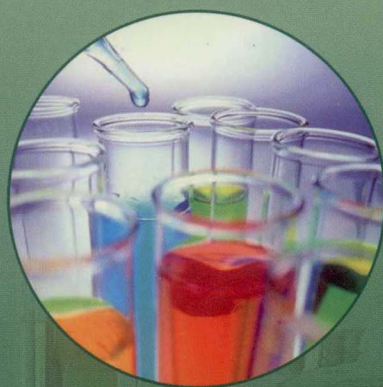




普通高等教育“十二五”规划教材

分析化学实验

郑莉 编



中国石化出版社

[HTTP://WWW.SINOPEC-PRESS.COM](http://www.sinopec-press.com)

普通高等教育“十二五”规划教材

分析化学实验

郑莉 编

中国石化出版社

内 容 提 要

本书由绪论、定量分析基本操作、分析化学实验常用仪器、实验数据的记录和处理、化学分析实验、仪器分析实验和附录 7 部分组成, 共含 43 个实验。内容既包括基本技能的训练, 又包括应用技能和综合技能的训练, 加强了实验技能的综合训练和素质能力的培养, 旨在培养学生的独立工作能力及创新能力。

本书为高等院校化学、化工、材料等专业的实验教材, 也可作为分析工作者或化学研究者的参考用书。

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验 / 郑莉编. —北京: 中国石化出版社, 2011. 3

ISBN 978 - 7 - 80229 - 449 - 3

I. ①分… II. ①郑… 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 (2011) 第 026099 号

未经本社书面授权, 本书任何部分不得被复制、抄袭, 或者以任何形式或任何方式传播。版权所有, 侵权必究。

中国石化出版社出版发行

地址: 北京市东城区安定门外大街 58 号

邮编: 100011 电话: (010) 84271850

读者服务部电话: (010) 84289974

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail: press@sinopec.com.cn

北京科信印刷有限公司印刷

全国各地新华书店经销

*

787 × 1092 毫米 16 开本 8.75 印张 214 千字

2011 年 5 月第 1 版 2011 年 5 月第 1 次印刷

定价: 16.00 元

前 言

分析化学是获得物质的化学组成和结构信息的科学,是确定物质的化学组成、测定各组分的含量、表征物质的结构以及研究分析方法和相关理论的一门科学。

分析化学课可分为化学分析和仪器分析两部分,它是一门实践性很强的课程,在分析化学教学中,实验教学占居重要地位。通过实验课程的教学,可使学生加深对分析化学基本概念和基本理论的理解,熟练掌握分析化学的基本操作,较系统地学习化学实验的基本知识,学习并掌握典型地分析方法和实验数据的处理方法,培养学生良好的实验习惯、实事求是的科学态度、严谨细致的工作作风和独立工作的能力。

为了配合分析化学课程的教学,编者在多年分析化学课程教学和科研的基础上,依据高等学校理工科《分析化学教学大纲》并参阅有关文献和资料,编写了这本《分析化学实验》教材。

本书将化学分析实验和仪器分析实验两部分内容统筹编写。化学分析部分包括了分析天平的称量练习、四大滴定(酸碱、络合、氧化还原和沉淀滴定)标准溶液的配制标定和应用、重量分析等内容;仪器分析部分包括了色谱分析、光化学分析、电化学分析和热分析等内容;分析对象中既包括单组分分析、多组分分析,又包括部分油品分析的内容,以及多个包含试样处理、杂质分离和测试的综合实验。

全书由绪论、定量分析基本操作、分析化学实验常用仪器、实验数据的记录和处理、化学分析实验、仪器分析实验和附录等7部分组成,共含43个实验。其中大部分实验项目通过了多年的教学实践,通过本书提供的实验内容,可达到对学生的分析化学基本技能、应用技能和综合技能的全面训练,达到对其素质能力的培养。

本书编写出版过程中得到了西安石油大学《分析化学精品课程建设》基金的资助,还得到了西安石油大学化学化工学院领导和有关老师以及中国石化出版社的大力支持,在此一并表示衷心感谢。

书中错误与不当之处,敬请读者批评指正。

目 录

第1部分 绪论	(1)
1.1 分析化学实验目的	(1)
1.2 分析化学实验要求	(1)
1.3 实验室注意事项	(1)
1.4 实验室用水的等级、制备及检验方法	(3)
1.5 化学试剂	(3)
1.6 常用玻璃器皿的洗涤和干燥	(4)
第2部分 定量分析基本操作	(6)
2.1 滴定分析基本操作	(6)
2.2 重量分析基本操作	(12)
第3部分 分析化学实验常用仪器	(17)
3.1 分析天平及其基本操作	(17)
3.2 分光光度计	(20)
3.3 气相色谱仪	(22)
3.4 高效液相色谱仪	(25)
3.5 原子吸收分光光度计	(26)
3.6 电感耦合等离子体发射光谱仪	(27)
3.7 红外光谱仪	(28)
3.8 荧光分光光度计	(29)
3.9 酸度计	(31)
3.10 库仑仪	(32)
3.11 电导率仪	(33)
第4部分 实验数据的记录、处理和实验报告	(36)
4.1 实验数据的记录	(36)
4.2 可疑数据的取舍和分析结果的精密度	(36)
4.3 实验数据的表示方法	(37)
4.4 实验报告	(40)
第5部分 化学分析实验	(41)
实验一 分析天平的称量练习	(41)
实验二 滴定管、容量瓶和移液管的使用练习	(42)
实验三 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	(43)
实验四 碱灰中总碱度的测定	(44)
实验五 双指示剂法测定碱液中 NaOH 及 Na ₂ CO ₃ 的含量	(46)
实验六 HCl 和 H ₃ PO ₄ 混合酸中各组分含量的测定	(48)
实验七 EDTA 标准溶液的配制标定和水硬度的测定	(49)

实验八	铅、铋混合液中铅、铋含量的连续滴定	(51)
实验九	铅精矿中铅含量的测定(沉淀分离-配位滴定法)	(52)
实验十	高锰酸钾法测定过氧化氢的含量	(54)
实验十一	水样中化学耗氧量(COD)的测定	(55)
实验十二	铁矿中全铁含量的测定	(56)
实验十三	硫酸铜中铜含量的测定	(58)
实验十四	氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	(59)
实验十五	重量法测定硫酸钠中硫含量	(61)
实验十六	鸡蛋壳中钙含量的测定	(62)
实验十七	硅酸盐水泥中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	(65)
第 6 部分	仪器分析实验	(69)
实验一	邻二氮杂菲分光光度法测定铁	(69)
实验二	联吡啶分光光度法测定微量铁	(71)
实验三	钢铁样品中磷含量的测定	(75)
实验四	紫外光度法测定污水中矿物油	(76)
实验五	紫外双波长光度法测定苯酚及对氯苯酚混合物中各组分含量	(78)
实验六	原子吸收法测定天然水中镁含量	(80)
实验七	原子吸收光谱法测定原油、重油和润滑油中的微量镍、铁和铜	(81)
实验八	石墨炉原子吸收光谱法测定汽油中微量铅	(83)
实验九	水样中镉、铬等重金属含量的测定(电感耦合等离子体发射光谱法)	(85)
实验十	红外光谱法鉴定化合物的结构	(87)
实验十一	蒽的荧光特性及柴油中蒽含量的测定	(88)
实验十二	环境污水中六价铬的化学发光法测定	(90)
实验十三	程序升温气相色谱法分离醇系物	(92)
实验十四	毛细管气相色谱法分析液体石蜡中的正构烷烃	(94)
实验十五	稠环芳烃的高效液相色谱法分析	(95)
实验十六	高效液相色谱法测定饮料中的咖啡因	(97)
实验十七	醋酸的电位滴定及其解离常数的测定	(99)
实验十八	磷酸的电位滴定	(101)
实验十九	牙膏中微量氟的测定(离子选择性电极法)	(102)
实验二十	盐酸和醋酸混合液的电导滴定	(105)
实验二十一	库仑分析法测定石油产品中微量水	(106)
实验二十二	库仑滴定法测定石油及其产品油的溴价	(109)
实验二十三	微库仑分析法测定有机化合物的含硫量	(111)
实验二十四	循环伏安法测定电极反应参数	(114)
实验二十五	药片或饮料中维生素 C 含量的伏安法测定	(115)
实验二十六	$\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 与聚苯乙烯的热重和差示扫描量热测定	(118)
附录		(120)
参考文献		(132)

第1部分 绪 论

1.1 分析化学实验目的

分析化学是大学化学中必修的一门课程，它具有很强的实践性，分析化学实验为学生提供了一个实践的重要机会。学生通过本课程的训练，应达到以下目的：

- (1) 运用所学的分析化学的理论知识指导实验，加深对分析化学理论的理解，提高实验能力。
- (2) 正确、熟练地掌握分析化学实验的基本操作技能。
- (3) 确立“量”的概念，深刻理解“准确测量”是分析化学实验技术的首要指标。
- (4) 熟悉常用分析仪器的的工作原理、基本构造、操作方法和定性定量分析技术。
- (5) 掌握各种仪器分析方法的应用范围和主要分析对象。
- (6) 学习实验数据的处理方法，正确地表达实验结果。
- (7) 培养严格、认真、实事求是的科学态度以及良好的实验习惯。
- (8) 提高观察、分析和解决实际问题的能力。

1.2 分析化学实验要求

为达到上述教学目的，对学生提出以下要求：

- (1) 实验前认真预习实验教材，明确实验目的，理解实验原理，熟悉实验仪器、实验步骤和注意事项，做到心中有数。
- (2) 遵守实验室操作规程，保持室内安静，以利于集中精力做好实验。
- (3) 注意实验台面的整洁，仪器摆放须整齐、有序。
- (4) 实验数据的记录必须规范清晰。
- (5) 实验时，应认真操作，仔细观察实验现象，积极思考，做到手脑并用，学习用相关的理论解释实验中的现象。如有疑惑，可与指导教师讨论，或写入实验报告中。
- (6) 实验过程中要注意节约使用试剂、滤纸、水、电等。特别是取用试剂时要看清标签，以免误取而造成差错和浪费。器皿洗涤时用水要遵循“少量多次”原则。
- (7) 实验中损坏了器皿或仪器，应及时向实验管理人员报告，做好登记和换领新的器皿或仪器，并按实验室的有关规定进行赔偿。
- (8) 实验完毕后，值日生应按照值日生守则打扫实验室卫生，整理和摆放实验仪器和实验试剂，为下组实验灌好蒸馏水等工作。

1.3 实验室注意事项

- (1) 遵守实验室的各项规章制度。
- (2) 保持水槽的清洁和通畅，切勿将固体物品投入水槽中。废纸和废屑应投入废固桶

内，废液应小心倒入废液缸中集中收集和处理，切勿随意倒入水槽中，以免腐蚀下水道及污染环境。

(3) 每个实验人员都必须知道实验室内电闸、水阀和煤气阀的位置，实验完毕离开实验室时应将这些阀、闸关闭。

(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，还应漱口。

(5) 使用浓酸、浓碱等强腐蚀性试剂时要注意，以免溅在皮肤、衣服和鞋袜上。一旦溅上，应立即处理。溅到皮肤甚至眼睛时，应立即用大量水冲洗，然后用5%碳酸氢钠溶液冲洗酸腐蚀处，或用5%硼酸溶液冲洗碱腐蚀处，最后再用水冲洗。严重时，应立即送医院诊治。溅到台面上或地面上时要用水稀释后擦掉。应在通风橱中使用有毒或有强烈腐蚀性的气体或易挥发液体。

(6) 使用汞盐、氰化物、砷盐等有毒试剂时应特别小心，用过的废物不可乱扔、乱倒，应及时回收或进行特殊处理。严禁在酸性介质中加入氰化物。少量撒到台面上的汞应及时用硫黄粉覆盖，收集后集中处理。

(7) 使用四氯化碳、乙醚、苯等有毒或易燃有机溶剂时要远离火源和热源，敞口操作应在通风橱中进行。试剂用后及时加盖，置于阴凉处存放。低沸点、低闪点的有机溶剂不得在明火或电炉上加热，应在水浴、油浴或可调压电热套中加热。用过的溶剂不可倒入水槽中排放，应倒入回收瓶中集中处理。

(8) 如果在实验过程中发生着火，应尽快切断电源和燃气源，并选择合适的灭火器材扑灭。酒精及其他可溶于水的液体着火时，可用水灭火；汽油、乙醚等有机溶剂着火时，用沙土(此时决不能用水)灭火；导线或电器着火时，不能用水或二氧化碳灭火器，而应首先切断电源，用四氯化碳灭火器灭火。并根据火情决定是否需向消防部门报警。

(9) 如果发生烫伤或割伤，可先利用实验室的小药箱进行简单处理，然后尽快去医院进行医治。

(10) 使用高压气体钢瓶时要严格按操作规程进行操作。高压钢瓶的种类可根据其颜色加以辨认，如表1-1所示。

表 1-1 不同高压钢瓶的辨认

气体名称	瓶体颜色	字 样	字体颜色	横条颜色
氧 气	天 蓝	氧	黑	
氢 气	深 绿	氢	红	
氮 气	黑	氮	黄	棕
二氧化碳	黑	二氧化碳	黄	
压缩空气	黑	压缩空气	白	
硫化氢	白	硫化氢	红	红
二氧化硫	黑	二氧化硫	白	黄
石油气	灰	石油气	红	
氩 气	灰	纯 氩	绿	
乙炔气	白	乙炔		

1.4 实验室用水的等级、制备及检验方法

分析化学实验室对水的要求较高, 根据分析任务和要求的不同, 对水的要求也有所不同。国家标准规定的实验室用水分为三级, 如表 1-2 所示。

表 1-2 分析实验室用水的级别和主要技术指标

指 标 名 称	一 级	二 级	三 级
pH 范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/(μS·cm ⁻¹)	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化性物质(以 O 计)/(mg·L ⁻¹)	—	<0.08	≤0.4
蒸发残渣(105℃±2℃)/(mg·L ⁻¹)	—	≤1.0	≤2.0
吸光度(254nm, 1cm 光程)	≤0.001	≤0.01	
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)/(mg·L ⁻¹)	<0.01	<0.02	

一级水: 用于有严格要求的分析实验, 包括对颗粒有要求的实验, 如高效液相色谱用水。可以用二级水经进一步加工处理而制得。例如, 可将二级水经蒸馏, 离子交换混合床和 0.2μm 的过滤膜的方法, 或者用石英装置经进一步加工制得。

二级水: 用于无机痕量分析实验等, 如原子吸收光谱分析用水。可采用蒸馏、反渗透或去离子后再经蒸馏等方法制备。

三级水: 适用于一般化学分析实验室。可以采用蒸馏、反渗透、去离子(离子交换及电渗析法)等方法制备。三级水是使用最普通的纯水, 过去多采用蒸馏的方法制备, 故通常称为蒸馏水。为节约能源和减少污染, 目前多改用离子交换法、电渗析法或反渗透法制备。

水的质量可依据相关的国家标准进行检验。

分析用的纯水必须严格保持纯净, 防止污染, 在储运过程中可选用聚乙烯容器。一级水一般应在使用时临时制取。

本书分析实验的用水, 除了另有注明外, 均为去离子水。

1.5 化 学 试 剂

1.5.1 试剂的等级

国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)将化学标准物质依次分为 A~E 的五级, 其中 C 级和 D 级为滴定分析标准试剂, 含量分别为(100±0.02)%和(100±0.05)%, E 级为一般试剂。我国的化学试剂一般可分为四个等级, 其规格和适用范围如表 1-3 所示。

表 1-3 国产化学试剂规格

中文名称	试剂级别	英文符号	标签颜色	适用范围
优级纯(保证试剂)	一级	GR	绿色	精密分析实验
分析纯(分析试剂)	二级	AR	红色	一般分析实验
化学纯	三级	CP	蓝色	一般化学实验
实验试剂	四级	LR	棕色或其他色	实验辅助试剂
生物试剂	生化试剂	BR	黄色或其他色	生物化学实验

在一般分析工作中，通常要求使用 AR 级的分析纯试剂。

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，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。光谱纯试剂专门用于光谱分析，它是以光谱分析时出现的干扰线的数目及强度来衡量其纯度，即杂质的含量用光谱分析法已测不出或其杂质含量低于某一限度。但是它往往含有该试剂的各种氧化物，如光谱纯的铜粉，尽管其他杂质元素含量很低，但可能含有氧化铜和氧化亚铜。因此它不能作为化学分析的基准试剂。

在分析工作中所选试剂的级别并非越高越好，而是要和所用的方法、实验用水、操作器皿的等级相适应。在通常情况下，分析实验中所用的一般溶液可选用 AR 级试剂并用蒸馏水或去离子水配制。在某些要求较高的工作中(如痕量分析)，若试剂选用 GR 级，则不宜使用普通蒸馏水或去离子水，而应选用二次重蒸水，所用器皿在使用过程中也不应有物质溶出。在特殊情况下，当市售试剂纯度不能满足要求时，可自己精制。

1.5.2 取用试剂应注意的事项

(1) 取用试剂时应注意保持清洁。瓶塞不许任意放置，取用后立即盖好，以防试剂被其他物质沾污或变质。

(2) 固体试剂应用洁净干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净，以免腐蚀。

(3) 用吸管吸取试剂溶液时，决不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中吸取试剂。

(4) 所有盛装试剂的瓶上都应贴有明晰的标签，写明试剂的名称、规格及配制日期。没有标签标明名称和规格的试剂，在未查明前不能随便使用。书写标签最好用绘图墨汁，以免日久褪色。

1.6 常用玻璃器皿的洗涤和干燥

1.6.1 常用玻璃器皿的洗涤

分析化学实验所用的器皿都应该是洁净的。玻璃器皿洗净与否的标志是：将水倒出后，其内壁被水均匀地润湿，不挂水珠，晾干后不留水痕；否则必须重新洗涤。常用的洗涤方法有：

1. 用去污粉、肥皂或合成洗涤剂刷洗

一般的容量器皿，如烧杯、锥形瓶、量筒、试剂瓶等，其洗涤方法是，用毛刷蘸取洗衣粉或合成洗涤剂刷洗其内壁。

具有精确刻度的器皿如容量瓶、吸量管、移液管和滴定管等，为了保证容积的准确性，不宜用毛刷刷洗。将配成 0.1% ~ 0.5% 的洗涤剂溶液倒入待洗容器中，摇动几分钟后弃去。如果仍然洗不干净，可以使用铬酸洗液洗涤。

2. 用铬酸洗液洗涤

待洗器皿尽量保持干燥，倒少许洗液于器皿内，转动器皿使其内壁被洗液浸润，必要时可用洗液浸泡，然后将洗液倒回原盛放瓶内以备再用(若洗液的颜色变绿，则另作处理)。再用自来水冲洗器皿内残留的洗液，直至干净为止。如用热的洗液洗涤，则去污能力更强。

铬酸洗液主要用于洗涤被沾污的器皿，它对有机物和油污的去污能力也较强。洗液具有

强酸性、强氧化性，对衣服、皮肤、桌面、橡皮等有腐蚀作用，使用时要特别小心。

3. 用酸性洗液洗涤

根据器皿中污物的性质，可直接用不同浓度的硝酸、盐酸和硫酸进行洗涤或浸泡，并可适当加热。

浓盐酸(粗)可以洗去附着在器皿上的氧化剂，如二氧化锰。大多数不溶于水的无机物也可以用它来去除。灼烧过沉淀的瓷坩埚，可用1+1盐酸洗涤。

硝酸-氢氟酸洗液是玻璃器皿和石英器皿的优良洗涤剂，可以避免杂质金属离子的黏附。常温下使用，储存于塑料瓶中。洗涤效率高，清洗速度快，但对油脂及有机物的清除效果差。对皮肤有很强的腐蚀性，操作时应戴手套。若沾到皮肤上时，应立即用大量水冲洗。但对玻璃和石英器皿有腐蚀作用。

4. 用碱性洗液洗涤

适用于洗涤油脂和有机物。因其作用较慢，一般要浸泡24h或用浸煮的方法。

氢氧化钠-高锰酸钾洗液：用此洗液洗涤后，在器皿上可能会留下二氧化锰或三氧化二铁，可再用盐酸清洗。

氢氧化钠(钾)-乙醇洗液：洗涤油脂的效力比有机溶剂高，但不能与玻璃器皿长期接触。使用碱性洗液时要特别注意，碱液有腐蚀性，应当防止溅到眼睛上。

5. 用有机溶剂洗涤

适用于洗涤油脂类、单体原液、聚合体等有机污物。应根据污物的性质，选择适当的有机溶剂。常用的有三氯乙烯、二氯乙烯、苯、二甲苯、丙酮、乙醇、乙醚、三氯甲烷、四氯化碳、汽油、醇醚混合液等。一般先用有机溶剂洗两次，再用水冲洗，最后用浓酸或浓碱洗液洗，再用水冲洗。如洗不干净，可先用有机溶剂浸泡一定时间，然后再如上依次处理。

除以上洗涤方法外，还可以根据污物性质对症下药。如要洗去氯化银沉淀，可用氨水；硫化物沉淀，可用盐酸或硝酸；衣服上的碘斑，可用10%硫代硫酸钠溶液；高锰酸钾溶液残留在器壁上的棕色污斑，可用草酸溶液等。

不论用上述哪种方法洗涤器皿，最后都必须用自来水将洗涤液冲洗干净，再用蒸馏水或去离子水润洗三次。

1.6.2 器皿的干燥

当实验中使用需使用干燥的器皿时，可根据不同的情况，采用下列方法将洗净的器皿干燥。

(1) 晾干。将洗净的器皿置于实验柜或器皿架上晾干。

(2) 烘干。将洗净的器皿放入干燥箱中烘干，放进干燥箱前要把水沥干；也可将器皿套在“气流烘干机”的杆子上进行烘干。但量器不可采用烘干的方法。

(3) 用有机溶剂润洗后吹干。用少量乙醇或丙酮润洗已洗净的器皿内壁，倾出溶剂后，用电吹风吹干或用气流烘干机烘干。

第2部分 定量分析基本操作

2.1 滴定分析基本操作

定量分析中常用的玻璃量器可分为量入容器(容量瓶、量筒、量杯等)和量出容器(滴定管、吸量管等)两类,前者液面的对应刻度为量器内的容积,后者液面的相应刻度为已放出的溶液的体积。

下面介绍滴定分析常用量器及其使用方法。

2.1.1 滴定管及其使用

滴定管是滴定时用来准确测量流出的操作溶液体积的量器。常用的滴定管主要为 50mL 和 25mL 两种,其分度值为 0.1mL,可估读至 0.01mL,体积读数误差一般为 $\pm 0.02\text{mL}$ 。此外,还有 10mL、5mL、2mL 和 1mL 的半微量及微量滴定管,一般附有自动加液装置。

滴定管一般分为两种,一种是酸式滴定管(简称“酸管”),另一种是碱式滴定管(简称“碱管”),如图 2-1 所示。酸式滴定管的下端有玻璃活塞,可盛放酸液和氧化剂,不能盛放碱液,因为碱液常使活塞和活塞套黏合,难于转动。碱式滴定管的下端连接一橡皮管,内放一玻璃珠,以控制溶液的流出,下面再连接一尖嘴玻璃管,这种滴定管可盛放碱液,而不能盛放与橡皮起反应的氧化剂溶液(如高锰酸钾、硝酸银和碘等溶液)。除了无色的滴定管外,还有棕色的滴定管,用以装见光易分解的溶液,如硝酸银、高锰酸钾等溶液。

1. 滴定管的准备

酸管在使用前,首先应检查旋塞与旋塞套是否配合紧密。如不密合,会出现漏液现象,则不宜使用。碱管使用前应检查乳胶管和玻璃珠是否完好。若胶管老化,玻璃珠过大而不易操作,或玻璃珠过小而漏液,应予更换。

(1) 洗涤

滴定管在使用前应进行充分的洗涤。洗涤时,一般用自来水冲洗。零刻度以上部位可用毛刷蘸洗涤剂刷洗,零刻度以下部位如不能冲洗干净,则采用洗液洗涤,其操作方法是:注入 10mL 左右洗液(碱管应除去乳胶管,用吸耳球吸取洗液。或套上装有玻璃珠的废乳胶头,将玻璃珠往上捏,使其紧贴在碱管的下端,便可直接注入洗液),双手平托滴定管两端,将滴定管管口对准洗液瓶,不断转动滴

定管,使洗液充分浸润滴定管内壁(太脏时,可浸泡一段时间),然后将洗液分别从管两端全部放回洗液瓶。最后用自来水把管冲洗干净,并用适量去离子水润洗 2~3 次。洗净的滴定管等玻璃量器,其内壁应能被水均匀润湿而不挂水珠。

(2) 涂油及试漏

酸式滴定管在使用前还需进行活塞涂油,目的是防止溶液自活塞漏出,使活塞转动自

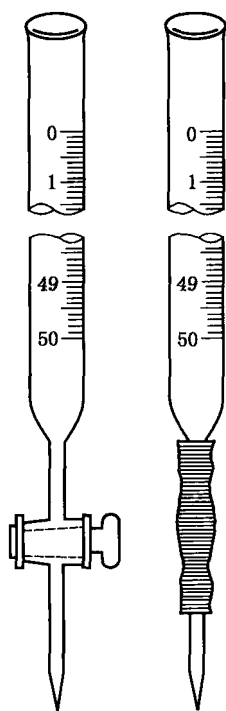


图 2-1 酸管和碱管

如，便于控制溶液滴出量。涂油时将已洗净的滴定管活塞拔出，用滤纸将活塞和活塞套擦干，在玻璃活塞的两端涂上一薄层凡士林，注意不要涂在塞孔处以防堵塞孔眼，然后将活塞插入活塞套内，来回旋转活塞数次直至全部透明无纹路为止(如图 2-2 和图 2-3 所示)。在活塞末端套一橡皮圈以防止使用时将活塞顶出。然后在滴定管内装入蒸馏水，置滴定管架上直立 2min 观察有无水滴滴下，缝隙中是否有水渗出。然后将活塞旋转 180° 再观察一次，放在滴定管架上，不漏水即可使用。

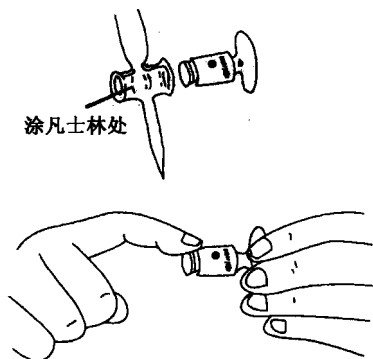


图 2-2 活塞涂油

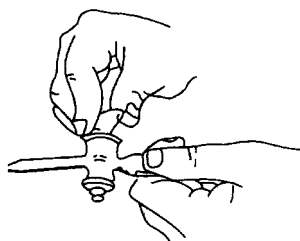


图 2-3 插入活塞

(3) 装液和排气

为了保证装入滴定管的溶液浓度不变，装入操作液前，滴定管需用操作液润洗 3 次，每次约用 10 ~ 15mL。润洗方法是：注入溶液后，将滴定管放平，慢慢转动，使溶液流遍全管，然后将溶液自下放出。洗好后即可装入操作液，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。

装入操作液后，还应把滴定管尖管中的气泡排除，以免引起体积测量误差。排除气泡的方法是：对于酸管，应将其倾斜 30°，迅速转动旋塞，使溶液冲出管口，反复数次一般即可将气泡排除。如果这样不能将气泡排除时，可在打开旋塞后，上下振动酸管，即可将气泡排除。对于碱管，可将乳胶管向上弯曲翘起，然后用手指挤压玻璃珠所处部位，使溶液从管口喷出，即可将气泡排除(如图 2-4 所示)。

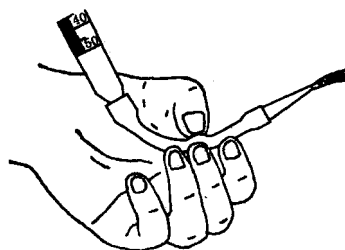


图 2-4 碱式滴定管排除气泡

(4) 滴定管的读数

读数时应遵守下列原则：

A. 装满或放出溶液后，必须等附着在内壁的溶液流下来(1 ~ 2min)，再进行读数。每次读数前要注意滴定管的出口尖嘴外应无液滴悬挂、尖嘴管内无气泡。

B. 读数时，滴定管可以夹在滴定管架上，也可以用手拿滴定管上部无溶液处。不管用哪一种方法读数，均应使滴定管保持垂直。

C. 读数必须读到小数点后第二位，即要求估读到 0.01mL，及时作好记录。

D. 对于无色或浅色溶液，应读取弯月面下缘最低点。读数时，视线与弯月面下缘最低点呈水平相切(如图 2-5 和图 2-6 所示)。对于深色溶液，可读液面两侧最高点，读数时

视线与液面两侧的最高点相切(如图 2-7 所示)。用“蓝带”滴定管滴定无色溶液时,滴定管上有两个弯月面尖端相交于滴定管蓝线的某一点上(如图 2-8 所示),读数时视线应与此点在同一水平面上,如为有色溶液,则视线仍与液面两侧的最高点相切。若为乳白板蓝线衬背滴定管,应当取蓝线上下两尖端相对点的位置读数。

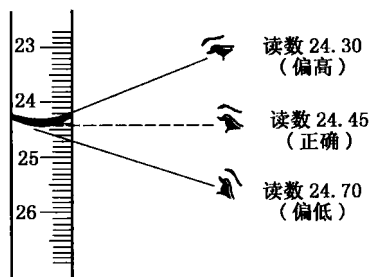


图 2-5 视线的位置

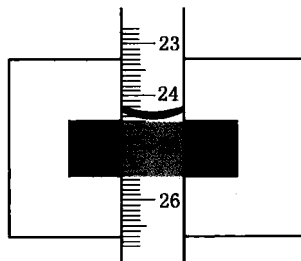


图 2-6 读数卡

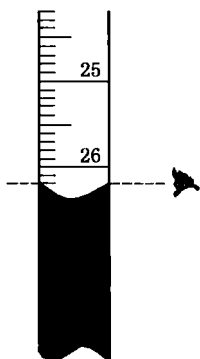


图 2-7 深色溶液的读数



图 2-8 “蓝带”滴定管的读数

2. 滴定管的操作方法

进行滴定时,应将滴定管垂直地夹在滴定管架上。

如使用的是酸管,左手无名指和小指向手心弯曲,轻轻地贴着出水管,用其余三指控制旋塞的转动(如图 2-9 所示)。但应注意不要向外拉旋塞,以免推出旋塞造成漏液;也不要过分往里扣,以免造成旋塞转动困难,不能自如操作。

如使用的是碱管,左手无名指及小指夹住出口管,拇指与食指在玻璃珠所在部位往一旁(左右均可)捏乳胶管,使溶液从玻璃珠旁空隙处流出(如图 2-10 所示)。

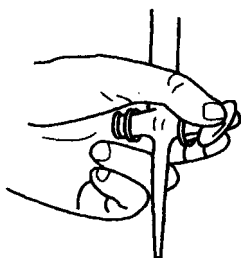


图 2-9 酸管的操作



图 2-10 碱管的操作

无论使用哪种滴定管，都必须掌握下面三种加液方法：①逐滴连续滴加；②只加一滴；③使液滴悬而未落，即加半滴。

滴定操作一般在锥形瓶中进行。用右手前三指拿住瓶颈，使瓶底离瓷板约 2 ~ 3 cm。同时调节滴定管的高度，使滴定管的下端深入瓶口约 1 cm。左手按前述方法滴加溶液，右手用腕力摇动锥形瓶，边滴加边摇动(如图 2-11 所示)。滴定操作中应注意以下几点：

(1) 摇瓶时，应使溶液向同一方向作圆周运动，但瓶口不能接触滴定管，溶液也不能溅出。

(2) 滴定时，左手不能离开旋塞任其自流。

(3) 注意观察液滴落点周围溶液颜色的变化。

(4) 开始时，应边摇边滴，但不能使溶液流成“水线”，滴定速度约 3 ~ 4 滴/秒。接近终点时，应改为加一滴，摇几下。最后，每加半滴，即摇动锥形瓶，直至溶液出现明显的颜色变化。加半滴溶液的方法是：使液滴悬挂管尖而不让液滴自由滴下，再用锥形瓶内壁将液滴碰下，然后用洗瓶吹入少量水，将内壁附着的溶液洗入瓶中。

在烧杯中滴定的姿势见图 2-12。

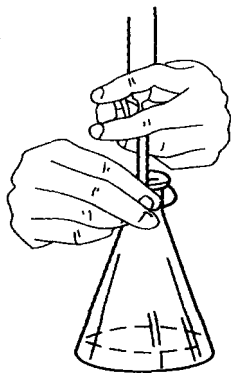


图 2-11 酸式滴定管滴定操作

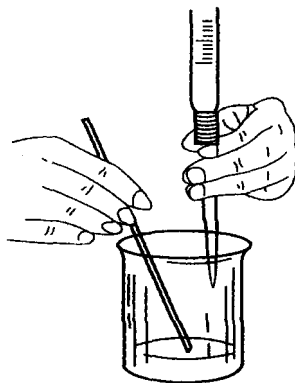


图 2-12 烧杯中滴定姿势

滴定结束后，滴定管中剩余的溶液应弃去，不得将其倒回原瓶，以免沾污整瓶溶液。随即洗净滴定管，然后用蒸馏水充满全管，并盖住管口，或用水洗净后倒置在滴定管架上备用。

2.1.2 移液管及其使用

移液管是用于移取小体积液体的量器。移液管属于量出容器，种类较多(如图 2-13 所示)。

无分度吸管通称移液管，其中腰膨大，上下两端细长，上端刻有环形标线，膨大部分标有它的容积和标定时的温度。将溶液吸入管内，使液面与标线相切，再放出，则放出的溶液体积就等于管上标示的容积。常用移液管的容积有 5 mL、10 mL、25 mL 和 50 mL 等多种。

有分刻度的移液管又称吸量管，可以准确量取所需要的刻度范围内某一体积的溶液。将溶液吸入，读取与液面相切的刻度，然后将溶液放出至适当刻度，两刻度之差即为放出溶液的体积。

移液管在使用前应用洗液洗到内壁不挂水珠。移取溶液前，先用少量该溶液将移液管内壁润洗 2 ~ 3 次，以保证转移的溶液浓度保持不变。吸取溶液时，一般可以用左手拿洗耳球，右手把移液管插入溶液中吸取(如图 2-14 所示)。当溶液吸至标线以上时，马上用右手食

指按住管口，取出，然后稍松食指，使液面平稳下降，直至溶液的弯月面与标线相切，立即按紧食指。然后使准备接受溶液的容器倾斜成 45° ，将移液管，移入容器中，移液管保持竖直，管尖靠着容器内壁，放开食指(如图 2-15 所示)，让溶液自由流出。待溶液全部流出后，停留 15s 左右，靠壁转动一下管尖再移出移液管。注意，此时移液管尖嘴内还会留有少量溶液，一般不能将其吹入容器中(除非管上标明“吹”字)，因为在生产检定移液管时，没有把这部分体积算进去。

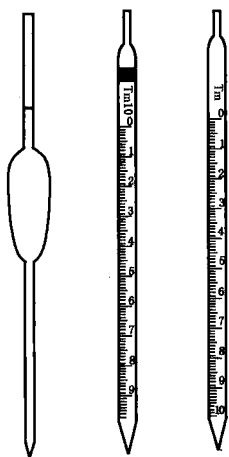


图 2-13 移液管和吸量管

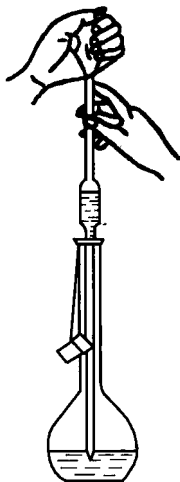


图 2-14 移液管吸取溶液操作

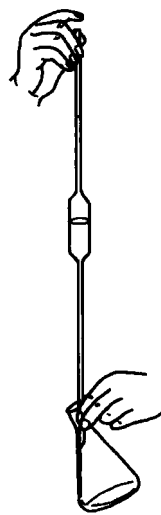


图 2-15 移液管放出溶液操作

吸量管的使用，大体上与移液管相似。

移液管和吸量管使用完毕后，应及时冲洗干净，放回仪器柜或放在移液管架上。

2.1.3 容量瓶及其使用

容量瓶是一种带有磨口玻璃塞(或塑料塞)的细径梨形平底玻璃瓶，瓶颈上刻有标线，属于量入型容器。瓶上标有其容积和标定时的温度。常用的容量瓶有 10mL、50mL、100mL、250mL、500mL、1000mL 等多种规格。容量瓶主要用于把精密称量的物质准确地配成一定容积的溶液，或将浓溶液稀释成准确容积的稀溶液，这种过程通常称为“定容”。容量瓶常与分析天平、移液管等配合使用。

使用容量瓶前，要检查瓶塞是否漏水。查漏的方法是：注入适量的自来水，盖好瓶塞，擦干瓶外水滴，食指按住瓶塞，其余手指拿住瓶颈上部，用另一只手的大、中、食三个指头托住瓶底边缘，将容量瓶倒立 2min。如无水渗出，再将瓶直立，转动瓶塞 180° ，同法检查。不漏水的容量瓶才能使用。

检查瓶塞不漏水后，按常规操作洗净容量瓶。一般是先用自来水冲洗干净后，再用适量的去离子水润洗 2~3 次。不能洗净时，可用去离子水进行浸洗处理。

由固体配制准确浓度的溶液，通常将固体准确称量后放入烧杯中，加少量纯水或适量溶剂使其溶解，然后定量地转移到容量瓶中。转移时，玻璃棒下端要靠在瓶颈内壁，使溶液沿瓶壁流下(如图 2-16 所示)。溶液流尽后，将烧杯轻轻顺玻璃棒上提，使附在玻璃棒、烧杯嘴之间的液滴回到烧杯中。再用洗瓶挤出的水流冲洗烧杯数次，每次按上法将洗涤液完全转移入容量瓶中，然后用水稀释。当水加至容积的 $2/3$ 处时，沿水平方向轻轻摇动容量瓶，

使溶液混匀。接近标线时,可以用滴管逐滴加水,直至弯月面最低点恰好与标线相切为止。盖紧瓶塞,一手食指压住瓶塞,另一手的大、中、食三个指头托住瓶底(如图2-17所示),倒转容量瓶,使瓶内气泡上升到顶部,摇动数次,再倒转过来,如此反复倒转摇动十多次,使瓶内溶液充分混合均匀。

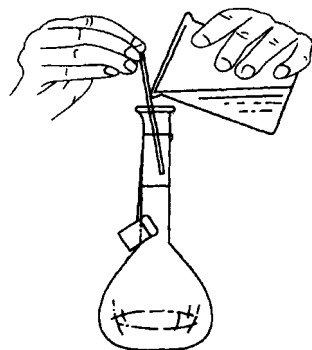


图2-16 溶液转移入容量瓶

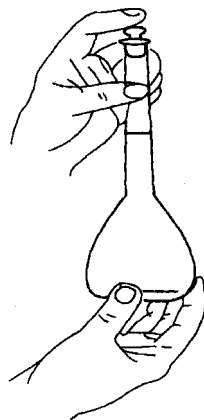


图2-17 混匀操作

用容量瓶定量稀释溶液时,则用移液管移取一定体积的浓溶液于容量瓶中,按上述方法加水定容,摇匀即可。

值得注意的是,容量瓶与其他可准确量取体积的玻璃器皿一样,不能放入烘箱中烘烤或在电炉上直接加热,也不能直接转入热溶液。另外,容量瓶不宜用来长久保存试剂溶液。需长久保存的溶液,应改用试剂瓶来储存。容量瓶用后应立即冲洗干净。如长期不用,其磨口处应洗净擦干,并用小纸片将磨口隔开。

2.1.4 碘量瓶、称量瓶、试剂瓶及干燥器

1. 碘量瓶

滴定通常都在锥形瓶中进行,而溴酸钾法、碘量法等需在碘量瓶中进行反应和滴定。

碘量瓶是带有磨口玻璃塞和水槽的锥形瓶(如图2-18所示)。喇叭形瓶口与瓶塞之间形成一圈水槽,槽中加纯水可形成水封,防止瓶中溶液反应生成的气体(Br_2 、 I_2 等)逸失。反应一定时间后,打开瓶塞,水即流下并可冲洗瓶塞和瓶壁,然后进行滴定。

2. 称量瓶

称量瓶是平底有盖的小瓶(如图2-19所示),用于盛放称量物,可防止称量物在称量过程中吸收空气中水分和二氧化碳而改变其组分。称量瓶瓶口及盖子的边缘是磨砂的。使用前要洗净,烘干。

3. 试剂瓶

储存溶液的试剂瓶一般用带有玻璃塞的细口瓶。棕色试剂瓶用于保存见光易分解的试剂如 KMnO_4 、 AgNO_3 等溶液。带有橡皮塞的试剂瓶用于储放 NaOH 等强碱性溶液,因玻璃塞会被碱腐蚀而使塞与瓶紧紧黏合在一起而无法开启。试剂瓶不用于配制溶液,特别是不可用来稀释浓 H_2SO_4 和溶解 NaOH ,因其产生大量热而会将瓶炸裂。应注意,绝对不能加热试剂瓶。试剂配好以后,应立即贴上标签,注明品名、纯度、浓度及配制日期。长期保存时,瓶口上应倒置一个小烧杯以防灰尘侵入。