

无机及分析化学实验

付 惠 杨世杰 周世萍 刘守庆 编

王文久 主审

西南林学院化学教研室

目 录

绪 论	1
实验一 基本操作	3
实验二 分析天平的称量练习	12
实验三 酸碱溶液的配制和比较滴定	14
实验四 酸碱溶液的标定	16
实验五 氨水中氨含量的测定	18
实验六 设计实验(食醋中醋酸含量的测定)	20
实验七 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	21
实验八 混合碱的测定	23
实验九 设计实验(EDTA 标准溶液的配制和标定)	25
实验十 水的总硬度及钙、镁含量的测定	26
实验十一 设计实验(石灰石中钙、镁含量的测定)	28
实验十二 过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	29
实验十三 亚铁盐中铁含量的测定(重铬酸钾法)	31
实验十四 铜盐中铜含量的测定(碘量法)	33
实验十五 设计实验(葡萄糖含量的测定)	35
3 实验十六 土壤及自来水中 PH 值的测定	36
2 实验十七 水中氟的测定	38
3 实验十八 设计实验(食品中有效酸度的测定)	40
1 实验十九 氯化物的电位滴定	41
实验十八 电位滴定法测定试样中 Fe^{2+} 的含量	46
实验二十一 设计实验(氨基酸总量的测定、电位法)	45
4 实验二十二 铁的吸光光度法测定	46
实验二十三 磷的吸光光度法测定	48
实验二十四 加碘食盐中 KIO_3 含量的测定	50
实验二十五 果蔬中维生素 C 含量的测定	52
实验二十六 设计实验(铵的吸光光度法测定)	55
附: 综合设计性实验的原理和方法	55
实验二十七 果蔬中胡萝卜素的提取、分离和含量测定(综合设计性实验)	57
实验二十八 滇池水质的分析(综合设计性实验)	58
附录一 PHS-3C 型精密 PH 计的使用说明	60
附录二 奥立龙 868 型 PH/ISE 测试仪使用说明	62
附录三 722 型光栅分光光度计使用说明	64
附录四 722N 可见分光光度计使用说明	66

附录五	ZD-2 型自动电位滴定仪使用说明	67
附录六	BS210S 电子天平使用说明	72
附录七	无机酸在水溶液中的离解常数 (25°C)	74
附录八	无机碱在水溶液中的离解常数 (25°C)	77
附录九	金属氨配合物的稳定常数	78
附录十	金属羟基配合物的稳定常数	79
附录十一	金属和氨基酸配合物的稳定常数 (lg)	80
附录十二	标准电极电位与条件电极电位	82
附录十三	难溶化合物的溶度积 (25°C)	85
附录十四	一些化合物的相对分子质量表	88
附录十五	国际原子量表 (1985 年)	91
附录十六	常用缓冲溶液及洗涤剂	92
主要参考文献		94

绪 论

《无机及分析化学实验》是一门独立设置的基础课，它是在《无机及分析化学》课基础上开设的实践课程。对于巩固所学的理论知识，培养学生动手能力，提高学生素质有着不可忽视的作用。

一、无机及分析化学实验课的教学目的

1. 通过实验课使学生了解分析化学实验的基础知识，掌握有关的基本操作，培养学生独立工作和分析问题的能力。
2. 通过实验让学生牢固地树立“量”的概念，培养学生正确记录和处理实验数据，学会正确地报告分析结果。
3. 通过实验培养学生实事求是、认真严谨的学风，养成井然有序，细致整洁的良好习惯。
4. 通过综合性实验和设计实验，培养学生处理和解决实际问题的能力，为今后的学习、科研和生产实践打下良好的基础。

二、无机及分析化学实验对学生的要求

1. 实验前应复习与实验课有关的理论知识，明确实验目的和愿望，了解操作步骤及注意事项，写出预习报告。
2. 实验开始应认真听取教师的讲解，仔细观察教师的示范。实验中要严格遵守操作规程，按实验教材中的方法、步骤、药品用量进行实验，发现问题立即向指导教师报告，以便尽快得到解决。
3. 实验时要重视原始数据的记录，原始数据应有专门的记录本，实验结果不得抄袭、伪造，实验的精密度达不到要求，应认真查找原因，必要时增加平行测定的次数，若违规或失误，应请示指导教师后再重做。
4. 实验完毕要做好结尾工作，清洗仪器，整理好药品、试剂。搞好实验方面及实验室卫生，关闭电源、水阀。
5. 做完结尾工作后，应当堂写好实验报告，交指导教师后方可离开实验室。实验报告应记录清楚，书写整洁，结论明确，文字简练，不合格者应重写。
6. 实验中应严格遵守《西南林学院学生实验手册》、《西南林学院实验室安全条例》及其它有关实验室药品、仪器管理的规定。

三、无机及分析化学实验中意外事故处理

1. 遇玻璃或金属割伤，应检查伤口内有无碎片，无碎片且伤口不大，可用 70%酒精消毒后，贴上止血胶布，伤口大者应立即送卫生科处理。

2. 遇烫伤,切勿用水冲洗,可在烫伤处涂抹苦味酸溶液(或烫伤膏或紫草油等)烫伤达二度灼伤(皮肤起泡)或三度灼伤(皮肤灼焦破)时应立即送医院治疗。

3. 强酸或强碱液溅在皮肤上,应立即用大量的水冲洗,而后分别用 5%碳酸氢钠(或 10%氨水)或 2%硼酸(或 2%醋酸)冲洗。若酸或碱溅入眼内,立即用大量蒸馏水冲洗,然后用 2%硼酸溶液淋洗,最后再用蒸馏水冲洗。严重者应送医院治疗。

4. 吸入刺激性或有毒气体而感到不适或头晕时,应立即到室外呼吸新鲜空气。严重者应立即送医院救治。

5. 触电时,应立即切断电源,必要时进行人工呼吸,严重者应送医院急救。

6. 起火后,应立即设法灭火,采取措施防止火势蔓延(如切断电源,移走易燃易爆物品等),如遇有机溶剂(如酒精、苯、汽油、乙醚等)起火可立即用湿布、砂子覆盖燃烧物灭火,切勿泼水以免火势蔓延;若电器、电线着火,应先切断电源,只能使用四氯化碳灭火器灭火,不能使用泡沫灭火器,以免触电;无论何种原因起火,必须立即通知学校保卫处和上级主管部门,火势过猛过大应及时拨打火警电话号码 119。组织学生疏散,尽力防止火势扩大。

实验一 基本操作

一、实验目的

1. 熟悉常见的玻璃器皿和仪器。
2. 了解分析天平的原理、构造和使用规则。
3. 熟悉容量仪器的准备和使用。

二、仪器和试剂（略）

三、分析天平

（一）天平称量原理

各类分析天平都是根据杠杆原理制造的。图 1 为等臂天平示意图， $L_1=L_2$ ，将质量为 m_P 的物质和质量为 m_Q 的砝码分别放在天平的左右称盘上，当达到平衡时，根据杠杆原理，支点两边的力矩相等，则 $m_P L_1 = m_Q L_2$ ，即 $m_P = m_Q$ ，等臂天平平衡时，砝码的质量等于被称物品的质量。

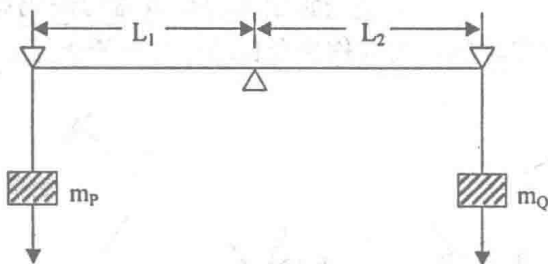


图 1 等臂天平原理示意图

（二）分析天平的构造

1. 双盘电光分析天平的构造

图 2 为 TG-328B 型电光天平的正面图，它的主要部件是铝合金制成的 T 形横梁（天平梁）5。横梁上装有三把三棱形的玛瑙刀口，中间一把刀口向下，称为支点刀，另外两个与支点刀等距离的分别安装在横梁两端，称为边刀或承重刀，刀口向上。三个刀口的棱边完全平行且位于同一平面上，由于刀口的锋利程度直接影响天平的灵敏度，故应注意保护，避免因撞击和振动而使刀口受损。横梁两端的承重刀口上分别悬挂两个吊耳 3，吊耳的上钩挂有称盘 12，下钩挂空气阻尼器 1。空气阻尼器是由两个铝制的圆筒构成，外圆筒固定在天平柱 6 上，筒口朝上，内筒比外筒略小，悬挂于吊耳上，筒口朝下，两筒间隙均匀，没有摩擦。当横梁摆动时，左右两筒也随着上下移动，使筒内空气一边膨胀，另一边则压缩产生空气阻力，抑制了横梁的摆动，加快了天平的平衡速度。

横梁中间装有指针 10，指针下端有一缩微标尺牌，借以观察天平梁倾斜程度。

为了保护玛瑙刀口，旋转旋钮 15 带动升降枢钮可以使天平梁慢慢托起或放下。当天平不使用时应将横梁托起，使刀口和刀承分开，以免磨损刀口。

称量时，天平的三扇门应关闭，减少周围湿度、气流等对称量的影响。天平的支柱上装有水平仪，借水平调节螺丝 18 使天平放置水平。

横梁上左右各有一个零点调节螺丝 4，用来调节天平的零点；横梁的背后装有感量调节圈（重心调节螺丝），用以调节天平活动部分重心，以改变天平的灵敏度。

每台天平都配有一盒砝码，每个砝码都放入固定位置上。通常的砝码组合是 1g、2g、2^{*}g、5g、10g、20g、20^{*}g、50g、100g，两个质量相同的砝码，其中一个有“*”标记，称量时应尽可能使用相同的砝码。砝码在使用一定时间后，应进行校准。

1g 以下质量的砝码，一般制成圈码（或称环码），通过指数盘带动操纵杆自动地将环码加上或取下。环码安装在天平的右侧刀口上方，大多按 1、1^{*}、2、5 方式组合，即 10mg、10mg、20mg、50mg、100mg、100mg、200mg、500mg；使用时只要转动指数盘的加码旋钮，圈码钩 4 就可以将圈码 3 自动地加在天平梁右臂的金属窄条上。从指数盘上就可读出圈码的质量。大小砝码全部由指数盘的加码旋钮自动加减的则称为全自动电光分析天平。

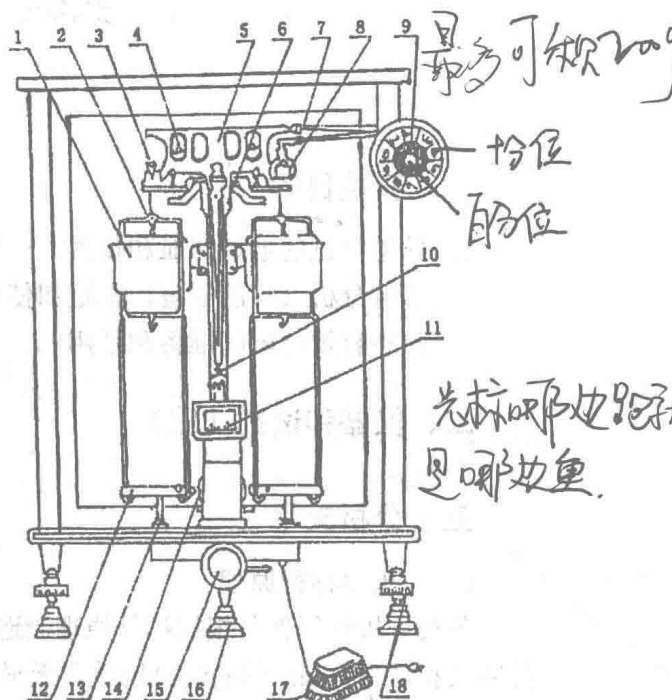


图 2 TG-328B 型电光天平的正面图

- 1—空气阻尼器 2—挂钩 3—吊耳 4—零点调节螺丝
5—横梁 6—天平柱 7—圈码钩 8—圈码 9—加圈码旋钮
10—指针 11—投影屏 12—称盘 13—盘托 14—光源
15—旋钮 16—底垫 17—变压器 18—调水平螺丝

天平底板下装有调零杆，拨动调零杆，来移动投影屏可进行天平零点的微调。

光学读数装置如图 2 所示，称量时打开旋钮接通电源，灯泡发出的光经过聚光管 6 聚光后，照在缩微标尺（或微分标尺）5 上，再经物镜筒 4，放

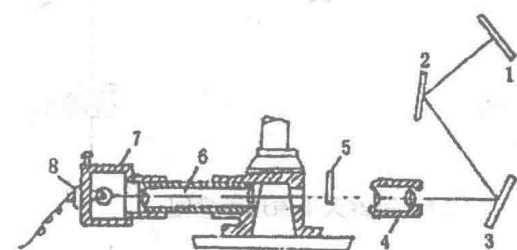


图 3 光学读数装置

- 1—投影屏 2—反射镜 3—反射镜 4—物镜筒
5—微分标尺 6—聚光管 7—照明筒 8—灯头座

大的标尺经反射镜 3 和反射镜 2 后，投射到投影屏 1 上，从投影屏上就可读出缩微标尺的刻度。缩微标尺有十大格，每一大格相当于 1mg，每一大格中有 10 小格（即 10 分度），每分度相当于 0.1mg。即在投影屏上可直接读出 10mg 至 0.1mg 的质量。

2. 单盘电光天平的构造

图 4 所示的是单盘电光天平的构造。它与双盘天平不同，属于不等臂天平，天平只有一个称盘，盘上都悬挂天平最大载重的全部砝码。梁的另一端，由重锤和阻尼器与天平盘平衡。称量时物体放在盘内，减去与物体等量的砝码，使天平恢复平衡，减去的砝码质量就是称量物的质量。它的数值大小直接反映在天平前方的读数器（即指数盘和读数标尺）（详图 5）上，10mg 以下质量仍由投影屏上读出。由于这种天平的被称物和砝码都在同一盘上称量，不受臂长不等的影响，并总是在天平最大负载下称量，因此，天平的灵敏度基本不变，是比较精密的一种天平。

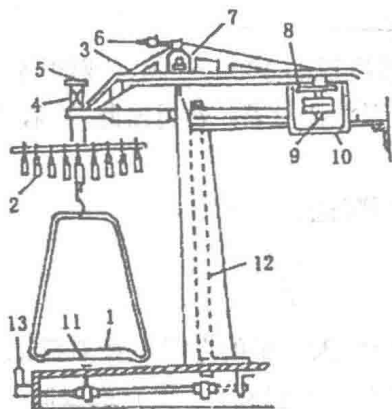


图4 单盘电光天平构造

- 1—天平盘 2—可动砝码 3、4—玛瑙刀口 5—吊耳
6—零点调节螺丝 7—调重心螺丝 8—空气阻尼片
9—平衡锤 10—空气阻尼筒 11—盘托 12—升降枢
13—旋钮

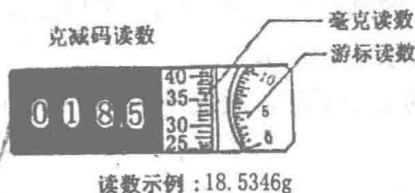


图5 指数盘和读数标尺



外形图

3. 电子天平

电子天平是目前发展最快的新型天平，常见的有直立式电子天平和顶载电子天平。万分之一精度的电子天平较前两类机械天平价格昂贵，但称量快速、简便，当将物体放在称量盘上时，立即显示出该物的质量。它还可以与打印机、计算机、记录仪等联用，以获得连续的可靠的打印记录。

(三) 分析天平的灵敏度

1. 天平灵敏度的表示方法

天平的灵敏度(E)是天平基本性能之一，它是指在天平的一个盘上，增加1mg质量所引起指针偏斜的程度。指针偏斜的角度愈大，灵敏度就愈高。灵敏度E的单位是分度/mg。在实际使用中也常用灵敏度的倒数来表示，即

$$S=1/E \text{ (mg/分度)}$$

S称为分度值，也称感量。它是指使天平的平衡位置产生一个分度变化时所需要的质量改变量(mg)。因此，分度值愈小的天平，其灵敏度越高。例如某电光天平为 $S=0.1\text{mg/分度}$ ，灵敏度 $E=1/0.1=10 \text{ 分度/mg}$ ，即10mg质量可引起指针偏移100分度。0.1mg为1g的万分之一，故这类天平也称为万分之一天平。一般使用中的电光天平的灵敏度，要求增加10mg质量时指针偏移的分度数在 100 ± 2 分度之内。否则应该用重心调节螺丝进行调整。天平的灵敏度过低，影响称量的准确度；灵敏度太高，天平的稳定性太差，也影响称量的准确度。

2. 灵敏度的测定

(1) 零点的测定：测定灵敏度前，应先测定天平的零点。零点(空载平衡点)是指示载重天平处于平衡状态时指针所指示的标尺刻度。载重天平处于平衡状态时所指的标尺刻度则称平衡点(或停点)。

测定零点时，先接通电源，顺时针慢慢开启天平，达平衡后，检查零点是否与投影屏上的标线重合，若相差不大，可拨动调零杆，挪动投影屏的位置，使其重合。若相差较大，则

应关闭天平后，调节零点螺丝使其重合。

(2) 灵敏度的测定：零点调节后，在天平的左盘上放一校准过的 10mg 片码（或圈码），开启天平，若标尺移动的刻度与零点之差在 100 ± 2 分度范围则符合要求；若超出此范围，则应进行调节（由实验室负责调节）。

天平载重时，梁的重心下移，故载重后天平的灵敏度有所降低。

(四) 称量方法

1. 直接称量法

称量前先测定空盘零点，然后把经过台天平粗称的称量瓶放入天平的左盘，在右盘上加砝码使其平衡，得到称量瓶质量 m_1 。在称量瓶中加入试剂后再放入左盘精称，得到称量瓶（含试剂）质量 m_2 。 $m_2 - m_1$ 即为试剂的质量 m 。

2. 固定质量称量法

此法是为了称取指定质量的试样，要求试样本身不吸水，并在空气中性质稳定（如金属、矿石等），其操作如下：(1) 先称容器（如称量瓶、表面皿）的质量，并记录其平衡点时的质量；(2) 如指定称取 0.5000g 时，在右盘增加 0.5000g 砝码，在左盘的容器中加入略少于 0.5g 的试样，然后用牛角匙轻轻振动，使试样慢慢加入容器中，直至达到称量容器时的平衡点。这种办法因称量计算简单，目前多用于电子天平的称量。

3. 递减称量法（减量法）

这种方法称取样品（或试剂）的质量不要求固定的数值，但必须在要求的控制范围内，适用于易吸水，易氧化或易与 CO_2 反应的物质。其操作如下：

(1) 在称量瓶中装入适量试样（或试剂）盖上瓶盖，用洁净的纸条套住经粗称好的称量瓶（含试剂）放入天平左盘上，称得其质量为 m_1 。

(2) 用纸条套住称量瓶，从天平盘中取出称量瓶，右手隔着一小纸片捏住称量瓶盖，在靠近锥形瓶（或烧杯）口的上方，轻轻敲击瓶的上部（详图 6），使试样慢慢落入锥形瓶（或烧杯）中，盖好称量瓶盖，放回天平盘上称量，如此重复操作，直至倾出的试样符合要求为止，记下第二次精称的数据 m_2 。则 $\Delta m = m_1 - m_2(\text{g})$ 即为倾出的试样的质量。

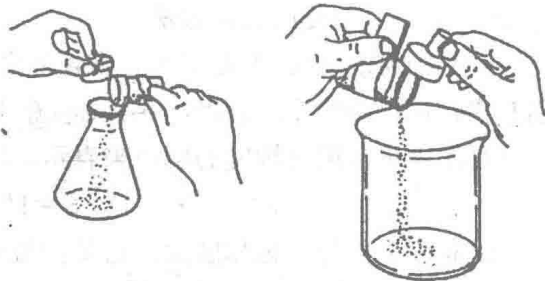


图 6 从称瓶敲出试样示意图

同上操作，逐次称量，即可获得所需的试样份数。

(五) 分析天平的使用规则

1. 称量前先将天平护罩取下叠好，检查天平是否处于水平状态，盘上有无污垢，用软毛刷拭去灰尘，检查并调整天平的零点。

2. 天平的开关旋钮应轻开轻关，取放物体，加减砝码和圈码时，必须先把天平关闭，以免损坏玛瑙刀口。

3. 称量瓶和试剂（或样品），应经台天平粗称后，方可放入天平内精称。

4. 不能将试剂和样品直接放在天平盘上称量，具有腐蚀性气体或吸湿性样品，必须放在称量瓶或其它适当的密闭容器中称量。

5. 取放砝码必须用镊子夹取, 严禁用手拿。加减砝码的原则一般是“由大到小, 折半加入”。砝码应放在平盘的中央, 称完后应一、一归回原位。加码盘, 应一档一档缓缓进行, 防止过快而造成圈码互撞或脱落。

6. 绝不允许天平载重超过最大负载。为了减少误差, 作同一实验时, 应使用同台天平和相配套的砝码, 并注意相同面值的两个砝码的区别。

7. 称量物体的温度应与天平箱内温度保持一致, 不得把过热、过冷的物体放进天平称量。

8. 称量的数据应及时写在记录本上, 不允许用纸片和实验指导书记录数据。

9. 称量完毕, 即可关闭天平, 取出称量瓶和砝码, 检查天平零点, 登记使用记录, 经指导教师检查签名后, 方可关闭天平, 放好使用记录本, 罩上护罩。

四、容量器皿的准备和使用

(一) 容量器皿的洗涤

在滴定分析中所用的器皿, 使用前必须洗涤干净。洗净的玻璃器皿的内壁应能被水均匀地润湿而无水的条纹和小水珠。

实验室常用的烧杯、锥形瓶(三角瓶)、量杯、量筒等一般玻璃器皿, 可用毛刷蘸洗涤剂刷洗, 再用自来水冲洗干净, 最后用蒸馏水润洗 2~3 次即可。对于滴定管、移液管、容量瓶等具有精确刻度的仪器, 洗涤时要视其污染的程度和性质选择适当的洗涤液进行洗涤。

实验室常用的洗涤液有以下几种:

1. 肥皂液、碱液及合成洗涤剂

这些洗液适合洗涤被油脂或某些有机物(如有机酸)沾污的容器。

2. NaOH-KMnO₄ 水溶液

称取 4gKMnO₄ 于 250ml 烧杯中, 加入少量水使之溶解, 向烧杯中加入 100ml 10%NaOH 溶液, 混匀后贮存在带橡胶塞的棕色玻璃瓶中备用。此洗液适合于洗涤油污及有机物污染的器皿。

3. 酸性草酸和盐酸羟胺溶液

称取 10g 草酸或 1g 盐酸羟胺溶于 100ml 20%的盐酸溶液中即可。此洗液适用于洗涤氧化性物质(如 KMnO₄、Fe³⁺等)污染的容器。

4. 有机溶剂洗涤液

用于洗涤聚合体、油脂及其它有机物。可直接取丙酮、乙醚、苯使用, 或配成 NaOH 的饱和乙醇溶液使用。

5. 铬酸洗液

称取 10g 工业纯 K₂Cr₂O₇, 置于 400ml 烧杯中, 加少量水溶解后, 慢慢加入 200ml 浓硫酸(C.P.), 边加边搅, 配好的洗液呈红棕色。冷却后转入玻璃瓶中备用, 磨口塞应严密, 以防浓硫酸吸水。使用时应注意安全, 避免烫伤皮肤、损坏衣服。具体操作如下: (1) 使用前, 必须先将仪器用自来水和毛刷刷洗, 倾尽水后将洗液倒入器皿中浸泡数分钟, 而后将洗液倒回原瓶, 以便反复使用。当洗液变为绿色(失效)后, 不能倒入下水道, 应倒入废液缸内, 另行处理, 以免造成污染。(2) 用洗液洗后的仪器, 应先用自来水冲洗, 再用蒸馏水润洗 2~3 次。

(二) 容量器皿的准备和使用

1. 滴定管

滴定管是用来测量滴定剂体积的量器，有常量和微量、白色和棕色之分。常量滴定管又分为酸、碱两种，常用的有 25ml 和 50ml 两种，其最小刻度是 0.1ml，最小刻度之间可估计到 0.01ml。因此，读数可达小数点后第二位，读数误差为 $\pm 0.01\text{ml}$ 。酸式滴定管 (a) 和碱式滴定管 (b)

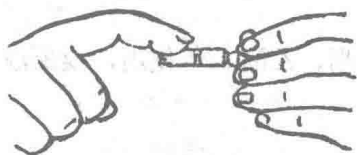
(详图 7)。酸式滴定管用来装酸性、氧化性及盐类稀溶液，不宜装碱性溶液，因为碱性溶液会腐蚀玻璃，使其下端的活塞不能自由旋转。碱式滴定管下端的橡皮管内装有玻璃珠，以控制溶液的流出。橡皮管下端接一尖嘴玻璃管。碱式滴定管常用来装碱性及无氧化性溶液。凡是能与橡皮反应的溶液（如 KMnO_4 、 I_2 和 AgNO_3 等）溶液不能装入碱式滴定管。棕色滴定管用来装见光易分解的溶液（如 AgNO_3 、 KMnO_4 溶液等）。

微量滴定管有 1、2、3、5、10ml 五种规格，刻度因规格不同而异。一般可准确到 0.005ml 以下。

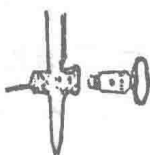
(1) 滴定管使用前的准备

酸式滴定管使用前应检查是否漏水、活塞是否转动灵活。试漏时先将活塞关闭，在管内充满水，夹在滴定管夹上，静置 2 分钟，观察活塞两端有无水渗出，活塞转动灵活即可使用。否则应将活塞取出，重新涂凡士林后再使用。

涂凡士林的方法是将活塞取出，用滤纸将活塞及活塞套内的水擦干净，用手指蘸少许凡士林涂在活塞孔的两头（图 8 a），涂层应薄且均匀；或者在活塞粗的一端及活塞套细的一端内壁涂一薄层凡士林（图 8 b）；而后将活塞插入活塞套中，按紧，沿同一方向转动活塞，直至活塞中油膜均匀透明。如发现转动不灵活或活塞上出现纹路，表示凡士林涂量不够；若凡士林涂得太多，则可能堵住活塞孔或滴定管尖端。涂好凡士林后，用橡皮圈将活塞缠好，以防活塞脱落损坏。最后试漏、洗净，即可使用。



(a) 涂活塞



(b) 涂活塞套小口内部

图 8 活塞涂油



图 9 驱气方法

碱式滴定管应选择大小合适的玻璃珠和橡皮管，检漏时，滴水的应更换合适的玻璃珠。玻璃珠太大，使用时费力，太小又容易漏水，以大小适中为宜。使用时将滴管管尖向上，排除滴定管中的气泡。（详图 9）

(2) 标准溶液（或滴定剂）的装入

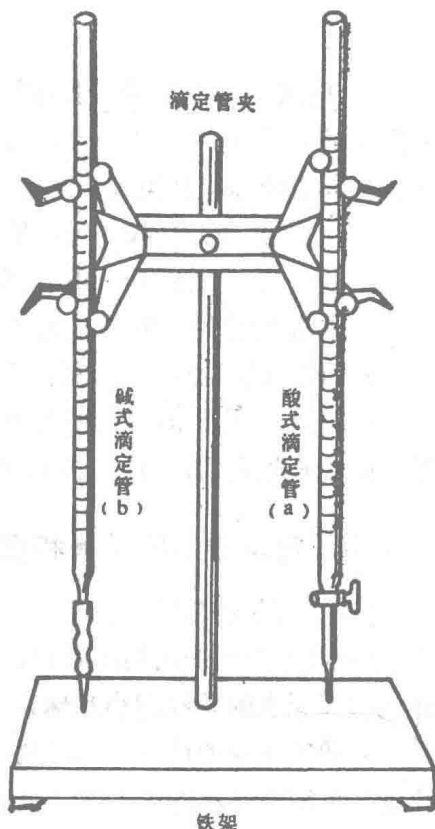


图 7 酸碱滴定管

为避免标准溶液被稀释，装入前应应用标准溶液（每次 5~6ml）润洗滴定管 2~3 次。操作时，两手平端滴定管，慢慢转动，使之流遍全管，再从下端放出，以除去管内残留的水份。装入标准溶液时，应直接倒入，不得借用任何别的器皿，以免改变标准溶液的浓度或造成污染。装好标准溶液后，应先排除活塞或橡皮管内的气泡：酸式滴定管可全开活塞，使溶液很快冲出，带走气泡；碱式滴定管可把橡皮管向上弯曲，挤动玻璃珠，使溶液从尖嘴喷出（图 9），即可排除气泡。排除气泡后，加入标准溶液，使之在“0”刻度以上，再调节液面至 0.00ml 刻度即可开始滴定。

（3）滴定管的读数

读取滴定管容积刻度的数值，称为读数。正确地读数是减少误差的重要环节。读数时应遵循下列原则：

① 装入溶液或放出溶后，需等 1~2 分钟，使附着内壁上的溶液流下来以后才能读数（详图 10）。

② 对于无色或淡色溶液，读取与弯月面相切的刻度。对于有色溶液（如 KMnO_4 、 I_2 溶液等），读取视线与液面两侧的最高点呈水平处的刻度。

③ 使用“蓝带”滴定管时，无色溶液读取两个弯月面在蓝线上的交点，有色溶液读两个弯月面两侧的最高点。

④ 每次滴定前应将液面调节在 0.00 刻度，这样可固定在某一段体积范围内滴定，以减少体积误差。

⑤ 读数应读至小数点后第二位，而且要求准确到 0.01ml。

⑥ 对于初学者，可采用读数卡。读数卡可用黑纸或涂有墨的长方形（约 $3 \times 1.5\text{cm}^2$ ）的白纸制成。读数时，将读数卡放在滴定管背后，使黑色部分在弯月面下 1mm 处，此时即可看到弯月面的反射层呈黑色，然后读取与此黑色弯月面相切的刻度。

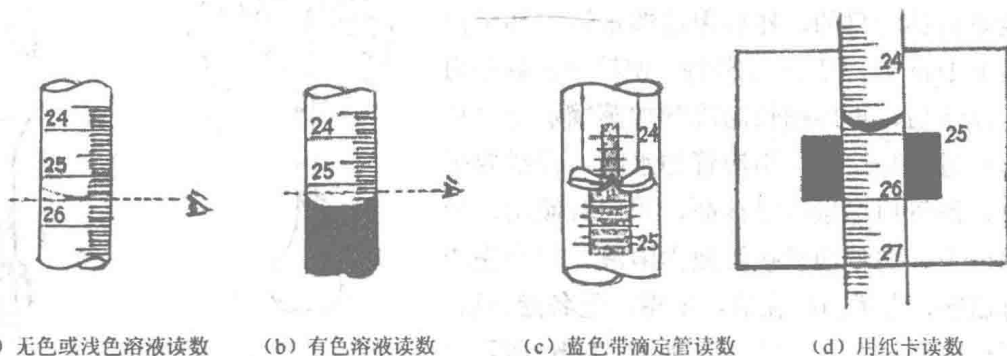


图 10 滴定管的读数方法

（4）滴定操作

滴定最好在锥形瓶中进行，必要时也可以在烧杯中进行。滴定的操作详图 11 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，手指略微弯曲，轻轻向内扣住活塞，转动活塞时，勿使手心顶着活塞，以防活塞松动造成漏液。右手握锥形瓶，边滴边摇，使瓶内溶液混合均匀，反应及时进行完全。摇动时应沿同一方向作圆周运动。开始时，滴定速度可稍快，临近终点时，减慢滴定速度，一滴或半滴地加入，直至到达终点。半滴的滴法是将

活塞稍稍转动，使半滴溶液悬于管口，将锥形瓶内壁与管口相接触，使液滴流出，用蒸馏水将内壁附着的溶液冲下。

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处，发力挤压，溶液即可流出。切勿捏挤玻璃珠下方的橡皮管，否则空气进入形成气泡。

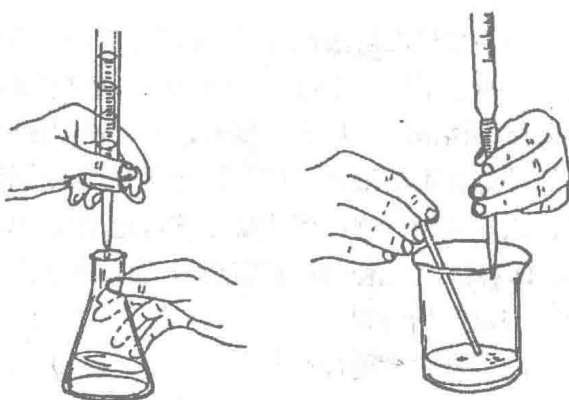


图 11 滴定

2. 容量瓶

容量瓶是常用来测量溶液体积的一种容量器皿。细颈、梨形、平底，带磨口玻璃塞，细颈上刻有环形标线，瓶上标有容积和使用温度，当溶液的弯月面与标线相切时，瓶内溶液体积与瓶上标示体积相等。它主要用来配制标准溶液，或稀释标准溶液。有 10、25、50、100、250、500、1000、2000、5000ml 等不同规格，又分为白色、棕色两种。棕色用来配制见光易分解的试剂溶液。

(1) 容量瓶的准备

按配制的要求，可以选用不同容积的容量瓶。使用容量瓶时，应先检查玻璃塞与容量瓶是否配套。方法是将容量瓶中盛水，塞好塞子后将其倒置，若漏水，则需更换瓶塞。使用前可用毛刷蘸合成洗涤剂刷洗，必要时也可用铬酸洗液浸泡。洗净的容量瓶内壁，以不挂水珠为好。

(2) 配制标准溶液时，先将准确称取的基准物质在烧杯中溶解，按图 12 (a) 所示的方法将溶液转移至容量瓶中，用少量蒸馏水洗涤烧杯 3~4 次，洗液全部转移至容量瓶中，这样就可以达到定量转移的目的。然后用蒸馏水慢慢加至接近标线下 1cm 处，等 1~2 分钟，使粘附在瓶颈内壁的水流下后，再用细长的滴管加蒸馏水恰至标线，这一过程称定容。用滴管加水时，视线要平视标线，滴管口尽量接近液面，稍向旁倾斜，使水顺壁流下，勿使滴管接触瓶内溶液。定容完成后塞好瓶塞，左手拇指在前，中指、无名指在后，食指压住瓶塞，右手托住瓶底（如图 12 (b) 所示），将瓶反复倒置、摇荡几次，使溶液混匀即可。若是稀释溶液，可用移液管（先经溶液润洗 2~3 次）取一定体积溶液于另一个容量瓶中，然后加蒸馏水稀释至刻度标线，混匀即可。

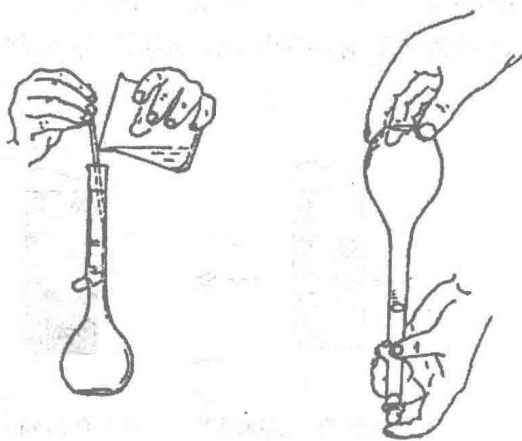


图 12 溶液配制

(a) 溶液定量转移操作；(b) 溶液的混匀

3. 移液管和吸量管

移液管和吸量管都是准确移取一定量溶液的量器。移液管是一中间膨大（即球部）两端细而长的量器（如图 13 (a) 所示），球部处标示其容积（ml）和使用温度，常用的有 5、10、20、25、50 和 100ml 等规格。

吸量管又称刻度移液管，是具有分度刻线的玻璃管（如图 13 (b) 所示），用以量取不同

体积的溶液，常用的有 1、2、5、10ml 等规格。

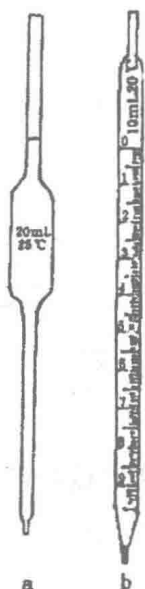


图 13 移液管和吸量管

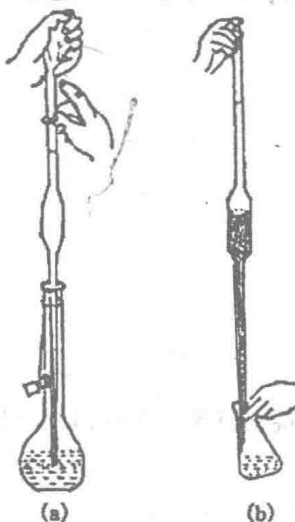


图 14 移液管吸取液体和放出液体

移液管和吸量管在使用前应依次用洗液、自来水、蒸馏水洗至其内外壁不挂水珠呈透明状态。移取溶液前，应用滤纸将管尖端内外的水除去，用待吸液润洗 2~3 次。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的液面下约 1~2cm 处，左手拿洗耳球，先将球内空气压出，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 14 (a) 所示）待液面上升至标线以上时，移开洗耳球，立即用右手食指按

住管口，将移液管提离液面，用滤纸揩去管外的溶液，使管尖端靠着容量瓶的内壁，略为松动食指，让液面缓缓下降，当溶液弯月面与标线相切时，立即用食指压紧管口，取出移液管，把承接溶液的容器稍稍倾斜，将移液管放入容器中，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 10~15 秒钟后，取出移液管。（详细图 14 (b) 所示）切勿把残留在管尖端内的溶液吹出，因为在校正移液管时，已经考虑了尖端所保留的溶液体积。吸量管的操作方法同移液管。移液管使用后，应清洗干净，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；另一种为“A”，表示“量出”容器。

滴定管、容量瓶、移液管、吸量管都是有刻度的精确玻璃量器，不能放在烘箱中烘烤，以免由于容积变化而影响测量的准确度。

五、思考题

1. 用减量法称量样品时，为什么可以不用测定天平的零点？
2. 为什么取用砝码时，要按一定的顺序？两个面值相同的砝码为什么要区分使用？
3. 为什么滴定管、容量瓶、移液管、吸量管不能放在烘箱中烘烤？
4. 使用滴定管时，应注意哪些问题？
5. 为何不能用带刻度的烧杯（或锥形瓶）作为量器？

同物不同力 18.3793 和 18.380 ✓

因为砝码零点近, 平行好.

实验二 分析天平的称量练习

一、目的和要求

1. 学会称量瓶的使用。
2. 初步掌握用减量法进行称量。

二、仪器和试剂

分析天平、台天平、称量瓶一只, 小烧杯 (50~100ml) 一只, 干燥器、砂粒 (或其它不易吸湿的固体试样)。

三、实验步骤

1. 准备工作

- (1) 取下天平罩、叠好放在恰当的地方;
- (2) 观察天平是否正常, 如开关、侧门是否关好, 读数转盘是否回到零位、吊耳、圈码是否脱落、移位;
- (3) 检查天平是否水平;
- (4) 用毛刷刷净左右两个天平盘;
- (5) 检查并调整天平的空盘零点, 掌握用平衡螺丝粗调和拨杆细调的操作。

2. 减量法称量练习

- (1) 要求用减量法准确称取 0.1~0.2g 砂粒 (或其它试样), 相邻两份砂粒质量的绝对误差不大于 ± 0.01 。

(2) 将已经装好砂粒的称量瓶放在调好零点的台天平上粗称, 记下其质量 m_0 (g)。

(3) 粗称后的称量瓶放入分析天平上精确称量, 记下其质量 m_1 g; 关闭天平开关后, 取出称量瓶, 将砂粒慢慢倾入小烧杯中 (第一次练习可用纸或表面皿盛倾出的砂粒), 直至倾出的砂粒质量在 0.1~0.2g 之间; 少于 0.1g, 继续倾倒砂粒, 大于 0.2g 时则需重做, 直至符合要求为止。而后将称量瓶放回天平再精称, 记下其质量 m_2 g。 $m_1 - m_2$ 即为第一份砂粒的质量。重复操作, 倾倒出 10 份砂粒。记录有关数据。

四、记录及计算

1. 粗称 $m_0 = ?$ g

2. 精称 $m_1 = ?$ g

$m_2 = ?$ g

.....

$m_1 - m_2 = \Delta m_1$ g

$m_2 - m_3 = \Delta m_2$ g

.....

绝对误差

$E_{i1} = |\Delta m_1 - \Delta m_2|$

$E_{i2} = |\Delta m_2 - \Delta m_3|$

.....

$$m_{10}=? \quad m_9 - m_{10} = \Delta m_9 \text{ g}$$

$$E_{i_8} = |\Delta m_8 - \Delta m_9|$$

$$m_{11}=? \quad M_{10} - m_{11} = \Delta m_{10} \text{ g}$$

$$E_{i_9} = |\Delta m_9 - \Delta m_{10}|$$

五、讨论

要求 $E_{i_9} \leq 0.019$

计算：绝对误差最小一组的相对相差

$$\text{相对相差} = \frac{|\Delta m_x - \Delta m_{(x+1)}|}{\frac{\Delta m_x + \Delta m_{(x+1)}}{2}} \times 100\%$$

六、思考题

1. 为什么在称量开始前要先测定空盘零点？天平零点偏离太大，应如何调节？
2. 使用天平时，为什么要求轻开轻关天平旋钮？为什么必须先关闭旋钮后加减砝码和取放物品？否则会引起什么后果？
3. 减量法是怎样进行的？若称量瓶内试样吸湿，将对称量结果造成什么影响？

实验三 酸碱溶液的配制和比较滴定

一、实验目的

1. 初步掌握容量器皿的洗涤方法。
2. 初步掌握酸碱滴定管的使用和滴定操作。
3. 学会粗略地配制酸碱溶液。
4. 了解指示剂的变色原理，学习滴定终点的判断。

二、实验原理

盐酸易挥发，氢氧化钠易吸收空气中的 CO_2 和水分，只能采用间接法进行配制。

用 NaOH 滴定 HCl 时，采用酚酞作为指示剂；用 HCl 滴定 NaOH 时，采用甲基橙作为指示剂。



通过上述滴定，得到体积比 ($V_{\text{NaOH}}/V_{\text{HCl}}$, $V_{\text{HCl}}/V_{\text{NaOH}}$)。

三、仪器及试剂

台天平、酸、碱滴定管各一支，锥形瓶三个，小烧杯一个，小口试剂瓶二个，10ml 和 100ml 量杯各一个，洗瓶一个。

浓盐酸（密度 1.19）， NaOH(s) (C.P.)，蒸馏水、标签纸。

四、操作步骤

1. 容量器皿的洗涤及操作练习

按要求洗涤本实验用到的容量器皿，直至内壁不挂水珠即可。

练习并掌握酸式滴定管活塞上油的方法和两种滴定管尖嘴气泡的消除方法，练习并掌握滴定操作及滴定管的读数。

2. 0.1mol/L NaOH 和 0.1mol/L HCl 溶液的配制

(1) 0.1mol/L HCl 溶液的配制

用小量杯量取浓盐酸 ($\rho = 1.19$ $\omega(\text{HCl}) = 37\%$) 4.2ml，放入洁净的小口试剂瓶中，用 100ml 量杯加水稀释至 500ml，混合均匀，贴上标签。(加5次水)

(2) 0.1mol/L NaOH 溶液的配制

在台天平上用洁净的小烧杯称取 2.59g NaOH (C.P.)，加水溶解后，转移至 500ml 小口试剂瓶中，用 100ml 的量杯加水稀释至 500ml，混匀，贴上标签。

3. 比较滴定

姓名: 刘敏 学号: 101010101 日期: 年月日