级恒温槽	110
(3) 低温的获得	110
2. 气压计使用与读数校正	110
(1) 结构与使用	110
(2) 读数及其校正	110
3. 常用仪器使用简介	111
(1) pH-3C 型酸度计	111
(2) 722 型分光光度计	117
参考文献	121

第一章 化学实验的基本知识

一、玻璃器皿的洗涤与干燥

化学实验常用仪器中，大部分为玻璃制品和一些瓷质类器皿。玻璃仪器种类很多，按用途大体可分为容器类、量器类和其他器皿类。容器类包括试剂瓶、烧杯、烧瓶等。根据它们能否受热又可分为可加热的和不宜加热的器皿。量器类有量筒、移液管、滴定管、容量瓶等。量器一律不能受热。其他器皿包括具有特殊用途的玻璃器皿，如冷凝管、分液漏斗、干燥器、分馏柱、砂芯漏斗等。瓷质类器皿包括蒸发皿、布氏漏斗、瓷坩埚、瓷研钵等。

1. 玻璃器皿的洗涤

化学实验中使用的各种玻璃器皿和瓷质类器皿常沾附有化学药品，既有可溶性物质，也有灰尘和其他不溶性物质以及油污等有机物。为了使实验得到正确的结果，应根据仪器上污物的性质，采用适当的方法，将器皿洗涤干净。

(1) 一般污物的洗涤方法

① 用水刷洗 用毛刷就水刷洗器皿（从外到里），可洗去可溶性物质、部分不溶性物质和尘土等，但不能除去油污等有机物。

② 用去污粉、肥皂粉或洗涤剂洗 用蘸有肥皂粉或洗涤剂的毛刷擦拭，再用自来水冲洗干净，可除去油污等有机物质。

用上述方法不能洗涤的器皿或不便于用毛刷刷洗的仪器，如容量瓶、移液管等，若内壁沾有油污等物质，则可视其油污的程度，选择洗涤剂进行淌洗，即先把肥皂粉或洗涤剂配成溶液，倒少量洗涤液于容器内振荡几分钟或浸泡一段时间后，再用自来水冲洗干净。

(2) 特殊污物的洗涤方法

对于某些用通常的方法不能洗涤除去的污物，则可通过化学反应将沾附在器壁上的物质转化为水溶性物质。例如：铁盐引起的黄色污物加入稀盐酸或稀硝酸浸泡片刻即可除去；接触、盛放高锰酸钾后的容器可用草酸溶液淌洗（沾在手上的高锰酸钾也可同样清洗）；沾有碘时，可用碘化钾溶液浸泡片刻，或加入稀的氢氧化钠溶液温热之，用硫代硫酸钠溶液也可除去；银镜反应后沾附的银或有铜附着时，可加入稀硝酸，必要时可稍微加热，以促进溶解。

用自来水洗净的器皿，应洁净透明，器壁上不能挂有水珠，还需要用蒸馏水或去离子水淋洗2~3次。

2. 玻璃器皿的干燥

实验时所用的仪器，除必须洗净外，有时还要求干燥。干燥的方法有以下几种：

① 倒置晾干 将洗净的器皿倒置在干净的器皿架上或仪器柜内自然晾干。

② 热（或冷）风吹干 器皿如急需干燥，则可用吹风机吹干。对一些不能受热的容量器皿可用冷吹风干燥。如果吹风前用乙醇、乙醚、丙酮等易挥发的水溶性有机溶剂冲洗一下，则干得更快。

③ 加热烘干 洗净的器皿可放在烘箱内烘干。烘干温度一般控制在105℃左右，器皿放进烘箱前应尽量把水倒净。能加热的器皿如烧杯、蒸发皿等则可放在石棉网上用小火烤干。试管也可直接用小火加热烘干。加热前，要把器皿外壁的水擦干，加热时，试管口要略向下倾斜。

二、容量器皿及其使用方法

实验室中的容量器皿是量度液体体积的仪器，有标有分刻度的吸量管、滴定管以及标有单刻度的移液管、容量瓶等。其规格是以最大容量为标志，常标有使用温度，不能加热，更不能用作反应容器。读取容量时，视线应与容器（竖直）凹液面的最低点保持水平。

1. 移液管、吸量管

移液管和吸量管（图 1-1）是用来准确移取一定体积液体的量器。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。将溶液吸入管内，使溶液弯月面的下缘与标线相切，再让溶液自由流出，则流出的溶液体积就等于其标示的数值。常用的移液管有 5mL、10mL、25mL 和 50mL 等规格。

移液管在使用前应洗至管壁不挂水珠。一般可用洗涤液浸泡一段时间，然后用自来水冲洗，再用去离子水淋洗三次。淋洗的水应从管尖放出。

吸取溶液前可用滤纸将管尖端内外水除去，然后用待吸溶液洗涤三次。方法是：用移液管将待吸溶液吸至移液管球部 1/3 处，把管横过来，左手扶住管的下端，慢慢松开右手食指，转动移液管进行淌洗，使溶液流过管内标线下所有内壁，然后使管直立让溶液由尖嘴口放出。

在吸取溶液时，用右手拇指和中指拿住移液管上端，将移液管插入待吸溶液中，左手拿洗耳球，先将它捏瘪，排去球内空气，将洗耳球对准移液管的上口，按紧，勿使漏气。然后慢慢松开洗耳球，使移液管中液面慢慢上升，如图 1-2 所示，待液面上升至标线以上时，迅速移去洗耳球，随即用右手食指按紧移液管的上口。将移液管提离液面，使出口尖端紧靠着干净烧杯内壁，并稍稍转动移液管，使溶液缓缓流出，到溶液弯月面下缘与标线相切（注意：观察时，应使眼睛与移液管的标线处在同一水平面上），立即用食指按紧移液管上口，使溶液不再流出。

将移液管放入接收溶液的容器中，使出口尖端靠着接受容器的内壁，容器稍倾斜，移液管应保持垂直。松开食指，使溶液自由地沿容器壁流下，如图 1-3 所示。待移液管内液面不再下降时，再等待 15s，然后取出移液管。这时尚可见管尖部位仍留有少量液体，对此，除特别注明“吹”字的移液管外，一般都不要吹出，因为移液管标示的容积不包括这部分体积。

吸量管是带有分度的移液管，用以吸取不同体积的液体。吸量管的用法基本上与移液管

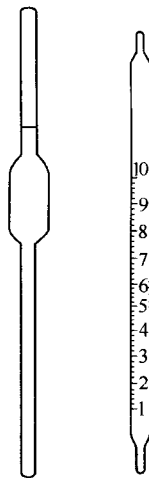


图 1-1 移液管和吸量管

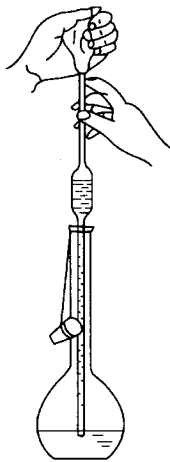


图 1-2 用洗耳球吸取溶液

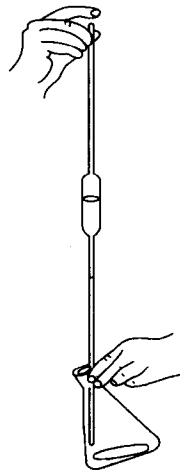


图 1-3 从移液管放溶液

的操作相同。移取溶液时,可以使用分度截取所吸溶液的准确量。即:使液面从吸量管的最高刻度降到另一刻度,使两刻度之间的体积恰为所需的体积。在同一实验中尽可能使用同一吸量管的同一部位,而且尽可能地使用上面的部分。如果使用注有“吹”字的吸量管,则要把管末端留下的最后一滴溶液吹出。

移液管和吸量管使用完毕后,应洗涤干净,然后放在指定位置上。

2. 容量瓶

容量瓶是用来配置准确浓度溶液的容量器皿。它是一种细颈梨形的平底玻璃瓶,带有磨口玻璃塞或塑料塞。在其颈上有一标线,表示在指定温度下,当溶液充满至标线时,所容纳的溶液体积等于瓶上所示的体积。

使用容量瓶前必须检查瓶塞是否漏水,标度线位置距离瓶口是否太近。如果漏水或标线离瓶口太近,则不宜使用。检查漏水的方法是在瓶中加自来水到标线附近,盖好瓶塞后,左手用食指按住瓶塞,其余手指拿住瓶颈,右手用指尖托住瓶底边缘,如图 1-4 所示。将瓶倒立 2min,观察瓶塞周围是否有水渗出,如不漏水,将瓶放正,把瓶塞转动 180° 后,再倒立试一次,检查合格后,即可使用。用细绳将塞子系在瓶颈上,保证二者配套使用。

用容量瓶配制溶液有两种情况:

如果将一定量的固体物质配成一定浓度的溶液,通常是将物质称在小烧杯中,加水或其他溶剂将固体溶解后,将溶液定量地全部转移到容量瓶中。转移时,右手拿玻璃棒悬空插入容量瓶内,玻璃棒的下端靠在瓶颈内壁,但不要太接近瓶口,左手拿烧杯,烧杯嘴紧靠玻璃棒,使溶液沿玻璃棒慢慢流入,如图 1-5 所示。待溶液流完后,把烧杯嘴沿玻璃棒向上提起,并使烧杯直立,使附着在烧杯嘴上的少许溶液流入烧杯,再将玻璃棒放回烧杯中,然后用少量去离子水吹洗玻璃棒和烧杯内壁三次,洗涤液按上述方法转移到容量瓶中。然后加去离子水稀释,当加至容量瓶容量的 $2/3$ 时,将容量瓶沿水平方向摇动几下,使溶液混匀。再继续加水,至近标线时,改用滴管加水,直至溶液弯月面下缘与标线相切为止。盖上瓶塞,一手按住瓶塞,另一手指尖顶住瓶底边缘,如图 1-4 所示,然后将容量瓶倒转并摇荡,再直立。如此重复十多次,使溶液充分混匀。

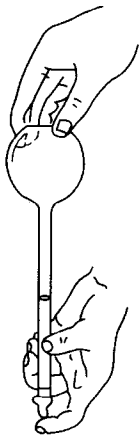


图 1-4 检查漏水和混匀溶液的操作

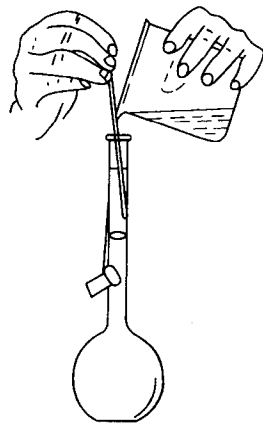


图 1-5 转移溶液的操作

如果用容量瓶稀释溶液,则用移液管移取一定体积的溶液于容量瓶中,然后按上述方法加水至标线,混匀溶液。

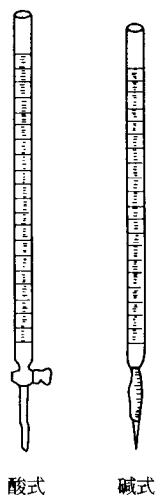
容量瓶使用完毕后,应立即用水冲洗干净。如长期不用,磨口处应洗净擦干,并用纸片

将磨口隔开。

3. 滴定管

滴定管是滴定时用来准确测量流出溶液体积的量器。常量分析中最常用的是容积为 50mL 的滴定管，其最小刻度是 0.1mL，但可估计到 0.01mL，因此读数可读到小数点后第二位，一般读数误差为 $\pm 0.01\text{mL}$ 。另外还有容积为 25mL 的滴定管及 10mL、5mL、2mL 和 1mL 的微量滴定管。

滴定管可分为两种（图 1-6）：一种是下端带有玻璃活塞的酸式滴定管，用于盛放酸类溶液或氧化性溶液，不能盛放碱液，因为碱性溶液会腐蚀玻璃，使活塞不能转动。另一种是碱式滴定管，用于盛放碱类溶液，其下端连接一段橡皮管，内放一颗玻璃珠，以控制溶液的流出。橡皮管下端接一尖嘴玻璃管。碱式滴定管不能盛放能与橡皮管起作用的溶液如 I_2 、 KMnO_4 和 AgNO_3 等氧化性溶液。



酸式 碱式

图 1-6 滴定管

由于用玻璃活塞控制滴定速度的酸式滴定管在使用时易堵易漏，而碱式滴定管的橡皮管易老化，因此，一种酸碱通用滴定管，即聚四氟乙烯活塞滴定管得到了广泛的应用。

(1) 滴定管使用前的准备

① 洗涤和试漏 酸式滴定管洗涤前应检查玻璃活塞是否与活塞套配合紧密，如不紧密将会出现漏水现象，则不宜使用。洗涤可根据滴定管沾污的程度而采用前述的方法洗净。为了使玻璃活塞转动灵活并防止漏水，需在活塞上涂以凡士林。方法是取下活塞，将滴定管平放在实验台上，用干净滤纸将活塞和活塞套的水擦干。再用手指蘸少许凡士林，在活塞的两头，沿 a、b 圆柱周围各均匀地涂一薄层，如图 1-7 所示。然后把活塞插入活塞套内，向同一方向转动，直到从外面观察时呈均匀透明为止。旋转时，应有一定的向活塞小头方向挤压的力。凡士林不能涂得太多，也不能涂在活塞中段，以免凡士林将活塞孔堵住。若涂得太少，活塞转动不灵活，甚至会漏水。涂得恰当的活塞应透明，无气泡，转动灵活。为防止在使用过程中活塞脱出，可用橡皮筋将活塞扎住或用橡皮圈套在活塞末端的凹槽上。最后用水充满滴定管，擦干管壁外的水，置于滴定管架上，直立静止 2min，观察有无水滴渗出，然后将活塞旋转 180° ，再观察一次，若无水滴渗出，活塞转动也灵活，即可使用。否则应重新涂油，并试漏。

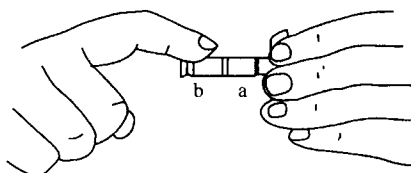


图 1-7 活塞涂凡士林操作

碱式滴定管使用前，应检查橡皮管是否老化，玻璃珠的大小是否适当。若玻璃珠过大则操作不便；过小，则会漏水。碱式滴定管的洗涤和试漏，与酸式滴定管相同。

② 装液、赶气泡 将溶液装入滴定管之前，应将溶液瓶中的溶液摇匀使凝结在瓶上的水珠混入溶液。在天气比较热或温度变化较大时，尤其要注意此项操作。在滴定管装入溶液时，先要用该溶液洗滴定管三次，以保证装入滴定管的溶液不被稀释。每次用溶液 5~10mL。洗涤时，横持滴定管并缓慢转动，使溶液流遍全管内壁，然后将溶液自下放出。洗好后，即可装入溶液，加至“0.00”刻度以上。注意：装液时要直接从溶液瓶倒入滴定管，不得借助于烧杯、漏斗等其他容器。

装好溶液后要注意检查出口管处是否有气泡，如有，则要排除，否则将影响溶液体积的准确测量。对于酸式滴定管，迅速打开活塞使溶液冲出，即可排除滴定管下端的气泡；对于碱式滴定管，可一手持滴定管成倾斜状态，另一手将橡皮管向上弯曲，并轻捏玻璃珠附近的

橡皮管，当溶液从尖嘴口冲出时，气泡也随之溢出。如图 1-8 所示。

(2) 滴定管的读数

读数时应注意下面几点：

① 读数时可将滴定管从滴定管架上取下，用右手的大拇指和食指捏住滴定管上端，使滴定管保持自然垂直状态。

② 由于水的附着力和内聚力的作用，溶液在滴定管内的液面呈弯月形。无色或浅色溶液的弯月面比较清晰，读数时应读取弯月面下缘最低点，视线必须与弯月面下缘最低点处于同一水平，否则将引起误差，如图 1-9 所示。对于深色溶液如 KMnO_4 应读取液面的最上缘。

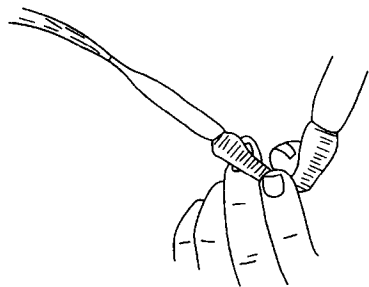


图 1-8 碱式滴定管排气方法

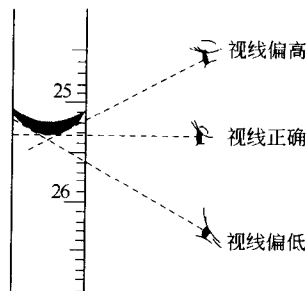


图 1-9 读数视线的位置

③ 每次滴定前应调节液面在刻度为“0.00”或稍下一些的位置上，因为这样可以使每次滴定前后的读数差不多都在滴定管的同一部位，可避免由于滴定管刻度的不准确而引起的误差。

④ 为了使读数准确，在装满或放出溶液后，必须等 1~2min，待附着在内壁的溶液流下来后再读数。

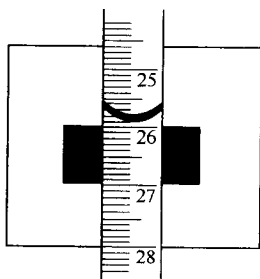


图 1-10 读数卡

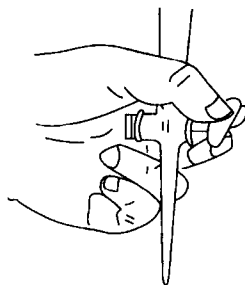


图 1-11 酸式滴定管的操作

⑤ 背景不同所得的读数也有差异，所以应注意保持每次读数的背景一致。为了便于读数，可用黑白纸做成读数卡，将其放在滴定管背后，使黑色部分在弯月面 0.1mL 处，此时弯月面的反射层全部成为黑色，这样的弯月面界面十分清晰，如图 1-10 所示。

⑥ 有些滴定管背后衬一白板蓝线，对无色或浅色溶液，读数时应读取两个弯月面相交于蓝线的一点，视线与此点应在同一水平面上，深色溶液则应读取液面两侧最高点对应的刻度。

(3) 滴定操作

将酸式滴定管夹在滴定管架上，用左手控制活塞，拇指在管前，中指和食指在管后，轻轻捏住活塞柄，无名指和小指向手心弯曲，如图 1-11 所示。转动活塞时要注意勿使手心顶着活塞，以免顶出活塞，造成漏液。如用碱式滴定管，则用左手拇指和食指轻捏玻璃珠近旁的橡皮管，使形成一条缝隙，溶液即可流出，如图 1-12 所示。注意不要使玻璃珠上下移动，

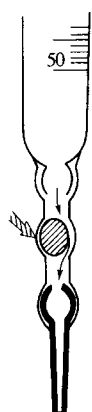


图 1-12 碱式
滴定管的
操作

更不要捏玻璃珠下部的橡皮管，以免空气进入而形成气泡，影响准确读数。

滴定时，如图 1-13 所示。左手握住滴定管滴加溶液，右手的拇指、食指和中指拿住锥形瓶颈，其余两指辅助在下侧，向同一方向旋转，摇动锥形瓶。摇瓶时应微动腕关节，注意不要使瓶内溶液溅出。在允许的条件下，滴定刚开始时，速度可稍快些，但溶液不能呈流水状地从滴定管放出。近终点时，滴定速度要减慢，改为逐滴加入，即加一滴，摇几下，再加一滴……，并以少量去离子水淋洗锥形瓶内壁，以洗下因摇动而溅起的溶液。最后应控制半滴加入，直至终点。

滴加半滴溶液的操作是：对于酸式滴定管，可轻轻转动活塞，使溶液悬挂在出口的尖嘴上，形成半滴，用锥形瓶内壁将其沾落，再用洗瓶吹洗。对于碱式滴定管，应先松开拇指和食指，将悬挂的半滴溶液沾在锥形瓶内壁上，这样可以避免尖嘴玻璃管内出现气泡。

滴定还可以在烧杯中进行，滴定方法与上述基本相同。滴定管下端伸入烧杯内 1cm，不要离壁过近，左手滴加溶液，右手持玻璃棒做圆周运动，如图 1-14 所示，不要碰到烧杯壁和底部。当加半滴时，可用玻璃棒下端承接悬挂的半滴溶液放入到烧杯中混匀。

滴定结束后，滴定管内剩余的溶液应弃去，不可倒回原瓶中，以免玷污溶液，随后洗净滴定管。

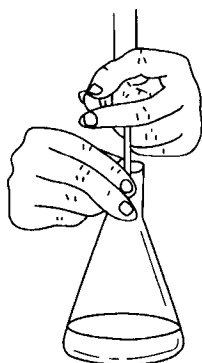


图 1-13 两手操作姿势

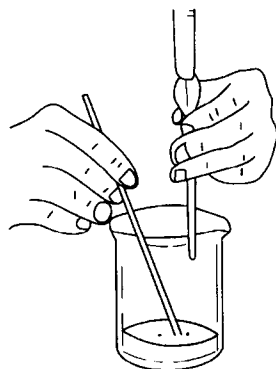


图 1-14 在烧杯中的滴定操作

4. 容量器皿的校正

滴定分析中所用的主要量器有滴定管、移液管和容量瓶等。容量器皿的容积与其所标示的体积往往并不完全符合。因此，在准确度要求较高的分析工作中，必须对容量器皿进行校正。

由于玻璃具有热胀冷缩的特性，在不同温度下容量器皿的容积也有所不同，因此校正玻璃容量器皿时，必须规定一个共同的温度值，即标准温度。国际上和中国规定的标准温度为 20°C ，即在校正时都将玻璃容量器皿的容积校正到 20°C 时的实际容积。

容量器皿常采用两种校正方法：

(1) 绝对校正法

绝对校正是测定容量器皿的实际容积。常用的方法为称量法，即准确称量容量器皿容纳或放出纯水的质量，并根据该温度下水的密度，计算出该容量器皿在标准温度 20°C 时的实际容积。由质量换算成容积时要考虑以下三方面的因素：

- ① 温度对水的密度的影响；
- ② 温度对玻璃量器容积胀缩的影响；
- ③ 空气浮力对称量时的影响。

为计算方便，综合考虑上述三个因素，可得到一个总校正值。经总校正后的纯水的密度如表 1-1 所示。

表 1-1 不同温度下纯水的密度
(空气密度为 $0.0012\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ，钠钙玻璃体膨胀系数为 $2.6 \times 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)

温度/ $^\circ\text{C}$	密度/ $(\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	温度/ $^\circ\text{C}$	密度/ $(\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	温度/ $^\circ\text{C}$	密度/ $(\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$
10	0.9984	17	0.9976	24	0.9964
11	0.9983	18	0.9975	25	0.9961
12	0.9982	19	0.9973	26	0.9959
13	0.9981	20	0.9972	27	0.9956
14	0.9980	21	0.9970	28	0.9954
15	0.9979	22	0.9968	29	0.9951
16	0.9978	23	0.9966	30	0.9948

因此，只要称得被校正的容量器皿容纳或放出纯水的质量，再除以该温度时纯水的密度值，就是该器皿在 20°C 时的实际容积。例如：在 15°C 时，某一 100mL 容量瓶容纳纯水的质量为 99.78g ，查得 15°C 时水的密度为 $0.9979\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ，则可计算出该容量瓶在 20°C 时的实际容积为

$$V_{20} = \frac{99.78}{0.9979} = 99.99\text{mL}$$

容量器皿是以 20°C 为标准来校正的，但使用时不一定是 20°C ，因此容量器皿的容积以及溶液的体积都会发生改变。由于玻璃的膨胀系数很小，在温度相差不大时，容量器皿的容积改变可以忽略。而溶液的体积与密度有关，所以可以通过溶液密度来校正温度对溶液体积的影响。稀溶液的密度一般可用相应纯水的密度来取代。

例如，计算 10°C 时 25.00mL $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 某标准溶液在 20°C 时的体积。

$0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 稀溶液的密度可用纯水的密度代替，查得水在 10°C 、 20°C 时的密度分别为 $0.9984\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 和 $0.9972\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ，则

$$V_{20} = 25.00\text{mL} \times \frac{0.9984\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}}{0.9972\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}} = 25.03\text{mL}$$

(2) 相对校正法

要求两种容器体积之间有一定的比例关系时，常采用相对校正法。例如容量瓶和移液管，它们常常是配套使用的，因此重要的是确知它们的相对关系是否符合，而不是它们的准确体积，这时就可采用相对校正法。例如， 25mL 移液管量取液体的体积是否等于 100mL 容量瓶量取体积的 $1/4$ 。

下面就滴定管、移液管和容量瓶的校正说明如下：

① 滴定管的校正 准确称量洁净且外部干燥的 50mL 容量瓶（精确至 0.01g ）。将去离子水装满待校正的滴定管中，调节液面至 0.00 刻度处，记录水温，然后按每分钟 10mL 的流速放出 10mL （要求在 $10\text{mL} \pm 0.1\text{mL}$ 范围内）水于已称过质量的容量瓶中，盖上瓶塞，再称量，两次质量之差为放出水的质量。用同样的方法称得滴定管从 10mL 到 20mL 、 20mL 到 30mL ……等刻度间水的质量，除以实验温度时水的密度就可得到滴定管各部分的实际容积。表 1-2 列出了 25°C 时校正滴定管的实验数据。

表 1-2 滴定管校正表

(水的温度 25℃, 水的密度为 0.9961g·mL ⁻¹)						
滴定管读数	容积/mL	瓶和水的质量/g	水的质量/g	实际容积/mL	校正值	累计校正值
0.03		29.20(空瓶)				
10.13	10.10	39.28	10.08	10.12	+0.02	+0.02
20.10	9.97	49.19	9.91	9.95	-0.02	0.00
30.08	9.97	59.18	9.99	10.03	+0.06	+0.06
40.03	9.95	69.13	9.95	9.99	+0.04	+0.10
49.97	9.94	79.01	9.88	9.92	-0.02	+0.08

例如, 在 25℃ 时由滴定管放出 10.10mL 水, 其质量为 10.08g, 算出这一段滴定管的实际体积为: $V_{20} = \frac{10.08\text{g}}{0.9961\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}} = 10.12\text{mL}$, 故滴定管这段容积的校正值为 $10.12\text{mL} - 10.10\text{mL} = +0.02\text{mL}$ 。

② 移液管的校正 用洗净的待校正的 25mL 移液管吸取去离子水并调节至刻度, 放入已称量的容量瓶中, 再称量, 根据水的质量计算该温度时的实际容积。每支移液管需校正二次, 且二次称量差不得超过 20mg, 否则要重新校正。

③ 容量瓶和移液管的相对校正 用 25mL 移液管准确移取去离子水放入洁净且干燥的 100mL 容量瓶中, 重复 4 次, 然后观察溶液弯月面下缘与标线是否相切, 若不相切, 则另作标记。经相互校正后的容量瓶和移液管可配套使用。

三、天平与称量

1. 电子天平

电子天平是一种新型天平, 它利用了电磁力平衡的原理, 直接称量, 全量程不需要砝码, 实现了自动调零、自动去皮和自动显示称量结果, 加快了称量速度, 提高了称量的准确性。

(1) 测量原理

电子天平的测量原理如图 1-15 所示, 将天平传感器的平衡结构简化为一杠杆, 杠杆由支点 O 支撑, 左边是秤盘, 右边连接线圈及零位指示器。零位指示器置于一固定位置, 天平空载时, 杠杆始终趋于某一位置, 即天平的零点。当天平加载物体时, 杠杆偏离零点, 零点指示器产生偏差信号, 通过放大和 PID (比例、积分、微分调节) 来控制流入线圈的电流 I , 使之增大, 位于磁场中的通电线圈将产生电磁力 F , 由于通电线圈位于恒定磁场中, 所以电磁力 F 也相应增大, 直到电磁力 F 的大小与加载物体的质量相等, 偏差消除, 杠杆重新回到天平的零点。即恒定磁场中通过线圈的电流强度 I 与被测物体的质量成正比, 只要测定流入线圈的电流强度 I , 就可知被测物体的质量。

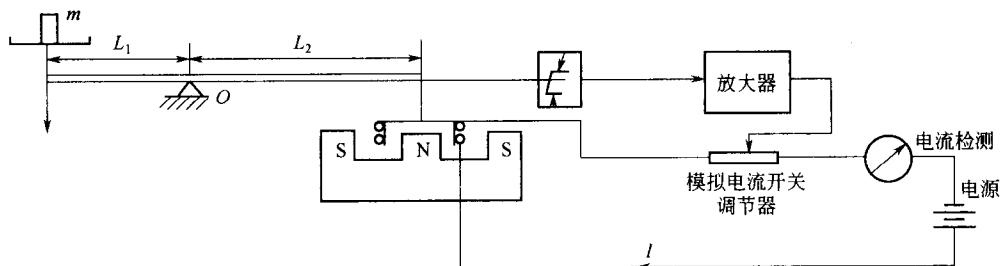


图 1-15 电子天平测量原理示意图

(2) 电子天平的使用方法

电子天平型号很多,例如 AL 型、PL 型、AB-N 型、PB-N 型等。实验室中常用的是 AL 型和 PB-N 型电子天平。AL 型电子天平,最大称量值为 110g 或 210g,最小分度值为 0.1mg。如图 1-16 所示。PB-N 型电子天平一般能称准至 0.1g 或 0.01g,用于称量精度要求不高的情况,其外观与 AL 型电子天平相似,只是没有防风罩。电子天平的使用方法大同小异,具体操作可以参照各仪器的说明书。以 AL 型电子天平为例,电子天平使用方法及规则如下:

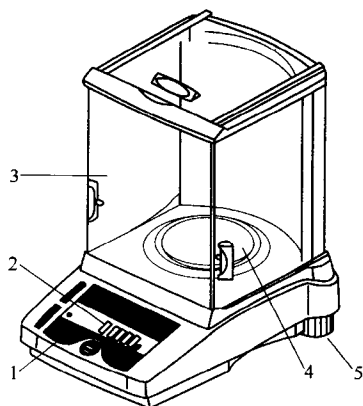


图 1-16 AL 型电子天平

1—操作键; 2—显示屏; 3—防风罩;
4—称盘; 5—水平调节脚

① 水平调节 观察水平仪的水泡是否居水平仪中间位置,必要时应通过调节天平水平调节脚进行调整。

② 预热 单击“On”键,接通电源,预热 20~30min。

③ 校准 第一次使用天平前,需要进行校准。连续使用的天平则需定期校准。校准的方法是:天平空载,按住“Cal”键不放,直到显示屏显示“CAL”后松开,所需的校准砝码值闪烁。放上校准砝码,天平自动进行校准。当“0.0000g”闪烁时,移去砝码。天平再次出现“CAL done”时,校准结束。

④ 称量 当天平回零,显示屏显示“0.0000g”时,即可进行称量。将称量物放在称盘中央,待稳定探测符“0”消失后,即可读取称量结果。

若需要去皮称量,先将容器置于称盘上,在显示容器质量后,按“O/T”键,使显示为零,当采用固定质量称量法时,显示净重值;当采用减量法时,则显示负值。如果需要连续称量,则再按“O/T”键,使显示为零,重复操作即可。每一次称量先去皮,即可直接得到称量值。因而利用电子天平的去皮功能,可使称量变得更加快捷。

称量结束后,按“Off”键不放,直到显示屏出现“OFF”后松开,即可关机。拔下电源插座,盖上防尘罩。

(3) 使用电子天平的注意事项

① 使用电子天平时应注意不能称量热的物体。称量物不能直接放在称盘上,根据情况可放在表面皿或其他容器内。称取腐蚀性或挥发性物体时,必须放在密闭容器内称量。

② 物体质量不得超过电子天平的最大负载,否则容易损坏天平。

③ 如果天平长时间没用,或天平移动过位置,应进行一次校正。

2. 试样的称取方法

① 固定质量称量法 对于一些在空气中没有吸湿性的试样,如金属、合金等,可用本法称量。若使用电子天平,则将器皿置于天平盘上,去皮,用牛角匙将试样慢慢加入盛放试样的器皿中,当所加试样略少于欲称质量时,极其小心地将盛有试样的牛角匙伸向器皿中心上方约 2~3cm 处,匙的另一端顶在掌心上,用拇指、中指及掌心拿稳牛角匙,并用食指轻弹匙柄,让试样慢慢抖入器皿中,使之与所需称量值相符,即可得一定质量的试样。

② 减量法 此法常用于称取易吸水、易氧化或易与 CO_2 反应的物质。称取试样时,将纸片折成宽度适中的纸条,套住称量瓶,用左手的拇指和食指夹住纸条,如图 1-17 所示。将称量瓶置于天平盘上准确称量,设质量为 m_1 ,然后仍用纸条套住称量瓶,从天平盘上取下,置于准备盛放试样的容器上方,右手用小纸片夹住瓶盖柄,打开瓶盖,将称量瓶倾斜,并用瓶盖轻轻敲击瓶口,使试样慢慢落入容器内,注意不要撒在容器外,如图 1-18 所示。