

全国高等医药院校配套教材

供药学类专业用

# 分析化学 实验

第二版

孙毓庆 主编

人民卫生出版社

全国高等医药院校配套教材

供药学类专业用

# 分析化学实验

第二版

孙毓庆 主编

李发美 胡育筑 副主编

编者（以姓氏笔画为序）

王东援（沈阳药科大学）	刘荔荔（第二军医大学）
孙国祥（沈阳药科大学）	孙毓庆（沈阳药科大学）
李发美（沈阳药科大学）	汪学昭（第二军医大学）
严拯宇（中国药科大学）	张丹（四川大学华西药学院）
张强（四川大学华西药学院）	张阿慧（西安交通大学理学院）
张延岭（山东大学药学院）	邸欣（沈阳药科大学）
赵怀清（沈阳药科大学）	郁韵秋（复旦大学药学院）
胡育筑（中国药科大学）	富戈（北京大学药学院）

人民卫生出版社

## 图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验/孙毓庆主编. —2 版. —北京: 人民  
卫生出版社, 2002

ISBN 7-117-04731-3

I. 分... II. 孙... III. 分析化学—化学实验  
IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2002) 第 001697 号

## 分析化学实验 第 二 版

---

主 编: 孙 毓 庆

出版发行: 人民卫生出版社(中继线 67616688)

地 址: (100078)北京市丰台区方庄芳群园 3 区 3 号楼

网 址: <http://www.pmph.com>

E - mail: [pmph@pmph.com](mailto:pmph@pmph.com)

印 刷: 三河市潮河印刷厂

经 销: 新华书店

开 本: 787×1092 1/16 印张: 20.75

字 数: 482 千字

版 次: 1994 年 8 月第 1 版 2002 年 3 月第 2 版第 2 次印刷

标准书号: ISBN 7-117-04731-3/R·4732

定 价: 28.50 元

著作权所有, 请勿擅自用本书制作各类出版物, 违者必究

(凡属质量问题请与本社发行部联系退换)

## 第二版前言

分析化学是一门实践性很强的科学。实验教学是分析化学教学中居重要地位的环节。为了配合分析化学教学，培养学生的动手能力与自学能力，而编写了与高等医药院校规划教材供医药专业用《分析化学》第四版（孙毓庆主编，人民卫生出版社，1999）配套的分析化学实验教材。

本书是分析化学系列教材之一。该系列教材由《分析化学》第四版、《分析化学习题集》（孙毓庆主编，人民卫生出版社，2000）、《分析化学实验》（第二版）及《分析化学多媒体教学光盘》所组成。《分析化学多媒体教学光盘》正在编写之中，预计2002年发行。

本书为配合《分析化学》第四版的内容需要，在第一版《分析化学实验》（孙毓庆主编，朱钦德、吴玉田、陈玉英、吴敏之、郑斯成及高文兰参编，人民卫生出版社，1994）的基础上，并汲取中国药科大学、第二军医大学、四川大学华西药学院、北京大学药学院、复旦大学药学院、西安交通大学理学院、山东大学药学院及沈阳药科大学8所院校的分析化学实验讲义的部分内容修订而成。为了适应较多院校的实验条件及药学各专业的教学需要，本书共选编了91个实验，比第一版增加了7个。本书由上篇（化学分析法）、下篇（仪器分析法）、附篇（常用分析仪器等）及附录四部分组成。其中上篇化学分析法实验32个，下篇仪器分析法实验59个，附篇包括分析天平、常用分光光度计、常用色谱分析仪器及萨特勒标准光谱的查阅方法等内容。为了保持本书的相对独立性和使用上的方便，《分析化学》教材中的某些附表也在本书的附录中出现。为了扩大学生的知识面，增加了磁共振二维谱、质谱法及毛细管电泳法等示教实验。

书中错误与不当之处，欢迎读者批评指正。

孙 毓 庆

2001. 6. 1

# 目 录

## 上篇 化学分析

第一章 分析化学基本操作	1
一、滴定分析基本操作	1
二、重量分析基本操作	8
第二章 分析天平与称量	13
实验一 天平性能的检查	13
实验二 称量练习	14
实验三 天平的砝码校正	16
第三章 酸碱滴定法	20
实验四 滴定分析操作练习	20
实验五 容量仪器的检定	21
实验六 HCl 标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	24
实验七 药用硼砂的含量测定	26
实验八 药用 NaOH 的含量测定	27
实验九 NaOH 标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	29
实验十 醋酸的含量测定	30
实验十一 苯甲酸的含量测定	31
实验十二 混合酸 (HCl+H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> ) 的含量测定	32
第四章 非水溶液滴定法	34
实验十三 高氯酸标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	34
实验十四 水杨酸钠的含量测定	35
实验十五 用非水滴定法测定药物含量	36
盐酸苯海拉明的含量测定	36
盐酸麻黄碱的含量测定	37
第五章 配位滴定法	39
实验十六 EDTA 标准溶液 (0.05mol/L) 的配制与标定	39
实验十七 水的硬度测定	40
实验十八 明矾的含量测定	41
实验十九 用 EDTA 法分别测定混合物中钙盐及镁盐的含量	42
实验二十 氯化钙的含量测定	44
第六章 氧化还原滴定法	45
实验二十一 I <sub>2</sub> 标准溶液 (0.05mol/L) 的配制与标定	45
实验二十二 Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 标准溶液 (0.1mol/L) 的配制与标定	46
实验二十三 维生素 C 的含量测定 (直接碘量法)	48

实验二十四	铜盐的含量测定(置换碘量法)	49
实验二十五	葡萄糖的含量测定(间接碘量法)	51
实验二十六	KMnO <sub>4</sub> 标准溶液(0.02mol/L)的配制与标定	52
实验二十七	过氧化氢的含量测定	54
<b>第七章</b>	<b>沉淀滴定法</b>	56
实验二十八	银量法标准溶液的配制与标定	56
实验二十九	氯化铵的含量测定	57
实验三十	盐酸甲基苄胍片的含量测定	59
<b>第八章</b>	<b>重量分析法</b>	61
实验三十一	氯化钡结晶水的测定	61
实验三十二	硫酸钠的含量测定	62

## 下篇 仪器分析

<b>第九章</b>	<b>电位法</b>	65
实验三十三	用pH计测定溶液的pH	65
[附一]	25型pH计测定溶液pH的方法	68
[附二]	pHS-2型酸度计测定溶液pH的方法	69
[附三]	PXSJ-216型离子分析仪测定溶液pH的方法	70
实验三十四	pH计性能检定	71
[附一]	UJ1型电位差计的使用方法	73
[附二]	UJ25型电位差计的使用方法	74
实验三十五	用氯离子选择性电极测定氯离子浓度	76
[附一]	pM标准的参考标准值表(25℃)	79
[附二]	国产7601型氯离子选择性电极的性能	79
[附三]	氯离子选择性电极的制备方法	79
[附四]	用25型pH计测量电动势的使用方法	80
[附五]	用pHS-2型酸度计测量电动势的使用方法	80
实验三十六	氟离子选择性电极的性能检验及水样中氟离子的含量测定	81
实验三十七	磷酸的电位滴定	83
实验三十八	永停滴定法标定I <sub>2</sub> 标准溶液(0.005mol/L)	84
实验三十九	磺胺嘧啶的重氮化滴定(永停滴定法)	86
实验四十	卡尔费休法测定水分(永停滴定法)	88
实验四十一	Fe <sup>3+</sup> /Fe <sup>2+</sup> 电对条件电位的测定(作图法)	89
<b>第十章</b>	<b>紫外-可见分光光度法</b>	93
实验四十二	分光光电比色计的性能检查与使用方法	93
[附]	721型分光光度计的使用方法	97
实验四十三	吸收曲线的测绘	99
实验四十四	标准曲线法测定含量	100
邻二氮菲吸收光度法测定水中含铁量		100

磺基水杨酸法测定铁的含量 .....	102
标准曲线法测定芦丁的含量 .....	103
实验四十五 紫外-可见分光光度计的性能检定及使用方法 .....	104
实验四十六 维生素 B <sub>12</sub> 注射液的含量测定 .....	109
实验四十七 原料药品的吸光系数测定 .....	110
实验四十八 双波长法测定复方制剂的含量 .....	112
双波长法测定安痛定注射液中安替比林的含量 .....	112
差示-双波长法测定安钠咖注射液中苯甲酸钠和咖啡因的含量 .....	113
实验四十九 导数光谱法测定复方制剂的含量 .....	114
安钠咖注射液中咖啡因的含量测定 .....	114
小儿胺散中磺胺二甲基嘧啶的含量测定 .....	116
实验五十 间苯二酚及苯酚的褶合光谱法定性鉴别 .....	117
<b>第十一章 荧光分析法</b> .....	119
实验五十一 荧光法测定硫酸奎尼丁的含量 .....	119
实验五十二 硫酸奎宁的激发光谱和发射光谱的测绘 .....	120
<b>第十二章 红外分光光度法</b> .....	122
实验五十三 红外分光光度计的性能检查 .....	122
实验五十四 样品红外吸收光谱的测绘 .....	123
<b>第十三章 原子吸收分光光度法</b> .....	127
实验五十五 肝素钠中杂质钾盐的限量检查 .....	127
实验五十六 头发中锌的含量测定 .....	128
<b>第十四章 核磁共振波谱法 (示教)</b> .....	130
实验五十七 核磁共振波谱仪的性能检查 .....	130
实验五十八 有机化合物的核磁共振氢谱的测绘 .....	131
薄荷醇核磁共振氢谱的测绘 .....	131
核磁共振法测定乙酰乙酸乙酯互变异构及含量 .....	133
实验五十九 有机化合物核磁共振碳谱的测绘 (COM 与 DEPT 谱) .....	134
<b>第十五章 质谱法 (示教)</b> .....	136
实验六十 质谱仪的性能检查 .....	136
实验六十一 川芎挥发油的气相色谱-质谱联用分析 .....	136
<b>第十六章 经典液相色谱法</b> .....	138
实验六十二 氧化铝的活度测定法 (柱色谱法) .....	138
实验六十三 离子交换色谱法测定枸橼酸钠的含量 (柱色谱法) .....	140
实验六十四 薄层色谱固定相的活度测定 .....	141
氧化铝的活度测定 .....	141
硅胶 (粘合板) 的活度测定 .....	142
实验六十五 薄层色谱溶剂系统的优化方法 (均匀设计法) .....	143
实验六十六 薄层色谱法 .....	149
感冒灵胶囊成分的分离与鉴定 .....	149
复方新诺明中 SMZ 及 TMP 的分离与鉴定 .....	150

醋酸曲安奈德的杂质检查 .....	151
实验六十七 纸色谱法 .....	152
肌苷注射液的含量测定(纸色谱上行展开法) .....	152
盐酸苯乙双胍的杂质限度测定(纸色谱下行展开法) .....	153
蛋氨酸及甘氨酸的分离与鉴定 .....	153
实验六十八 薄层扫描法测定六味地黄丸中山茱萸的含量 .....	154
<b>第十七章 气相色谱法</b> .....	157
实验六十九 气-液填充色谱柱的制备 .....	157
实验七十 气相色谱仪性能检查 .....	159
实验七十一 常用气相色谱定性参数的测定和归一化法含量测定 .....	165
实验七十二 苯、甲苯及二甲苯的分离与鉴别及色谱系统适用性试验 .....	167
实验七十三 用内标法测定酊剂中乙醇的含量 .....	169
实验七十四 微量水分测定 .....	171
实验七十五 两种丁醇异构体的相对含量测定 .....	173
实验七十六 最佳流速的测定 .....	174
实验七十七 毛细管气相色谱法(示教) .....	177
<b>第十八章 高效液相色谱法</b> .....	180
实验七十八 高效液相色谱仪的性能检查与色谱参数的测定 .....	180
实验七十九 流动相的四面体优化法 .....	183
实验八十 用内标对比法测定泼尼松龙的含量 .....	185
实验八十一 用内标对比法测定扑热息痛的含量 .....	187
实验八十二 用校正因子法测定复方炔诺酮片中炔诺酮和炔雌醇的含量 .....	189
实验八十三 用外标法测定阿莫西林的含量 .....	191
实验八十四 用归一化法检查维生素 K <sub>1</sub> 中顺式异构体的限量 .....	193
<b>第十九章 毛细管电泳法(示教)</b> .....	195
实验八十五 高效毛细管电泳仪的性能检查 .....	196
实验八十六 靛裂平酊剂的毛细管区带电泳定性分析 .....	199
实验八十七 冬虫夏草主要成分的定性分析 .....	201
实验八十八 复方降压片中三组分的定量分析 .....	202
<b>第二十章 流动注射分析法</b> .....	205
实验八十九 流动注射分析仪的性能检查 .....	205
实验九十 自来水中的铁含量测定 .....	206
实验九十一 磺胺嘧啶的含量测定 .....	207
[附] 简易型组合式流动注射分析仪的使用方法 .....	209

## 附篇 常用分析仪器与标准光谱查阅方法

<b>第一章 分析天平</b> .....	211
第一节 分析天平的称量原理 .....	211
第二节 分析天平的分类 .....	211



第三节	分析天平的结构 .....	214
第四节	分析天平的安装和调整 .....	219
第五节	分析天平的计量性能 .....	220
第六节	分析天平的使用规则和称量方法 .....	222
第七节	砝码的校正 .....	224
第八节	微量天平 .....	228
第九节	电子天平 .....	228
第十节	天平室规则 .....	229
<b>第二章</b>	<b>常用分光光度计 .....</b>	<b>230</b>
第一节	紫外分光光度计 .....	230
751G 型紫外分光光度计的使用方法 .....	230	
UV-910 型紫外分光光度计的使用方法 .....	232	
WFZ800 D <sub>2</sub> 型紫外分光光度计的使用方法 .....	233	
第二节	荧光分光光度计与荧光光度计 .....	235
MPF-6 型荧光分光光度计的使用方法 .....	235	
960 型荧光分光光度计的使用方法 .....	237	
930 型荧光光度计的使用方法 .....	241	
第三节	红外分光光度计 .....	242
7650 型红外分光光度计的使用方法 .....	242	
1707 型傅里叶变换型红外分光光度计简介 .....	244	
第四节	原子吸收分光光度计 .....	246
WX-1D 型原子吸收分光光度计的使用方法 .....	246	
P-E2100 型原子吸收分光光度计的使用方法 .....	247	
<b>第三章</b>	<b>常用色谱仪器 .....</b>	<b>249</b>
第一节	CS-930 型薄层扫描仪的使用方法 .....	249
第二节	气相色谱仪 .....	251
气相色谱仪一般使用方法 .....	251	
天美 7890 型气相色谱仪的使用方法 .....	254	
102G 型气相色谱仪的使用方法 .....	256	
第三节	高效液相色谱仪 .....	259
高效液相色谱仪一般使用方法 .....	259	
日立 L-7000 型高效液相色谱仪的使用方法 .....	261	
第四节	简易毛细管电泳仪简介 .....	264
<b>第四章</b>	<b>萨特勒标准光谱的查阅方法 .....</b>	<b>267</b>
第一节	萨特勒标准光谱与索引的分类 .....	267
萨特勒标准光谱的分类 .....	267	
萨特勒标准光谱索引的分类 .....	269	
第二节	名称字顺索引 .....	269
第三节	分子式索引 .....	270
第四节	化学分类索引 .....	270

第五节 谱线索引 .....	277
标准红外棱镜光谱线索引 .....	277
标准红外光栅光谱线索引 .....	280
第六节 化学位移索引 .....	281
第七节 C-13 核磁共振波谱峰位索引 .....	286
<b>第五章 质谱八峰位索引及萨特勒毛细管气相色谱保留指数数据库的查阅方法 .....</b>	<b>289</b>
第一节 质谱八峰位索引 .....	289
简介 .....	289
质谱八峰位索引的查阅方法 .....	290
第二节 萨特勒毛细管气相色谱保留指数数据库的查阅方法 .....	293
附录一 国际原子量表 (1995) .....	295
附录二 常用式量表 .....	296
附录三 常用指示剂 .....	298
附录四 常用缓冲溶液的配制 .....	302
附录五 常用酸碱的密度和浓度 .....	303
附录六 常用基准物的干燥及应用 .....	303
附录七 标准缓冲溶液的 pH .....	304
附录八 配位滴定有关常数 .....	305
附录九 难溶化合物的溶度积 ( $K_{sp}$ ) .....	308
附录十 标准电极电位及条件电位 (标准氢电极为参比电极) .....	309
附录十一 常用溶剂的截止波长 .....	311
附录十二 原子吸收分光光度法中常用的分析线 .....	312
附录十三 常用氘代溶剂残留氢的化学位移 .....	312
附录十四 薄层色谱固定相与预制板 .....	313
附录十五 气相色谱常用固定液 .....	314
附录十六 气相色谱相对重量校正因子 ( $f$ ) .....	316
附录十七 高效液相色谱常用固定相及应用 .....	318
附录十八 高效液相色谱常用流动相的性质 .....	320

## 第一章 分析化学基本操作

### 一、滴定分析基本操作

滴定分析又称容量分析。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。现将滴定分析常用器皿（滴定管、容量瓶、移液管等）及其基本操作分述如下。

#### （一）滴定管

滴定管是用来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。

1. 形状及分类 滴定管是一种细长、内径大小比较均匀而具有刻度的玻璃管，管的下端有玻璃尖嘴。有 25、50ml 等不同的容积。如 50ml 滴定管就是把滴定管分成 50 等份，每一等份为 1ml，1ml 中再分 10 等份，每一小格为 0.1ml，读数时，在每一小格间可再估计出 0.01ml。

常用滴定管一般分为两种，一种是酸式滴定管，另一种是碱式滴定管（图 1-1）。酸式滴定管的下端有玻璃活塞，可盛放酸液及氧化剂，不能盛放碱液，因为碱液常使活塞与活塞套粘合，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，下面再连一尖嘴玻璃管，这种滴定管可盛放碱液，而不能盛放酸或氧化剂等腐蚀橡皮的溶液。

#### 2. 滴定管的准备

（1）涂油及试漏：酸式滴定管在使用前需进行活塞涂油，目的之一是防止溶液自活塞漏出，二是使活塞可自如转动，便于调节转动角度以控制溶液滴出量。涂油时将已洗净的滴定管活塞拔出，用滤纸将活塞及活塞套擦干，在活塞粗端和活塞套的细端分别涂一薄层凡士林，把活塞插入活塞套内，来回转动数次，直到在外面观察时呈透明即可。亦可在玻璃活塞的两端涂上一薄层凡士林，小心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透明为止（图 1-2、3）。在活塞末端套一橡皮圈以防在使用时将活塞顶出。然后在滴定管内装入蒸馏水，置滴定管

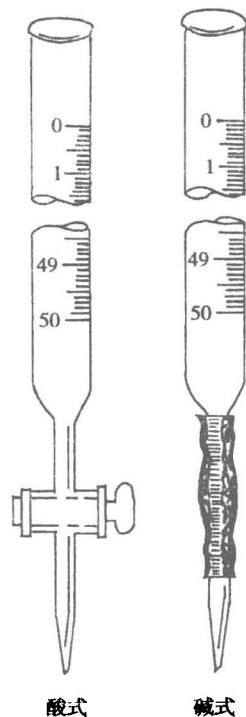


图 1-1 滴定管

架上直立 2 分钟观察有无水滴滴下、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，没有漏水即可使用。

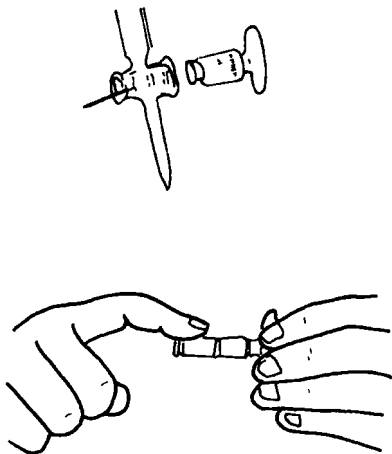


图 1-2 旋塞涂油

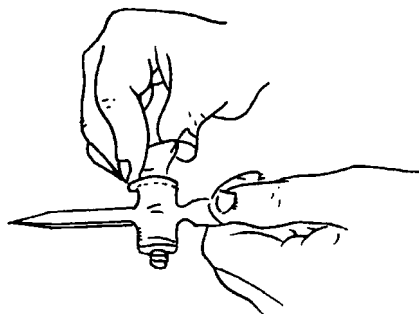


图 1-3 插入旋塞

## (2) 洗涤、装液、排气

1) 洗涤：无明显油污的滴定管，可直接用自来水冲洗，再用滴定管刷刷洗；若有油污则可倒入温热至 40~50℃ 的 5% 铬酸洗液（称取 10g 工业用  $K_2Cr_2O_7$  粉末于烧杯中，加入 30ml 热水溶解，冷却，一面搅拌一面缓缓加入 170ml 工业用浓硫酸，溶液呈暗褐色，贮于玻璃瓶中）10ml，把管子横过来，两手平端滴定管转动直至洗液布满全管。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。注意：用过的洗液仍倒入原贮存瓶中，可继续使用，直至变绿失效，千万不可直接倒入水池。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。对于 50ml 滴定管，每次用 7~8ml，润洗时必须将管倾斜转动，让水润湿整个管内壁，然后由下端管尖放出。碱式滴定管在润洗时，用手指捏玻璃珠上部，使橡皮管与玻璃珠之间形成一条缝隙，让溶液从尖嘴流出。洗净的滴定管内壁应能被水均匀润湿而无条纹，并不挂水珠。

2) 装液：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 7~8ml。洗法是注入溶液后，将滴定管横过来，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它容器。

3) 排气：将标准溶液充满滴定管后，应检查管下部是否有气泡，若有气泡，如为酸式滴定管可转动活塞，使溶液急速下流驱去气泡；如为碱式滴定管，则可将橡皮管向上弯曲，并在稍高于玻璃珠所在处用两手指挤压，使溶液从尖嘴口喷出，气泡即可除尽（图 1-4）。

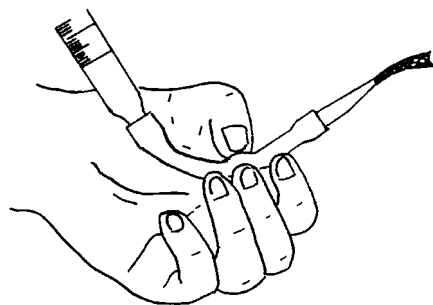


图 1-4 碱式管排除气泡

3. 滴定管的读数 读数时, 应将滴定管垂直地夹在滴定管夹上, 并将管下端悬挂的液滴除去。滴定管内的液面呈弯月形, 无色及浅色溶液的弯月面比较清晰, 读数时, 眼睛视线与溶液弯月面下缘最低点应在同一水平上, 眼睛的位置不同会得出不同的读数(图 1-5); 为了使读数清晰, 亦可在滴定管后面衬一张白纸片作为背景, 形成颜色较深的弯月带, 读取弯月面的下缘, 这样做不受光线的影响, 易于观察。也可在滴定管后面衬黑白色卡片, 该卡是在厚白纸上涂一黑长方形。使用时将读数卡紧贴于滴定管后面, 并使黑色的上边缘位于弯月面最低点约 1mm 处(图 1-6)。深色溶液的弯月面难以看清, 如  $\text{KMnO}_4$  溶液, 可观察液面的上缘(图 1-7)。有些滴定管的背后有一条白底蓝线, 称“蓝带”滴定管, 在这种滴定管中, 液面呈现三角交叉点, 读取交叉点与刻度相交之点即可(图 1-8)。滴定管读数时应估计到 0.01ml。

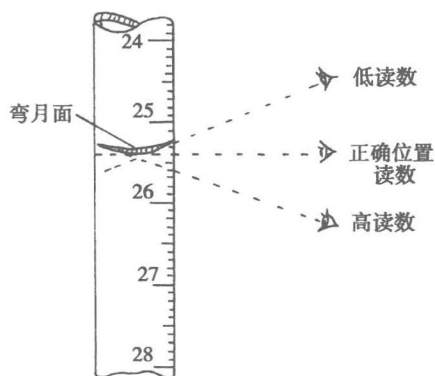


图 1-5 目光在不同位置得到的滴定管读数

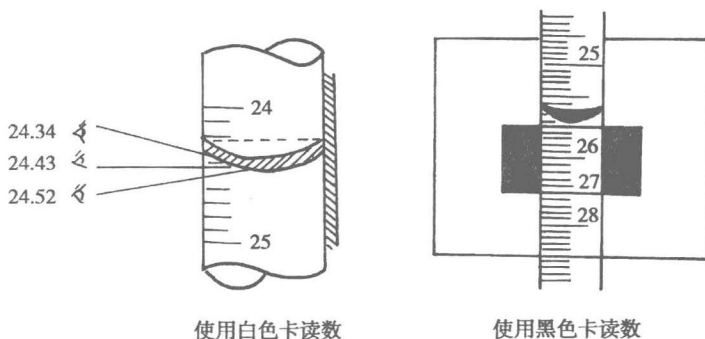


图 1-6 衬托读数

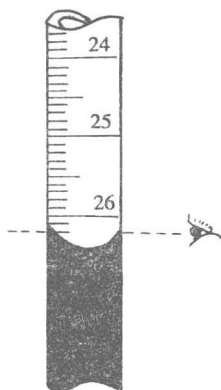


图 1-7 深色溶液的读数

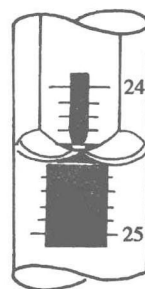


图 1-8 “蓝带”滴定管的读数  
(正确读数是 24.43ml)

由于滴定管刻度不可能非常均匀, 所以在同一实验的每次滴定中, 溶液的体积应该

控制在滴定管刻度的同一部位，例如第一次滴定是在 0~30ml 的部位，那么第二次滴定也应使用这个部位。这样由于刻度不准确而引起的误差可以抵消。注意：滴定时所用操作溶液的体积不能超过滴定管的容量。

4. 滴定操作 使用酸式滴定管时（图 1-9），左手拇指在前，示指及中指在后，一起控制活塞，在转动活塞时，手指微微弯曲，轻轻向里扣住，手心不要顶住活塞小头一端，以免顶出活塞使溶液溅漏。使用碱式滴定管时（图 1-10），用左手的大拇指和示指捏挤玻璃珠所在部位稍上的橡皮管（注意不要捏挤玻璃珠的下部，如捏下部，则放手时管尖就会产生气泡），使之与玻璃珠之间形成一条可控制的缝隙，溶液即可流出。

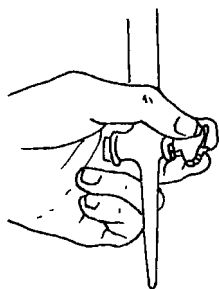


图 1-9 酸式滴定管的拿法

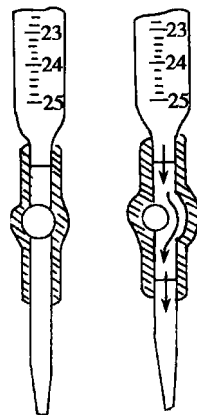


图 1-10 碱式滴定管滴定操作

滴定时，按图 1-11 所示，左手控制溶液流量，右手拿住锥形瓶的瓶颈，并向同一方向作圆周运动旋摇，这样使滴下的溶液能较快地被分散进行化学反应。注意：溶液滴出速度不要太快，约 3~4 滴/秒；旋摇时不要使瓶内溶液溅出。在接近终点时，必须用少量蒸馏水吹洗锥形瓶内壁，将溅起的溶液淋下，充分作用完全；同时，滴定速度要放慢，以防滴定过量，每次加入 1 滴或半滴溶液，不断摇动，直至达终点。滴加 1 滴或半滴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，或用洗瓶直接将悬挂的液滴冲入瓶内。

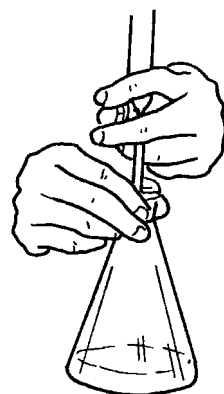


图 1-11 酸滴定管  
滴定操作

在烧杯中滴定时，调节滴定管的高度，使滴定管的下端伸入烧杯内 1cm 左右。滴定管下端应在烧杯中心的左后方处，但不要靠内壁。右手持搅棒在右前方搅拌溶液。在左手滴加溶液的同时，搅拌应作圆周搅动，但不得接触烧杯壁和底（图 1-12）。在加半滴溶液时，用搅棒下端承接悬挂的半滴溶液，放入烧杯中混匀。注意：搅拌只能接触溶液，不要接触滴定管尖。

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。

## (二) 容量瓶

容量瓶(也称量瓶)是一种细颈梨形的平底瓶(图1-13),带有磨口塞或塑料塞。颈上有标线,表示在所示温度下当液体充满到标线时,液体体积恰好与瓶上所注明的体积相等。容量瓶一般用来配制标准溶液或试样溶液,也可用于定量稀释溶液。

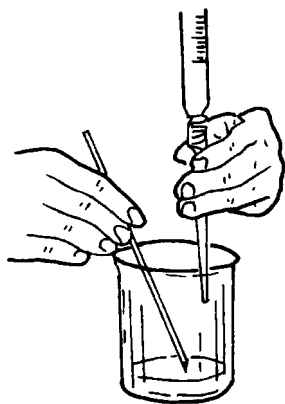


图 1-12 在烧杯中滴定姿势

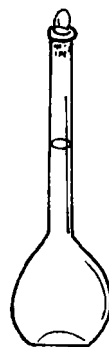


图 1-13 容量瓶

容量瓶在使用前先要检查其是否漏水。检查的方法是:放入自来水至标线附近,盖好瓶塞,瓶口外水珠用布擦拭干净,用左手按住瓶塞,右手手指顶住瓶底边缘,把瓶倒立2分钟,观察瓶周围是否有水渗出,如果不漏,将瓶直立,把瓶塞转动约 $180^\circ$ 后,再倒立过来试一次。检查两次很有必要,因为有时瓶塞与瓶口不是任何位置都密合的。

在配制溶液时,应将容量瓶洗净。若用水冲洗后,如还不洁净,可倒入铬酸洗液摇动或浸泡,也可使用去污粉、洗洁精或肥皂水洗涤。

如用固体物质配制溶液,应先将固体物质在烧杯中溶解,再将溶液转移至容量瓶中。转移时,要使玻璃棒的下端靠近瓶颈内壁,使溶液沿玻璃棒流入瓶中(图1-14),溶液全部流完后,将烧杯轻轻沿玻璃棒上提1~2cm,同时直立,使附着在玻璃棒与杯嘴之间的溶液流回到杯中,然后用蒸馏水洗涤烧杯3次,每次用洗瓶或滴管冲洗杯壁和玻璃棒,按同样方法将洗涤液一并转入容量瓶中。当加入蒸馏水至容量瓶容量的 $\frac{2}{3}$ 时,沿水平方向轻轻摇动容量瓶,使溶液混匀。接近标线时,要慢慢滴加,直至溶液的弯月面与标线相切为止。盖好瓶塞,将

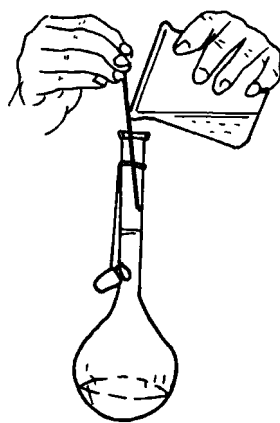


图 1-14 溶液转移入容量瓶

容量瓶倒转,使瓶内气泡上升,并将溶液振荡数次,再倒转过来,使气泡再直升到顶,如此反复数次直至溶液混匀为止(图1-15)。有时,可以把一干净漏斗放在容量瓶上,将已称样品倒入漏斗中(这时大部分已经落入容量瓶中),再用洗瓶吹出少量蒸馏水,将残留在漏斗上的样品完全洗入容量瓶中,冲洗几次后,轻轻提起漏斗,再用洗瓶的水充分冲洗,然后操作如前。

容量瓶不能久贮溶液,尤其是碱性溶液,它会侵蚀瓶塞使其无法打开。所以配制好

溶液后，应将溶液倒入清洁干燥的试剂瓶中贮存。容量瓶不能用火直接加热或烘烤。

容量瓶使用完毕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。

### (三) 移液管

移液管(吸管)用于准确移取一定体积的溶液。通常有两种形状，一种移液管中间有膨大部分，称为胖肚移液管(胖肚吸管)，常用的有5、10、25、50ml等几种；另一种是直形的，管上有分刻度，称为吸量管(刻度吸管)，常用的有1、2、5、10ml等多种(图1-16)。移液管使用前应吸取洗液洗涤。若污染严重则可放在高型玻筒或大量筒内用洗液浸泡。

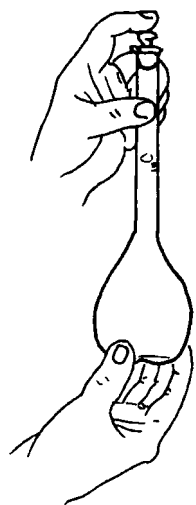


图 1-15 混匀操作

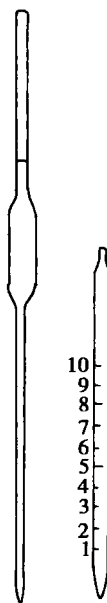


图 1-16 胖肚吸管和刻度吸管

使用时，洗净的移液管要用被吸取的溶液润洗3次，以除去管内残留的水分。为此，可倒少许溶液于一洁净而干燥的小烧杯中，用移液管吸取少量溶液，将管横下转动，使溶液流过管内标线下所有的内壁，然后将管直立使溶液由尖嘴口放出(图1-17)。

吸取溶液时，一般可以用左手拿洗耳球(无洗耳球可用口吸)，右手把移液管插入溶液中吸取。当溶液吸至标线以上时，马上用右手食指按住管口，取出后用滤纸擦干下端，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，将移液管垂直放入接受溶液的容器中，管尖与容器壁接触(图1-18)，

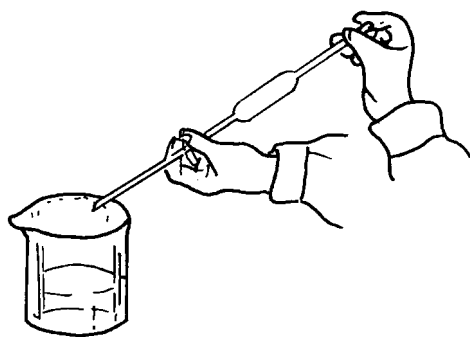


图 1-17 移液管洗涤



放松示指，使溶液自由流出，流完后再等 15 秒钟。残留于管尖的液体不必吹出，因为在校正移液管时，也未把这部分液体体积计算在内。移液管使用后，应立即洗净放在移液管架上。

使用刻度吸管时，一般可将溶液吸至最上刻度处，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。

#### (四) 碘量瓶、称量瓶、试剂瓶

1. 碘量瓶 滴定通常都在锥形瓶中进行，而溴酸钾法、碘量法（滴定碘法）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（图 1-19），喇叭形瓶口与瓶塞柄之间形成一圈水槽，槽中加纯水可形成水封，防止瓶中溶液反应生成的气体（ $\text{Br}_2$ 、 $\text{I}_2$  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，接着进行滴定。

2. 称量瓶 为了防止称量物在称量过程中吸收空气中的水分和二氧化碳而改变其组份，可以将它们放在平底有盖的称量瓶（图 1-20）中来称量。称量瓶口及盖子的边缘是磨砂的。使用前要洗净，烘干，然后再放称量物。

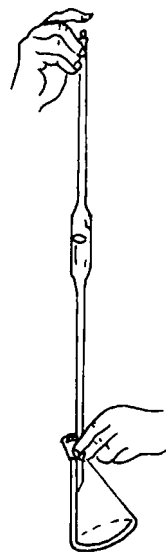


图 1-18 从移液管放出液体

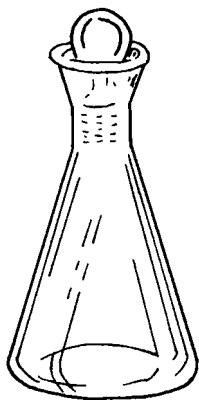


图 1-19 碘量瓶

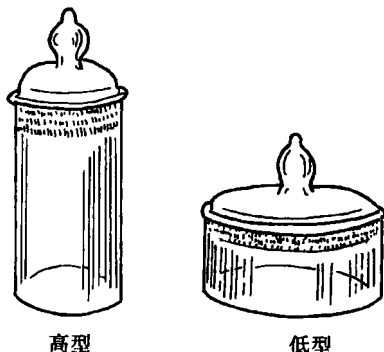


图 1-20 称量瓶

3. 试剂瓶 贮存溶液的试剂瓶一般用带有玻璃塞的细口瓶。有些见光易分解的溶液如  $\text{KMnO}_4$ 、 $\text{AgNO}_3$  等，应保存在棕色试剂瓶中。贮放苛性碱溶液的试剂瓶，应该用橡皮塞，如用玻璃塞则放置时间稍久，就会因玻璃被碱腐蚀而使塞与瓶紧紧地粘在一起无法开启。试剂瓶只能贮存而不能配制溶液，特别是不可用来稀释浓硫酸和溶解苛性碱，否则由于其产生大量的热而将瓶炸裂。应注意，试剂瓶是绝对不能加热的。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，瓶口上倒置一个小烧杯以防灰尘侵入。

#### (五) 干燥器

干燥器（保干器）是进行定量分析时不可缺少的一种器皿，是一种用厚玻璃制成的用于保持物品干燥的器皿（图 1-21），内盛干燥剂，使物品不受外界水分的影响，常用于放置坩埚或称量瓶。干燥器内有一带孔的白磁板，孔上可以架坩埚，其他地方可放