



工科基础化学系列教材

基础化学实验

(少学时)

王艳芝 谢丹阳 陈蓉娜 编

哈尔滨工业大学出版社

工科基础化学系列教材

基础化学实验

(少学时)

王艳芝 谢丹阳 陈蓉娜 编

哈尔滨工业大学出版社

内 容 提 要

本书根据现行基础化学实验课程体系和教学模式改革的需求而编写,是将原来少学时的无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验和物理化学实验课程整合成一门具有独立体系的基础化学实验课程。全书分为基础知识,基本技术,基本操作实验,化合物的制备、提纯及性质实验,物质的定量分析实验,物理化学量的测定实验,常用仪器简介共7章及附表,共收录了26个基本的、典型的化学实验。本书可直观地帮助学生掌握实验要领和操作技巧,同时易于教师讲授。

本书可作为工科院校非化学化工专业少学时基础化学实验课用书。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验/王艳芝等编. —哈尔滨:哈尔滨工业大学出版社,2006.3

ISBN 7-5603-2239-5

I.基… II.王… III.化学实验 IV.06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 018395 号

责任编辑 杨 桦 杨明蕾

封面设计 卞秉利

出版发行 哈尔滨工业大学出版社

社 址 哈尔滨市南岗区复华四道街 10 号 邮编 150006

传 真 0451-86414749

网 址 <http://hitpress.hit.edu.cn>

印 刷 黑龙江省地质测绘印制中心印刷厂

开 本 787 mm × 1 092 mm 1/16 印张 7.25 字数 162 千字

版 次 2006 年 3 月第 1 版 2006 年 3 月第 1 次印刷

印 数 1~3 000 册

定 价 14.80 元

(如因印装质量问题影响阅读,我社负责调换)

前 言

高等学校基础化学实验教学能够培养学生的实践能力、科学思维方法、创新意识与创新能力。近年来,随着基础化学实验课程体系和教学模式改革的不断深入,原来少学时的无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验和物理化学实验课程已被整合为一门具有独立体系的基础化学实验课程。本书编者按照新的实验课程体系的需求,对传统的教学效果较好的实验进行保留、改革和更新,并以校内实验讲义的形式,经三届学生试用,又几经修改,精选了 26 个实验,编成此书。该书的特点是:

1. 突破原有少学时的无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验和物理化学实验都分别依附于相应的理论课程的框架,将它们整合成一门具有独立体系的基础化学实验课程。

2. 针对工科院校非化学化工专业少学时基础化学实验课学生多、设备更新慢、实验条件简陋等特点,选择了化学实验中最常用的基础知识与测定技术、最基本的实验内容及最常见的实验仪器等,因此该教材字数较少,便于少学时的学生选用。

本书由燕山大学环境与化学工程学院王艳芝、谢丹阳、陈蓉娜编写。其中第 1 章 1.5~1.6 节,第 2 章 2.1~2.2 节、2.4~2.5 节,实验 3~9、14~20,第 7 章 7.1~7.5 节由谢丹阳编写;第 2 章 2.3 节、2.6~2.8 节,实验 1~2、10~13 由陈蓉娜编写;王艳芝编写其余部分并统稿;邵光杰教授、曾宪文副教授担任主审。在编写过程中,选用了部分参考书中的一些图表数据,特向有关作者致谢。

由于编者的水平有限,不妥和疏漏之处在所难免,恳请有关专家及广大读者批评指正。

燕山大学环境与化学工程学院 王艳芝

2005 年 7 月

目 录

第1章 化学实验的基础知识	(1)
1.1 化学实验的目的与要求	(1)
1.2 实验室规则	(1)
1.3 实验室安全常识	(2)
1.4 实验预习、记录和实验报告	(2)
1.5 有效数字及其运算规则	(3)
1.6 实验中的测量误差	(4)
第2章 化学实验的基本技术	(7)
2.1 物质的称量	(7)
2.2 滴定分析常用的容量器皿及其使用方法	(8)
2.3 分液漏斗的使用	(12)
2.4 物质的加热与冷却	(13)
2.5 固体与液体的分离	(14)
2.6 合成实验常用仪器和装配	(15)
2.7 蒸馏与沸点测定技术	(16)
2.8 分馏技术	(17)
2.9 温度测量与控制技术	(18)
2.10 真空技术	(23)
第3章 基本操作实验	(27)
实验1 丙酮与水的分馏	(27)
实验2 熔点的测定	(28)
实验3 分析天平的称量练习	(31)
实验4 碱溶液含量的测定(双指示剂法)	(32)
第4章 化合物的制备、提纯及性质	(35)
实验5 水溶液中的解离平衡	(35)
实验6 沉淀-溶解平衡	(38)
实验7 配位平衡	(40)
实验8 氧化还原反应	(42)
实验9 粗食盐的提纯	(43)
实验10 乙酸正丁酯的制备	(45)
实验11 乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	(47)

实验 12 环己烯的制备	(48)
实验 13 1-溴丁烷的制备	(49)
第 5 章 物质的定量分析实验	(52)
实验 14 自来水水质检验及其硬度的测定(配位滴定法)	(52)
实验 15 铅铋混合液中铅铋含量的连续测定(配位滴定法)	(54)
实验 16 可溶性硫酸盐中硫含量的测定(重量分析法)	(56)
实验 17 分光光度法测定微量铁含量(邻二氮菲分光光度法)	(58)
实验 18 氯化物中氯含量的测定(自动电位滴定法)	(60)
第 6 章 物理化学量的测定	(64)
实验 19 乙酸解离常数的测定(缓冲溶液 pH 值法)	(64)
实验 20 电极电势及电动势的测定	(65)
实验 21 纯液体饱和蒸气压的测量	(67)
实验 22 过氧化氢分解反应动力学方程式的建立	(70)
实验 23 旋光法测定蔗糖转化反应的速率常数	(73)
实验 24 最大泡压法测定溶液的表面张力	(75)
实验 25 二组分合金系统相图	(78)
实验 26 阳极极化曲线的测定	(81)
第 7 章 常用仪器简介	(84)
7.1 分析天平	(84)
7.2 酸度计	(87)
7.3 电导率仪	(90)
7.4 分光光度计	(91)
7.5 离心机	(93)
7.6 自动旋光仪	(93)
7.7 数字温度电势计	(95)
7.8 大气压力计	(96)
7.9 双显恒电位仪	(97)
附表	(101)
附表 1 国际相对原子质量表(Ar 1997)	(101)
附表 2 常用酸碱的相对密度和浓度	(102)
附表 3 常用酸碱指示剂	(102)
附表 4 常用沉淀滴定指示剂和金属指示剂的颜色和配制方法	(103)
附表 5 微电解质的溶度积常数	(104)
附表 6 常用氧化还原电对的标准电极电势	(105)
附表 7 不同温度下水的表面张力	(106)
附表 8 乙醇水溶液的表面张力(298 K 和 303 K)	(106)
参考文献	(107)

第1章 化学实验的基础知识

1.1 化学实验的目的与要求

化学教育不仅要传授化学基本理论,而且需要培养学生基本化学实验技能,使其学会通过对实验现象、实验数据的观察、测量、分析和综合,深入理解化学反应的本质和规律。

作为本科阶段的一门基础实验课程,少学时基础化学实验的教学目的是使学生初步了解化学学科各领域所需的基本研究工具和方法,掌握化学基本实验技术和技能,培养学生实事求是的科学态度、严谨细致的实验作风、灵活创新的分析和解决问题的能力,为以后从事理论研究及与化学相关的实践工作打下良好的基础。

在实验过程中,要勤于动手,多开动脑筋,不要对书本上的东西过于迷信,应该抱着怀疑的态度,发现问题和解决问题。为了做好实验,实验课前应充分预习,做到心中有数;做实验时要及时记录,并且实事求是;实验结束后要认真完成实验报告。

1.2 实验室规则

为了确保化学实验安全、顺利、正确地进行,培养学生良好的实验习惯和严谨的治学态度,学生必须遵守以下实验室规则。

(1)不要大声喧哗,实验室内要保持肃静。

(2)学生进实验室后,首先要了解实验室内水、电、煤气开关的位置和灭火器材的放置地点及其使用方法。

(3)在实验过程中,应保持桌面清洁整齐,要认真操作、有条不紊、仔细观察、及时详细记录,不得擅自离开。

(4)实验中应保持水槽干净,切勿往水槽中扔杂物。固体废物(如火柴、废纸等)应放到废物箱中,不得乱丢;废酸和废碱等废液要小心倒入废液缸内;公用药品不得任意挪动,用后立即盖好,注意节约使用。

(5)爱护实验仪器,严格按照操作规程使用仪器,不得任意拆装和搬动。

(6)尊重教师的指导,实验结束后,须经教师全面检查,并在实验记录本上签字后,才能离开实验室。

(7)不得将实验仪器、药品随意带出实验室。

(8)实验结束后,值日生要认真打扫实验室,复原仪器的位置,关闭水电开关,经教师检查合格后方可离去。

1.3 实验室安全常识

实验室安全知识是实验人员必须掌握的基本常识。每个进入实验室做实验的学生都应该对下列安全常识有所了解。

(1)使用有毒试剂时,要事先熟悉操作中的注意事项,凡涉及有毒或有恶臭物质的实验,都应在通风橱中进行,实验结束后,应及时妥善处理,以免自己 and 他人中毒。

(2)使用和处理易燃物品时,必须远离明火或热源;涉及挥发性和易燃物质的实验,也应在离火源或热源较远的地方进行。

(3)使用酒精灯应随用随点,绝对不能用已点燃的酒精灯去点燃另一盏酒精灯,用毕应立即盖上灯罩,切不要吹熄。

(4)使用浓酸、浓碱等具有强腐蚀性的试剂时,应避免溅在皮肤或衣服上。

(5)使用性质不明的药品时,可先取少量试用,决不能直接去嗅,以免发生意外。

(6)使用强氧化剂(如氯酸钾、高氯酸)及其混合物时,不能研磨,否则易发生爆炸。

(7)普通的玻璃瓶和容量器皿都不可以加热,也不可以盛装热的溶液,以免破裂或容量不准。

(8)加热试管时,管口不能对着任何人,不要俯视正在加热的液体,灼热的器皿应放在石棉板或石棉网上,不要直接放在实验台上或柜子里,以免烙坏台面或引起火灾,也不要直接和冷的物品接触,以免引起炸裂。

(9)动用特殊仪器或设备时,应事先熟悉其使用方法,并严格按照操作规程使用,情况不明时不能随便接通电源和按动按钮。

(10)在减压系统中严禁使用不耐压的仪器,如锥形瓶、平底烧瓶等,以免引起爆炸。

1.4 实验预习、记录和实验报告

实验课对于培养学生的动手能力、独立从事科学研究的能力以及创新能力等都具有重要的作用。要做好每一个实验,必须达到以下几项基本要求。

1. 实验预习

实验前充分预习是做好实验的重要环节,预习是否充分对实验成功与否以及收获的大小起着关键作用。学生在进行实验前必须对所做实验进行全面认真的预习,包括仔细阅读有关教材、查阅手册或其他参考书,弄清实验目的和实验原理、领会实验步骤和注意事项、了解仪器的结构和使用方法、查出有关药品与试剂的物理常数。通过预习对所做实验内容有全面的了解,做到心中有数,并将预习结果写在实验记录本上。对于那些未进行预习的学生,实验指导教师有权拒绝他们进行实验。

2. 实验记录

实验记录是实验的原始材料,是研究实验内容、书写实验报告和分析讨论实验结果的重要依据,也是培养学生形成良好实验记录习惯的主要环节,因此必须做到真实、详细和

及时。实验过程中,学生应该认真操作、仔细观察、积极思考、钻研问题,并将实验中的各种现象、数据如实地记录下来,记录要做到简单明了、字迹清楚,应该随做随记,坚决杜绝写“回忆录”或到处乱记的现象。在记录、处理数据时不能只拣“好”的数据记,不能随意涂抹数据,如发现某个现象或数据确有问题,应该舍去时,可画上除去的记号,否则应该用统计学方法判断取舍,必要时应补做实验核实。

实验结束时,学生须将实验记录交给实验指导教师检查并签字。

3. 实验报告

实验操作完成以后,必须根据自己的实验记录对实验现象、数据和结果进行整理归纳,讨论实验现象,分析出现的问题,并写出实验报告。这是完成整个实验的一个重要组成部分,也是感性认识发生飞跃,上升到理性认识的必要步骤。书写实验报告应该做到叙述简明扼要,条理清楚,字迹工整,图表清晰。在此过程中,学生应该有意识地培养自己独立分析问题、解决问题的能力,为建立创新思维方式打下良好的基础。

实验报告内容主要包括以下几个方面:实验目的、实验原理、仪器与药品、实验装置图、实验步骤、原始实验现象或实验数据、数据处理和作图、实验结果与讨论(对实验结果的误差分析、对实验的改进意见、心得体会及文献查阅情况等)。实验报告格式可根据实验类型自行设计。应把重点放在对实验数据的处理和对实验结果的分析讨论上。

1.5 有效数字及其运算规则

1.5.1 有效数字

为了得到准确的实验结果,不仅要准确地测量,还要正确地记录和计算,即记录的数字不仅表示测量结果的大小,而且要正确反映测量结果的精确程度。有效数字的概念不明确,会使测量得到的结果不符合客观事实,甚至会使人们做出违背事实的决策,产生极为严重的不良后果。

有效数字是指有意义的数字。在实验中,是由测量仪器所能够观察的精确程度决定的,即实际能够测量到的数字。数字“0”在数据中具有极为重要的双重意义。若数字“0”在小数点后或夹在数字中出现,做普通数字使用,它就是有效数字,而在数字前出现的“0”就不是有效数字,只起定位作用。若在台秤上称取试样,其质量为 14.0 g,由于台秤可称准至 ± 0.1 g,其实际质量在 14.0 ± 0.1 g 范围内。14.0 g 这一数值具有三位有效数字,其中 14 是准确的,最后一位“0”是估计得到的可疑值,如记录时将上述称量结果小数点后多写一位“0”(或少写一位“0”)写成 14.00 g(或 14 g),记录所反映的测量的精确度无形中被夸大为(或缩小为)原值的 10 倍(或 1/10)。

在改变测量单位时,有效数字不能随之改变。如质量为 14.0 g,若以毫克为单位表示,则应为 1.40×10^4 mg;若以千克为单位,则应表示为 0.014 0 kg,这三种表示结果准确程度是完全相同的,三者都是三位有效数字的值。

1.5.2 运算的基本规则

运算主要包括以下基本规则。

(1)记录测量结果时,只应保留末尾一位可疑数字。

(2)在数据中,若首位数字大于8,可将此数据的有效数字的位数多看一位。如数据9.42可看做四位有效数字。

(3)在数据运算中可暂时多保留一位数字,得到最后结果时按“四舍六入五成双”规则进行修约,弃去多余数字。即当尾数 ≤ 4 时,舍去;当尾数 > 5 时,进位;当尾数恰为5时,则看保留下来的末位数是奇数还是偶数,只有奇数时才将5进位,使最终保留下来的末位数为偶数。如有三个数值12.345 1、12.345与12.355均保留四位有效数字,结果分别为12.35、12.34与12.36。

修约数字时,只允许对测量值一次修约到所需有效数字位数。

(4)在数据运算时,应按计算规则,合理取舍各数据有效数字。若几个数据相加或相减,所得和或差的有效数字小数点后的位数保留应与各数据中绝对误差最大的那个数据的小数点后的位数相对应。

如有三个数据2.46、0.003 3与12.842,它们的绝对误差分别是 ± 0.01 、 $\pm 0.000 1$ 与 ± 0.001 ,其中2.46的绝对误差最大,它的小数点后有两位数。若求三个数之和,即 $2.46 + 0.003 3 + 12.842 = ?$ 根据运算的基本规则,三个数相加的正确结果应为15.30,小数点后保留两位数,其运算过程为

2.46		2.46
0.003 3		0.003
+)12.842	先修约成	+)12.842
15.305 3		15.305

若几个数据相乘或相除时,积或商的有效数字位数保留取决于相对误差最大的那个数据的有效数字位数。

如求 $2.46 \times 0.003 3 \times 12.842 = ?$ 三个数的相对误差分别为

$$(\pm 0.01/2.46) \times 100\% = \pm 0.4\%$$

$$(\pm 0.000 1/0.003 3) \times 100\% = \pm 3.0\%$$

$$(\pm 0.001/12.842) \times 100\% = \pm 0.008\%$$

当各数值有效数字位数不同时,相对误差最大的数为0.003 3,它是两位有效数字的数值。根据运算的基本规则,先将三个数修约为2.46、0.003 3与12.8,然后相乘的正确结果应为0.10,保留两位有效数字。

(5)在多数情况下,表示误差时,保留一位有效数字即可。

1.6 实验中的测量误差

误差是指测量结果与真实值之间的差值,误差越小,表明分析结果的准确度越高。误差分为系统误差和偶然误差两大类。

1. 误差产生的原因

系统误差是由于测量过程中某些经常性的因素所造成的,它对测量结果的影响一般比较恒定。通常测量结果会系统偏高或系统偏低。一般可通过对照实验、空白实验和使用校准仪器等方法检验和消除系统误差。

根据系统误差的性质和产生的原因,系统误差又可分为以下几类。

(1)方法误差。是由于测定方法本身不够完善造成的。

(2)仪器误差。是由于仪器本身的缺陷造成的,如仪器未经校准、量器刻度不够准确等。

(3)试剂误差。是由于试剂不纯或蒸馏水不合格造成的,如含有微量的待测组分、有干扰测定的杂质等存在。

(4)主观误差。是由于操作者主观原因造成的。

在消除系统误差的情况下,多次平行测定结果也不完全一致,即在实验中还有一类误差不能完全避免,它是由某些随机的偶然因素造成的,人们称之为偶然误差,它表现时大时小,似乎对分析结果的影响没有规律,若增加平行测定次数,会发现大误差出现的概率小,小误差出现的概率大。取测量结果的平均值,可以减少偶然误差。

此外,由于粗心、不遵守操作规程等因素而引起的差错,人们称之为过失误差,如器皿不洁净、丢失试剂、记录及计算错误等。如果在实验中能遵守操作规程,认真细心地操作,可以避免这些误差的出现。如果已证实出现过失误差,该结果应予剔除。

2. 误差的计算

误差是客观存在的,只要采取一系列相应措施,可使测量结果接近真实值。误差分为绝对误差和相对误差。

(1)绝对误差是测量结果与真实值之间的差值。绝对误差 = 测量值 - 真实值。

若测量结果大于真实值,误差为正;反之,误差为负。绝对误差反映不出测定结果的准确度,通常以相对误差表示。

(2)相对误差是绝对误差占真实值的百分比。相对误差 = (绝对误差/真实值) × 100%。

3. 偏差及其计算

在实际中真实值常常不知道,而无法求得测定结果的准确度。在确定实验条件下,常将测定方法多次实施后,取其测量结果的平均值,以偏差来表示分析结果的精密度。偏差分为绝对偏差、标准偏差和相对标准偏差。

(1)绝对偏差是指测量结果与测量结果的平均值之间的差值,即

绝对偏差 = 个别测定结果 - 几次测定结果的平均值

(2)相对偏差是指绝对偏差占测定结果的平均值百分比,即

相对偏差 = (绝对偏差/测定结果的平均值) × 100%

相对偏差越小,表明多次分析结果越接近,即分析结果的精密度越高。在消除系统误差的情况下,分析结果有高的精密度,才可能有高的准确度。

对于定量分析所测量的数据是否合理、是否有较高的精密度,要对测量数据进行计算

处理,采用测量结果的相对偏差来评判。但为了更准确地将大偏差显著反映出来,更好地说明测量数据的分散程度,在实验测量数据较少的情况下,用测量结果的相对标准偏差说明问题更有效。

(3) 标准偏差用符号 S 表示,计算公式为

$$S = \sqrt{\frac{\sum (X - \bar{X})^2}{n - 1}}$$

式中, X 为个别测量值; $\bar{X}$ 为测量值的平均值; n 为测量次数。

$$\text{相对标准偏差} = (\text{标准偏差} / \text{测量值的平均值}) \times 100\% = \frac{S}{\bar{X}} \times 100\%$$

第2章 化学实验的基本技术

2.1 物质的称量

根据称量的对象不同,应采取相应的称量方法。常用物质的称量方法包括直接称量法、固定质量称量法和差减法。

1. 直接称量法

直接称量法用于称取某一物体的质量。如称量干燥的坩埚、小烧杯、称量瓶的质量等。

2. 固定质量称量法

固定质量称量法用于称取某一固定质量的试样。此称量法操作速度较慢,因此要求试样具有在空气中不易吸潮、能稳定存在的特点,如合金、矿石、金属等。称取试样时,首先在天平右边托盘上加入指定质量的砝码,在另一边托盘的器皿中逐渐加入试样,直至所加试样与指定质量相差一般不超过10 mg。在加样过程中,若不慎超过指定质量,应休止天平,用药匙取出多余试样,原则上取出的试样应弃去。之后继续加样操作,直至称样合乎质量要求。

3. 差减法

差减法用于称取某一质量范围的试剂。此法称量的试剂常常有易吸收空气中的水和二氧化碳、易氧化等特点。称取试剂时,首先应该按图 2.1 所示的方法用纸带夹拿称量瓶及瓶盖,准确称取装有试剂的称量瓶的质量,然后按图 2.2 所示从称量瓶中逐渐敲出一些试剂,接着再称取称量瓶的质量,前后两次称量质量相减,即为试剂质量。在称量过程中,不能用手指直接接触称量瓶,以防手上的汗渍给称量带来误差。

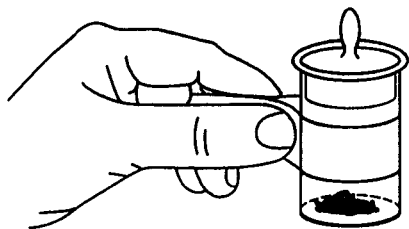


图 2.1 用纸带夹拿称量瓶的操作



图 2.2 敲出试剂的操作

2.2 滴定分析常用的容量器皿及其使用方法

滴定分析常用的玻璃仪器很大部分是容量器皿,主要有滴定管、移液管和容量瓶等容量器皿及非容量器皿,如烧杯、锥形瓶、试管和称量瓶等。使用这些器皿是否正确将影响样品测定结果的准确度,不容忽视。而玻璃器皿在使用前还必须经过认真清洗,洗至容器内壁能被水完全润湿而不挂水珠为止,若容器内部有污渍存在便会有液体附着其上,造成误差,从而也会影响样品测定结果的准确度。

2.2.1 滴定管

滴定管是滴定中用来准确测量所放溶液体积的量器。实验室常用的是容量为50 mL的滴定管,此外还有容量为10 mL、5 mL、2 mL和1 mL的滴定管。滴定管管体是无色或棕色的。棕色的滴定管主要是用来盛装见光易分解的溶液,如 KMnO_4 、 AgNO_3 溶液等。

1. 滴定管分类

滴定管一般分为酸式、碱式两种,如图2.3所示。酸式滴定管只能用来装酸性及具有氧化性的溶液,碱式滴定管用来装碱性及无氧化性的溶液。

酸式滴定管下端有玻璃旋塞,用以控制溶液流出的速度。在使用滴定管前,先检查旋塞是否漏水,如果发现漏水或者旋塞旋转不灵活,则将旋塞取下,洗净,并用滤纸将水吸干,然后在旋塞大的一端和小的一端涂上很薄一层凡士林,再将旋塞塞好,旋转,使凡士林均匀地涂在磨口上。不得将凡士林涂得太多,那样反而容易将旋塞的小孔堵塞。旋塞旋转灵活并且不漏液时方可使用。

碱式滴定管下端用橡皮管连接一支尖嘴小玻璃管,橡皮管内装有一玻璃圆珠,以堵住溶液。用拇指及食指紧捏玻璃圆珠旁边的橡皮管半边,使管内形成一条窄缝,溶液便自尖嘴中滴出。从滴定管中放出溶液时,可按图2.4进行操作。

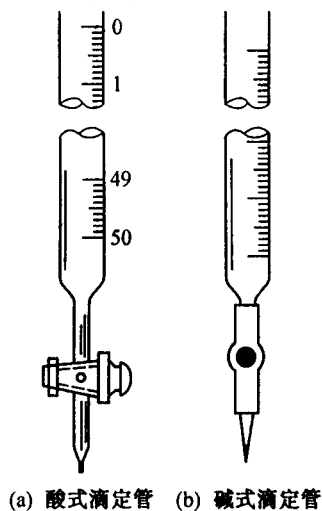


图 2.3 滴定管结构示意图

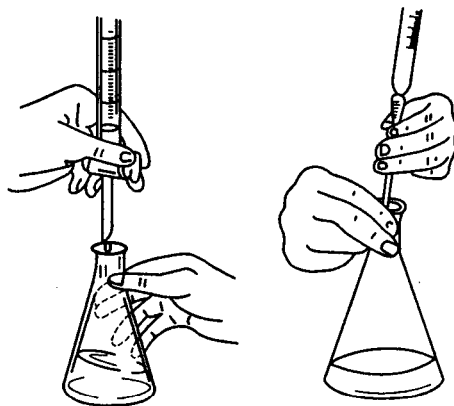


图 2.4 滴定管中放出溶液的操作图

2. 滴定管的使用方法

(1) 洗涤。滴定管如无明显油污,在使用前可先直接用自来水冲洗,然后用蒸馏水少量多次淋洗。洗净后内壁上不应挂有液滴。洗净的仪器不能用布或纸擦拭,否则内壁上沾有纤维反而被污染。如果挂有液滴,需用洗衣粉清洗,再用自来水、蒸馏水冲洗。如有油污,可用铬酸洗液清洗,如油污较难清洗可用铬酸洗液浸泡数小时后再用水冲洗。清洗酸式滴定管时把铬酸洗液倒入滴定管中,将管横躺,两手平端滴定管转动,直至洗液布满全管。清洗碱式滴定管时则应先将乳胶管拆下,把橡皮滴头套在滴定管底部,然后再倒入洗液进行清洗。

铬酸洗液的配制:取 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (L.R. 实验试剂) 20 g 于 500 mL 烧杯中,加水 40 mL,加热溶解,冷却后,边搅拌边缓缓加入 320 mL 浓 H_2SO_4 。配好的铬酸洗液储于磨口细口瓶中,可反复使用,至溶液被还原而呈绿色,可加入 $\text{KMnO}_4(\text{s})$ 使其再生。使用铬酸洗液时应防止其被水稀释。

应特别注意六价铬对环境的污染,尽可能不用或少用铬酸洗液。洗液用完后不能随意排放,应倒回原瓶中回收处理。切不可将铬酸洗液溅在身上,以免灼伤皮肤或腐蚀衣服。

在使用前用少量滴定用的标准溶液润洗 2~3 次,以免加入滴定管内的标准溶液被管壁上的蒸馏水稀释而改变浓度。

(2) 装液。将标准溶液直接倒入滴定管中至“0”刻度以上,开启旋塞或挤压玻璃圆珠,把管内液面的位置调节到“0”刻度或略低于“0”。必须注意,滴定管下端不应留有气泡,否则会出现读数误差。因此,在滴定管装满溶液后,必须把滴定管下端的气泡逐出。如果是酸式滴定管,可使滴定管略倾斜,开启旋塞,气泡就容易被放出的溶液逐出;如果是碱式滴定管,可按图 2.5 所示,把橡皮管稍稍向上弯曲,然后挤压玻璃圆珠,气泡即可被逐出。

(3) 读数。装满或放出溶液后,要等 1 min 左右,待附着在内壁的溶液流下后,再进行读数。读数时,滴定管可夹在滴定管夹上,也可用手拿在滴定管上部无刻度处,注意此时滴定管必须保持垂直,视线应与管内液体凹面的最低处相切,偏高偏低都会带来误差,按图 2.6 所示的与液体凹面相切的中间直线对应刻度读出溶液体积。若采用白板蓝线衬底的滴定管装溶液,可从蓝线上下两尖端相交点对应处读出体积。若溶液颜色太深,可从液面两侧的最高点读出体积,注意此时视线应与液面两侧的最高点成水平。

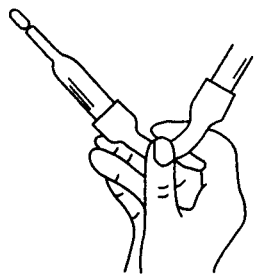


图 2.5 碱式滴定管气泡的排出

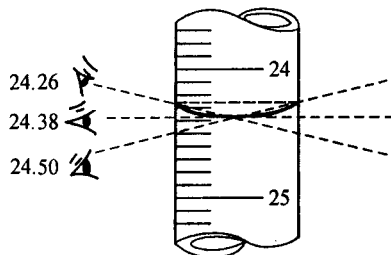


图 2.6 滴定管的读数

常用的容量为 50 mL 的滴定管,每一大格为 1 mL,每一大格又分为 10 小格,每一小格

为 0.1 mL。管中液面位置的读数可读到小数点后两位,如 24.38 mL,此体积读数前三位数字是准确读出的,最后一位数字是估读的,所以将管中溶液体积估读为 24.37 mL 或 24.39 mL 均是可以的。

(4)使用完毕后,应用自来水、蒸馏水依次冲洗,干净后放回滴定架上。

2.2.2 移液管

移液管是用来准确移取一定体积溶液的量器。在一定的温度(通常标准为 20℃)下,移液管的上端刻度至下端出口的容量是一定的。实验室常用的移液管容量为 25 mL,此外还有容量为 50 mL、10 mL、5 mL、2 mL、1 mL 等规格的移液管,可根据不同需要,选择容量不同的移液管。在同一实验中应使用同一支移液管,以减小不同移液管带来的测量误差。

1. 移液管的分类

移液管种类较多,大致可分为两大类。一类为中腰膨大、上下两端细长、无刻度的移液管,它的上端刻有环形标线;另一类为有刻度的移液管,通常称它为吸量管。吸量管又有吹式和非吹式两种,在吸量管管身上部标示“吹”,则表示的是吹式吸量管。

2. 移液管的使用方法

(1)清洗。先用铬酸洗液清洗(必要时可将移液管放在大量筒内,用铬酸洗液浸泡),然后用自来水冲洗,至移液管内壁不挂水珠为止,再用蒸馏水冲洗 2~3 次,最后用少量要移取的溶液润洗 2~3 次。方法是用右手把移液管的尖端伸入要移取的溶液中,用左手拿洗耳球,吸液至膨大的中腰的 1/4 处,迅速用右手食指按住管口,移出,将管横躺,使液体布满全管润洗后,润洗液弃去。

(2)吸取溶液。如图 2.7(a)所示,当溶液吸至标线以上某个位置时,迅速用右手食指按住管口,然后稍微放松食指,同时以拇指和中指转动管身,使液面慢速平稳下降,直至液面的凹面最低处与移液管的标线相切,立即用食指把移液管按紧,使液体不再流出。

(3)放出溶液。如图 2.7(b)所示,使移液管的尖端紧靠接收容器(如锥形瓶)的颈内壁上,垂直移液管,倾斜接收器,放松食指,令液体自由顺壁流出,待液体流尽后,再停靠片刻,将移液管拿开,此时移液管的尖端仍留有少量溶液,对于非吹式吸量管和无刻度移液管,不要将残留液用洗耳球吹入接收器内,因为移液管标示的容积并不包括这部分体积;对于吹式吸量管则应将残留液用洗耳球全部吹入接收器中。

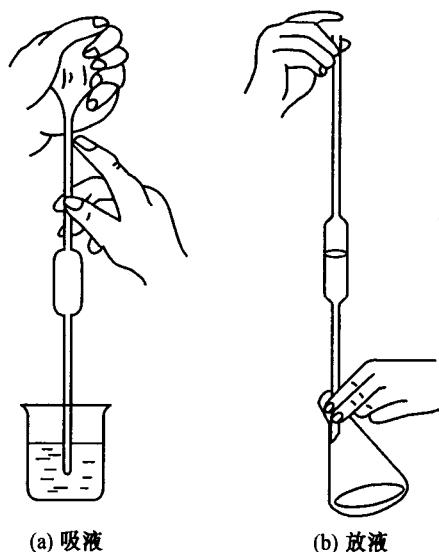


图 2.7 移液管吸放液操作

(4)使用完毕。使用完毕后,应用自来水、蒸馏水依次冲洗干净,放回移液管架上。

2.2.3 容量瓶

容量瓶主要是用来配制标准溶液,或将一定量溶液稀释成准确容量的溶液的量器。实验室常用的是容量为 100 mL、250 mL 的容量瓶,此外还有容量为 10 mL、50 mL、500 mL 和 1 000 mL 的容量瓶。容量瓶的瓶颈上有一环形标线,在容量瓶瓶身上所标注的温度下,将溶液充满至标线时,瓶内溶液的体积即为容量瓶瓶身上所标注的容积。

容量瓶的使用方法如下。

(1)清洗。容量瓶在使用前应将容量瓶加水至标线处,塞紧瓶塞,左手要按住瓶塞,右手握住瓶底,将瓶倒转,仔细观察有无漏水现象出现,如不漏水即可使用。若瓶塞与瓶颈不配套,就会有漏水现象出现。

容量瓶可用自来水冲洗,若仍洗不净,可倒入洗液摇动或浸泡,再用水冲洗,至容量瓶内壁不挂水珠,再用蒸馏水冲洗 2~3 次。

容量玻璃器皿清洗一般不用刷子刷洗,以免容器内壁受到机械磨损而影响测量结果的准确度。清洗后,放在器皿架上自然晾干,备用,不得放入烘箱内烘干或放在加热器上加热干燥,以免热胀冷缩影响器皿的精密度。一般非容量玻璃器皿如烧杯、锥形瓶等可用毛刷蘸取去污粉或洗衣粉直接刷洗其内外表面,再用自来水冲洗干净,然后用蒸馏水淋洗 2~3 次。如需干燥,可晾干,也可烘干或用吹风机吹干。

(2)配制标准溶液。先将在分析天平上准确称取的固体物质放入洁净的小烧杯中,加入少量蒸馏水使之溶解,然后再转移至容量瓶中。若溶解较慢,可采用加热的方法加速溶解,但要冷却至室温后,溶液方可转移至容量瓶中。转移时,应按图 2.8 所示,玻璃棒下端要紧靠瓶颈内壁,烧杯嘴紧靠玻璃棒,使溶液顺玻璃棒、沿瓶内壁流下。当溶液流尽后,将烧杯沿玻璃棒上提,使留在烧杯嘴上的液滴回到烧杯中,再用少量蒸馏水淋洗烧杯数次,每次洗液均按上述方法转移至容量瓶中,然后再加入蒸馏水至容量瓶 3/4 容积左右时,平摇容量瓶,使溶液初步混匀。最后再加蒸馏水至标线,此时瓶内液面凹处应与瓶颈处标线相切。塞紧瓶塞,左手要按住瓶塞,右手握住瓶底,将瓶倒转,使瓶内气泡上升,再将瓶倒转回来,如此反复多次,即可使溶液混匀。不可以将容量瓶当做试剂瓶使用,将配制好的溶液长期存放在容量瓶中。

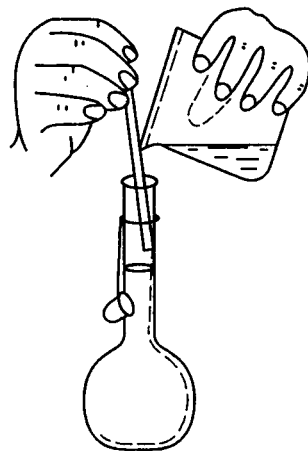


图 2.8 容量瓶定容操作

2.2.4 容量器皿的校准

1. 容量器皿校准的意义

滴定管、移液管和容量瓶都是滴定分析中常用的容量器皿。在标准温度下,它们都有标示的容积,但由于玻璃热胀冷缩的特性,使得容量仪器的容积不完全与它所标示的容积