

卫生部规划教材·供高职、高专药学专业用

· 全国高等职业技术教育配套教材 ·

分析化学实验

主 编 谢庆娟 · 副主编 潘国石



人民卫生出版社

全国高等职业技术教育配套教材
供高职、高专药学专业用

分析化学实验

主 编 谢庆娟

副主编 潘国石

编 者 (以姓氏笔画为序)

付春华 (山东省卫生学校)

吕 洁 (辽宁中医学院职业技术学院)

陈宗治 (安徽省安庆卫生学校)

张建平 (重庆市药剂学校)

肖唐慧 (湖北省卫生学校)

吴琼林 (湖南省益阳卫生学校)

沈懋法 (浙江省医学职业技术学院)

谢庆娟 (重庆市药剂学校)

潘国石 (安徽省中医药高等专科学校)

人 民 卫 生 出 版 社

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验/谢庆娟主编. -北京:
人民卫生出版社, 2003.

ISBN 7-117-05443-3

I. 分... II. 谢... III. 分析化学 - 化学实验
IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2003) 第 018638 号

分析化学实验

主 编: 谢庆娟

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](http://www.pmph.com)

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

印 刷: 潮河印业有限公司

经 销: 新华书店

开 本: 787 × 1092 1/16 印张: 7.5

字 数: 167 千字

版 次: 2003 年 4 月第 1 版 2004 年 1 月第 1 版第 2 次印刷

标准书号: ISBN 7-117-05443-3/R · 5444

定 价: 11.00 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)

前言

分析化学是一门实践性很强的学科,实验教学在分析化学教学中占有十分重要的地位。为了加强实验教学,树立培养学生以能力为本位的教育新观念,我们根据卫生部《高等职业技术教育药学专业教学计划和教学大纲》的基本要求,编写了《分析化学实验》与高等职业技术教育药学专业卫生部规划教材之一《分析化学》配套使用。

本书共七章,包括三十九个实验。第一章为分析化学实验基础知识,第二章至第五章为化学分析方法,第六章为仪器分析方法,包括电化学分析法、光谱分析法、色谱分析法等。其中带有“*”号的实验为参观实验或演示实验。第七章为一般分析方案的设计。最后还附有滴定分析基本操作的考核项目及评分细则。以上实验内容,各学校可根据实际情况作适当取舍。

本书的编写顺序是从定性到定量,从经典的化学分析到现代的仪器分析,循序渐进地逐渐展开。在介绍每一种方法时,都同时穿插着几个实验,供学生练习,将理论与实践有机的融为一体,有利于学生能更好地系统掌握知识。最后开设的分析方案设计实验,主要用于检查学生对知识的灵活应用和训练学生查阅资料的能力,为今后专业学习和适应岗位工作打下坚实的基础。在第一章还编写了滴定分析实验报告示例,对报告书写也作了规范化的要求。

本书在选题方面,既注意配合分析化学理论教学的典型性,也充分考虑到实用性。学生通过学习《分析化学实验》,不仅能掌握实验的基本技能,也能学到有关实验的基本知识,这有利于提高学生分析问题和解决问题的能力。

在本书编写过程中,得到了有关院校领导、专家的大力支持,在此表示感谢。

由于我们学术水平和编写时间有限,书中难免有不足之处,敬请专家和读者批评指正。

编 者

2003年1月

目录

第一章 分析化学实验基础知识	1
第一节 实验室工作要求和安全知识	1
一、实验室工作要求	1
二、实验室安全知识	2
三、实验室常见紧急情况的处理	3
第二节 化学试剂	3
一、化学试剂的级别	3
二、化学试剂的选用	3
三、化学试剂的使用和保管	4
第三节 实验数据的记录和实验报告	4
第二章 定性分析	7
第一节 定性分析实验注意事项	7
第二节 半微量定性分析中常用仪器及基本操作	7
一、半微量定性分析常用仪器	7
二、半微量定性分析的基本操作技术	9
实验一 已知阳离子的分别分析	11
实验二 已知混合阳离子分析	12
第三章 分析天平与称量	15
第一节 分析天平的称量方法	15
第二节 分析天平的使用规则	16
一、天平室的规则	16
二、分析天平的使用规则	16
第三节 分析天平常见故障及排除方法	17
实验三 分析天平的性能测定	17
实验四 分析天平的称量练习	19
第四章 重量分析法	22
第一节 重量分析常用仪器	22

第二节 重量分析基本操作	22
一、样品的称取和溶解	23
二、沉淀的制备	23
三、沉淀的过滤和洗涤	23
四、沉淀的干燥和灼烧	25
实验五 重量分析的基本操作与氯化钡中结晶水含量的测定	26
第五章 滴定分析法	29
第一节 滴定分析常用仪器及基本操作	29
一、滴定管	29
二、量瓶	32
三、移液管	32
第二节 滴定分析仪器的校准	33
实验六 滴定分析仪器的基本操作及滴定练习	35
实验七 滴定分析仪器的校准	37
实验八 盐酸滴定液的配制和标定	39
实验九 氢氧化钠滴定液(0.1mol/L)的配制与标定	40
实验十 苯甲酸含量的测定	41
实验十一 混合碱含量的测定(双指示剂法)	42
实验十二 高氯酸滴定液的配制与标定	43
实验十三 枸橼酸钠含量的测定	44
实验十四 硝酸银滴定液的配制与标定	45
实验十五 溴化钾含量的测定	46
实验十六 浓氯化钠注射液含量的测定	48
实验十七 EDTA 滴定液的配制与标定	49
实验十八 水的硬度测定	50
实验十九 硫代硫酸钠滴定液的配制与标定	52
实验二十 硫酸铜样品液含量的测定	54
实验二十一 维生素 C 含量的测定	55
实验二十二 高锰酸钾滴定液的配制与标定	56
实验二十三 H_2O_2 含量的测定	57
第六章 仪器分析	59
第一节 电位法	59
一、pH 计(酸度计)	59
二、pH 标准缓冲溶液的选择及配制方法	60
实验二十四 用 pH 计测定溶液的 pH	60
实验二十五 磷酸的电位滴定	63
实验二十六 亚硝酸钠滴定液(0.1mol/L)的配制与标定	64
实验二十七 磺胺嘧啶的含量测定(永停滴定法)	65
第二节 比色法和分光光度法	67
一、目视比色法	67

二、分光光度法	68
实验二十八 水中微量氨的比色测定(目视比色法)	75
实验二十九 吸收曲线的绘制(可见分光光度法)	76
实验三十 微量铁的含量测定(工作曲线法与标准比较法)	77
实验三十一 维生素 B ₁₂ 注射液的含量测定(吸光系数法 紫外分光光度法)	79
实验三十二* 有机化合物的结构分析(红外分光光度法)	80
第三节 液相色谱法	81
一、柱色谱法基本操作	81
二、薄层色谱法基本操作	82
实验三十三 几种偶氮染料或几种金属离子的吸附柱色谱	85
实验三十四 几种混合磺胺类药物的薄层色谱	87
实验三十五 几种氨基酸的纸色谱	89
第四节 气相色谱法与高效液相色谱法	91
一、102G 型气相色谱仪	91
二、YSB-DZ 型高效液相色谱仪	95
实验三十六 无水乙醇中微量水分的测定(内标法)	96
实验三十七 APC 片剂的含量测定(高效液相色谱)	98
第五节 荧光分析法	100
实验三十八* 洋地黄毒甙含量的测定(荧光分析法)	101
 第七章 样品分析方案的设计	104
实验三十九 拟定已知混合样品测定的分析方案	105
 附录一 国际原子量表(1995)	107
附录二 常用式量表	109
附录三 分析化学实验基本技能考核项目与评分细则	110
附表 3-1 分析天平的称量操作	110
附表 3-2 容量瓶、移液管的使用与定容、移取溶液的操作	110
附表 3-3 滴定管的使用与滴定操作	111

135/13

第一章 分析化学实验基础知识

分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分,是药专业学生的必修课程。通过实验教学,可以加深对分析化学的基础理论知识的理解,训练学生正确、熟练地掌握分析化学实验的基本操作技能,建立“量”的准确概念,提高分析问题和解决问题的能力,培养理论联系实际、实事求是的科学态度和良好的工作作风,为今后的学习和工作奠定坚实的基础。

为了保证实验的顺利进行和获得准确的分析结果,必须了解和掌握有关分析化学的实验基础知识。

第一节 实验室工作要求和安全知识

一、实验室工作要求

实验室工作者应该具有严肃认真的工作态度,科学严谨、精密细致、实事求是的工作作风,整齐、清洁的良好实验习惯。为此应做到:

1. 实验前要作好充分的准备 一次成功的实验,开始于实验前的充分准备。实验前的准备工作包括:认真预习实验教材,明确实验目的、任务,领会实验原理,了解实验操作步骤和注意事项,做到心中有数,才能使实验有条不紊地顺利进行。

2. 养成良好的实验习惯及严谨细致的科学作风 实验的成败和工作效率的高低,同实验者的科学习惯与操作技术水平紧密相关。因此,在实验中应做到:

(1) 清洁整齐、有条不紊:所用的仪器、药品放置要合理、有序,实验台面要清洁、整齐。实验告一段落后要及时整理。实验完毕后所用的仪器、药品、用具等都要放回原处。

(2) 正确操作、细致观察、深入思考:实验中一定要遵守操作规程,认真细致的观察实验现象,遇到问题要深入思考,及时找出原因并采取有效措施解决问题。

(3) 尊重客观事实、认真作好实验记录:实验记录应记在专用的记录本上,记录时要如实反映实验中的客观事实,数据记录应注意及时、真实、齐全、清楚、整洁和规范化。应该用钢笔或圆珠笔记录。如有记错,应在错的数据上划一条斜线,并将正确的数据写在旁边,不得涂改、刀刮或补贴。

(4) 注意卫生:实验前后都应洗手,保持清洁。否则可能沾污仪器、试剂和样品,从而引入实验误差。也可能将有毒物质带出,甚至误入口中而引起中毒。

3. 做好实验结束工作 实验结束后应清洗仪器、整理药品,将仪器、药品放回指定的位置。实验台要擦拭干净,清扫实验室。认真检查水、电、煤气开关,关好门窗。及时认真地完成实验报告。

二、实验室安全知识

在分析化学实验中,经常接触腐蚀性、易燃、有毒的化学试剂,使用水、电、煤气和各种仪器等,如不遵守操作规程或粗心大意,就可能造成中毒、着火、烫伤及仪器设备的损坏等各种事故,给人民的生命安全和国家财产造成损失。因此,必须高度重视实验室的安全工作,严格遵守操作规程。为保证实验人员人身安全和实验工作的正常进行,必须遵守以下实验室安全守则。

1. 实验室内严禁饮食、吸烟 严禁化学药品入口;严禁用实验器皿作餐具使用。实验完后必须认真洗手。

2. 一切试剂、样品均应有标签,绝不能用容器盛装与标签不相符的物质。

3. 浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性,使用时切勿溅在皮肤和衣服上。稀释浓硫酸时,必须在烧杯或耐热容器中进行,且只能将浓硫酸在不断搅拌的同时缓缓加入水中,若温度过高时应冷却降温后再继续加入。配制氢氧化钠等浓溶液时,也必须在耐热容器中溶解。如需将浓酸或浓碱中和则必须先进行稀释。

4. 开启易挥发的试剂(如浓盐酸、浓硝酸、高氯酸、氨水等)时,应在通风的地方进行,开启时瓶口不要对准人。夏天取用浓氨水时,应先将试剂瓶放在自来水中冷却数分钟后再开启。

5. 配制的药品有毒或反应能产生有毒或有腐蚀性气体的药品(如 HCN、NO、CO、SO₂、H₂S、Br₂、HF 等)时,均应在通风橱内进行。使用汞盐、砷化物、氰化物等剧毒药品时,要特别小心,并采取必要的防护措施。氰化物不能接触酸,否则产生剧毒的 HCN 气体。实验残余的毒物应采取适当的方法加以处理,切勿随意丢弃或倒入水槽。

6. 使用易燃的有机试剂(如乙醇、乙醚、苯、丙酮等)时,一定要远离火源,使用完毕后及时将试剂瓶塞严。不能用明火加热易燃溶剂,而应采用水浴或沙浴加热。

7. 试剂瓶的磨口塞粘固打不开时,可将瓶塞在实验台边缘轻轻磕碰,使其松动;或用电吹风稍许加热瓶颈部分使其膨胀;或在粘固的缝隙间加入几滴渗透力强的液体(如乙酸乙酯、煤油、稀盐酸、水等);也可将瓶口放入热水中浸泡。严禁用重物敲击,以防瓶子破裂。

8. 将玻璃棒、玻璃管、温度计插入或拔出胶塞或胶管时,应垫有垫布,且不可强行插入或拔出。切割玻璃管、玻璃棒,装配或拆卸玻璃仪器装置时,要防止造成刺伤。

9. 使用煤气灯时,应先将空气调小后,再点燃火柴,然后开启煤气阀点火并调节好火焰。禁止用火焰在煤气管道上查找漏气处,而应该用肥皂水检查。

10. 使用分析天平、分光光度计、酸度计等精密仪器时,应严格遵守操作规程。仪器使用完毕要切断电源,并将各旋钮恢复到原来位置。罩上外罩。

11. 使用电器设备时,要注意防止触电,不可用湿手或湿物接触电闸和电器开关。凡是漏电的仪器设备都不要使用,以免触电。使用完毕后应及时切断电源。

12. 实验结束离开实验室时,应认真检查水、电、煤气、门、窗是否已关好。

三、实验室常见紧急情况的处理

1. 酸灼烧伤时,立即用大量清水冲洗,然后再用2%碳酸氢钠(或氨、肥皂水)溶液冲洗;碱灼烧伤时,先用清水冲洗,再用2%的硼酸溶液冲洗。最后均用清水冲洗,严重者送医院治疗。

2. 如遇烫伤但未破皮时,可采用大量的自来水冲洗烫伤处,或用饱和的碳酸氢钠溶液涂擦。

3. 如因酒精、苯、乙醚等易燃物引起着火,应立即用沙土或湿布等扑灭,如火势较大,可用灭火器扑灭。如火源危及通电路,应首先切断电源再灭火。

4. 如遇触电,应首先切断电源,再将伤员送往医院抢救。

第二节 化学试剂

化学试剂有一定的级别和规格,不同级别和规格的化学试剂,纯度不同,用途各异。化学试剂的纯度对分析结果准确度的影响很大,不同的分析工作对试剂纯度的要求也不同。因此,必须了解化学试剂的性质、类别、用途等方面的知识,以便合理选择、正确使用、妥善管理。

一、化学试剂的级别

化学试剂的级别是以其中所含杂质多少来划分的,一般可分为四个等级。其级别和适用范围如表1-1所示。

表1-1 化学试剂的等级标志及适用范围

等级	中文标志	符号	标签颜色	适用范围
一级品	优级纯 保证试剂	G · R	绿色	纯度很高,适用于精密分析工作和科研工作
二级品	分析纯 分析试剂	A · R	红色	纯度较高,适用于一般的分析工作和科研工作
三级品	化学纯	C · P	蓝色	纯度较低,适用于一般化学试验
四级品	化学用 实验试剂	L · R	棕色	纯度低,适用于作实验辅助试剂

此外,还有基准试剂、光谱纯试剂、色谱纯试剂等。基准试剂的纯度相当于或高于优级纯试剂,主要用作滴定分析中的基准物,也可用于直接配制滴定液。光谱纯试剂的杂质低于光谱分析法的检测限,主要用于光谱分析中的标准物质。色谱纯试剂的杂质低于色谱分析法的检测限,主要用于色谱分析中的标准物质。

二、化学试剂的选用

化学试剂的纯度越高,价格越贵。因此,应根据分析任务、分析方法和对分析结果准确度的要求等,选用不同等级的化学试剂,既不超级别而造成不必要的浪费,也不随意降级别而影响分析结果的准确度。例如,滴定分析中常用的滴定液,一般应

选用分析纯试剂配制,再用基准试剂进行标定。在某些情况下(例如对分析结果要求不很高的实验)也可用优级纯或分析纯试剂代替基准试剂。滴定分析所用的其他试剂一般为分析纯试剂。

三、化学试剂的使用和保管

化学试剂使用不当或保管不善,极易发生变质或被污染,将会影响分析结果的准确度甚至造成实验的失败。因此,必须按要求使用和保管化学试剂。

1. 使用试剂前要认清标签,取用时不可将瓶盖随意乱放,应将瓶盖反放在干净的地方,取用后应立即盖好,以防试剂被其他物质沾污。

2. 固体试剂应用洁净干燥的牛角勺取用,液体试剂应用干净的量筒或烧杯倒取,倒取时标签朝上。多余的试剂不准放回原试剂瓶中,以防污染试剂。

3. 易氧化的试剂(如氯化亚锡、亚铁盐等)、易风化或潮解的试剂(如 AlCl_3 、 NaOH 等),使用后应重新用石蜡密封瓶口;易受光分解的试剂(如 KMnO_4 、 AgNO_3 等),应保存在暗处;易受热分解的试剂和易挥发的试剂应保存在阴凉处。

4. 受光、热、空气、水或撞击等外界因素的影响,可能引起燃烧、爆炸的(如金属钠、乙醇等)试剂,或具有强腐蚀性(浓 H_2SO_4 等)、剧毒性的试剂(如 NaCN 、 As_2O_3 、 HgCl_2 等)必须安全使用,妥善保管。

第三节 实验数据的记录和实验报告

在分析化学实验中,为了得到准确的测量结果,不仅要准确地测量各种数据,而且还要正确的记录和计算。实验结果不仅表示试样中待测组份的含量多少,而且还反映测定结果的准确程度。因此,及时地记录实验数据和实验现象,正确认真地写出实验报告,是分析化学实验中很重要的一项任务,也是分析工作者应具备的基本能力。为此,应注意以下问题:

1. 实验数据的记录 实验数据的记录应注意以下几点:①使用专门的实验记录本,其篇页都应编号,不得撕去任何一页。严禁将数据记录在小纸片上或随意记录在其他地方。②实验数据的记录必须做到及时、准确、清楚。坚持实事求是的科学态度。严禁随意拼凑和伪造数据。③实验记录上的每一个数据都是测量的结果,应检查记录的数据与测定结果是否完全相同。④记录数据时,一切数据的准确度都应做到与分析的准确度相适应(即注意有效数字的位数)。⑤记录内容力求简明,如能用列表法记录的则尽可能采用列表法记录。可参照“实验记录示例”所示。⑥当数据记录有误时,应将数据用一横线划去,并在其上方写上正确的数字。

2. 实验报告 实验完毕后,对实验数据及时地进行整理、计算和分析,认真写出实验报告(使用专门的实验报告本或报告纸)。分析化学的实验报告一般包括以下内容:①实验名称和实验日期;②实验目的;③实验方法提要:用文字或化学反应式简要说明;④实验步骤:简要描述实验过程(用文字或箭头流程图表示);⑤实验数据记录与计算。⑥问题与讨论:对实验中出现的现象与问题,应加以分析和讨论,总结经验教训,以提高分析问题和解决问题的能力。

附 实验记录示例

示例 1 滴定液的标定

编 号		1	2	3
项 目				
基准物质 称量记录 $m(\text{g})$	m_i			
	m_{i+1}			
	m			
滴定记录 $V(\text{ml})$	$V_{\text{终}}$			
	$V_{\text{初}}$			
	$V_{\text{消}}$			
浓度 (mol/L)	c_1			
	c_2			
	c_3			
	$\bar{c}$			
精密度	d	$d_1 =$	$d_2 =$	$d_3 =$
	$\bar{d}$			
	$R\bar{d}$			

注:此表适用于用多次称量法标定滴定液

示例 2 滴定液的标定

称量记录(g)		m_1	
		m_2	
		m	
稀释体积(ml)			
测定份数		1	2
溶液的体积(ml)			
滴定记录	$V_{\text{终}}$		
	$V_{\text{初}}$		
	$V_{\text{消}}$		
浓度 (mol/L)	c_1		
	c_2		
	c_3		
	$\bar{c}$		
精密度	d	$d_1 =$	$d_2 =$
	$\bar{d}$		$d_3 =$
	$R\bar{d}$		

注:此表适用于用移液管法标定滴定液或测定样品的含量

示例 3 固体试样的含量测定

编 号 项 目		1	2	3
称量记录 $m(\text{g})$	m_i			
	m_{i+1}			
	m			
滴定记录 $V(\text{ml})$	$V_{\text{终}}$			
	$V_{\text{初}}$			
	$V_{\text{消}}$			
含量百分比 (g/g)	$A_1\%$			
	$A_2\%$			
	$A_3\%$			
	$\bar{A}\%$			
精密度	d	$d_1 =$	$d_2 =$	$d_3 =$
	$\bar{d}$			
	$R\bar{d}$			

此表适用于用减重法称出多份样品,用滴定液滴定,计算样品的含量百分比。

示例 4 液体试样的含量测定

编 号 项 目		1	2	3
试样取量 $V(\text{ml})$	V			
滴定记录 $V(\text{ml})$	$V_{\text{终}}$			
	$V_{\text{初}}$			
	$V_{\text{消}}$			
含量百分比 (g/ml)	$A_1\%$			
	$A_2\%$			
	$A_3\%$			
	$\bar{A}\%$			
精密度	d	$d_1 =$	$d_2 =$	$d_3 =$
	$\bar{d}$			
	$R\bar{d}$			

注:用比较法标定滴定液的浓度时也可用实验记录示例 4

(谢庆娟)

第二章 定性分析

第一节 定性分析实验注意事项

定性分析实验的目的主要是使学生掌握半微量分析的操作技术,养成严格、实事求是的科学态度,加深对理论知识的理解、验证。提高观察、分析和解决问题的能力。因此,对定性分析实验中有关注意事项提出以下要求:

1. 实验前充分预习实验内容 一次成功的实验,实验前的充分准备至关重要。所以要求学生在实验前,一定要认真阅读相关实验教材,预测实验中应发生的现象,做到“胸中有数”。明确该实验的目的任务、实验原理、操作的主要步骤和方法。

2. 实验过程中 应培养学生实事求是的科学态度,努力学习掌握实验的技能技巧,注重操作技能的培养和提高。要求做到:

(1) 清洁整齐、有条不紊:半微量定性分析的鉴定反应一般很灵敏,所要求使用的仪器、工具必须清洁,否则无意混入的杂质使实验现象难以解释。定性分析手续繁多,要求具备有条不紊的工作程序,对每一份溶液、每一份沉淀,都要加以标记,有一定的存放次序。用过的离心管,滴管等要同干净的仪器严格分开。各种试剂的取用,要记清名称,以便正确的将滴管等归还原位,避免张冠李戴,使试剂污染或失效,导致实验失败或得出错误的结论。

(2) 仔细观察、深入思考:仔细的观察是掌握和积累知识的重要环节。例如,同样是白色沉淀的 AgCl 、 BaSO_4 、 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 的颗粒、晶型却各有区别,只有通过仔细的观察才可能得到明确、深刻的印象。

若所观察到的现象和教科书上的记载不相同,不应简单地照着书上写的去订正自己的记录,而应该运用所学的有关知识去弄清原因。

(3) 尊重客观事实:用记录本如实地、认真地做好实验记录。不准用零散纸页作记录。要尊重客观事实,如实地反映实验中的现象,不能弄虚作假。

3. 及时送交实验报告 根据实验的原始记录,以科学的态度填写好实验报告。实验报告要求内容完整、正确、字面清晰、简明扼要。

第二节 半微量定性分析中常用仪器及基本操作

一、半微量定性分析常用仪器

1. 离心试管 通常使用容量约为 5ml,底部成锥形的离心管,见图 2-1。底部成锥形是为了便于沉淀的离心沉降,易于辨认少量沉淀的生成和观察沉淀颜色。有的离心管壁附有体积刻度,称为刻度离心管,常用于调节溶液的酸度,以示溶液体积。离心管应放在离心管架上。

2. 搅拌棒 为搅拌反应溶液及蘸取试液用,它的长度应比离心试管稍长一些,如图 2-2 所示。

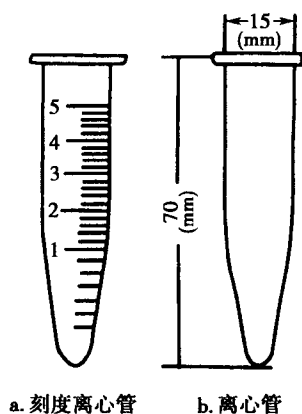


图 2-1 离心试管

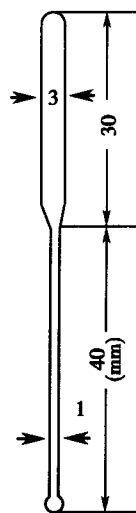


图 2-2 搅拌棒

3. 滴管 用于移取溶液、洗涤沉淀或滴加试剂等。滴管的尖端细而长,其上端附有橡皮头。标准滴管一般 20 滴为 1ml。毛细滴管一般 50 滴为 1ml。

4. 点滴板 是带有凹形穴的黑色或白色瓷板。白色瓷板用于观察生成有色沉淀或溶液颜色的改变;黑色瓷板用于观察白色沉淀的生成,其形状见图 2-3。

5. 气室 在定性分析中常用两块大小稍有不同干燥表面皿扣在一起组成气室,见图 2-4。在气室上面的表面皿上放置一小片待鉴定气体的试纸或涂有一小块试剂;试液放在下面的表面皿中;试液加入试剂后立即将上面的表面皿盖好,必要时可在水浴上加热或放置片刻,移走上方的表面皿,观察试纸和试剂所发生的变化,以鉴定反应中所生成气体的成分。

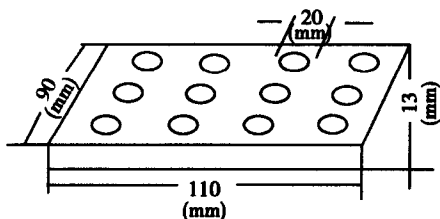


图 2-3 点滴板

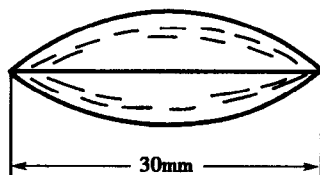
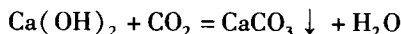


图 2-4 气室

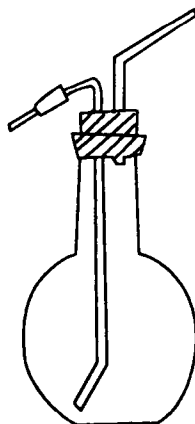
6. 验气装置 装置见图 2-5,在 5ml 离心试管上装一软木塞,塞中插入一玻璃棒或一滴管,玻璃棒或滴管尖端悬一滴试剂,离心管内盛有试液,加适当试剂于试液中后,立即塞上软木塞,使生成的气体与玻璃棒顶端上的试剂作用,生成混浊或有色化合物溶液以鉴定反应中所产生的气体。例如检验 CO_2 气体,可在玻璃棒尖端悬一滴 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 溶液,有 CO_2 气体生成,则尖端上的这一滴溶液变浑浊。反应如下:



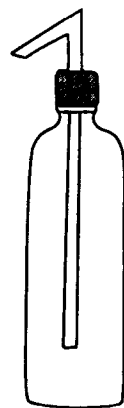
7. 洗瓶 洗瓶常用来装纯化水,用其冲洗所用仪器,有玻璃和塑料的两种。使用塑料洗瓶时,稍用力挤压瓶身,即可将水压出,使用玻璃洗瓶,一般用洗耳球将水吹出,见图2-6。



图 2-5 验气装置



a. 玻璃洗瓶



b. 塑料洗瓶

图 2-6 洗瓶

8. 离心机 用于沉淀与溶液分离的仪器,如图2-7所示。

二、半微量定性分析的基本操作技术

1. 仪器的洗涤 为了使分析结果准确可靠,实验仪器须保持洁净。玻璃仪器如离心管应先用自来水冲洗后用刷子蘸取肥皂水刷洗,再用自来水冲洗,最后用少量纯化水润洗2~3次。如上述方法洗不干净或不能刷洗的仪器需用铬酸洗液浸泡一段时间,然后用自来水及纯化水洗净。

2. 滴加试剂 滴加试剂时,应注意滴管垂直,不可斜放,更不可倒置;滴管的尖端不可以触及离心管或其他容器的内壁或试液,以免沾污。

3. 试验溶液的酸碱性 定性分析中常要先试验溶液的酸碱性,试验前应先将溶液用细玻璃棒充分搅匀,然后用玻璃棒尖端蘸取少许溶液,滴至在已准备好的表面皿或点滴板上的pH试纸上,观察试纸颜色的改变,以了解溶液的酸碱性。

4. 沉淀 半微量定性分析的沉淀反应,常用以下几种方法进行。

(1) 在离心管中进行沉淀:先在管内放几滴试液,然后用滴管慢慢地加入一定量试剂,每加一滴试剂需用玻璃棒小心搅匀,使沉淀的结晶成长缓慢,以获得粗大的晶形沉淀,便于和溶液分离。如沉淀为胶体状,可在水浴上加热数分钟,或加入适当电解质。

检查沉淀是否完全的方法是:将反应混合物离心沉降,在上清液中小心滴加试剂1滴,如仍有沉淀生成,则表示沉淀尚未完全。这时,须再加入数滴试剂搅拌,必要时加热,直到沉淀完全。

(2) 在点滴板上进行沉淀:取试液1滴于点滴板凹穴之中。滴加试液1滴,用玻璃棒

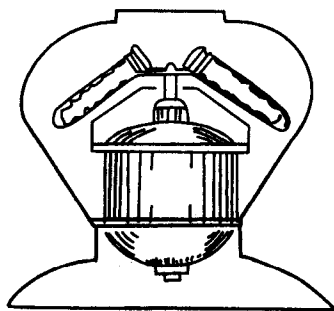


图 2-7 电动离心机

拌,即产生沉淀。必要时可在邻近的凹穴中做空白试验或对照实验。

(3)在载玻片上进行沉淀:在玻璃片的一端处,放试液1滴,在相距2~3cm处再放试剂1滴,然后用细玻璃棒将两液沟通,或将玻片倾斜,使试剂缓缓流入试液中,二者接触后,就可看到沉淀的析出,或在显微镜下观察沉淀的结晶形状等。

5. 沉淀和溶液的分离 在半微量分析中,常用离心沉淀法来分离沉淀和溶液。这是利用离心力将沉淀微粒迅速下沉到离心管底部,使溶液完全澄清的方法。使用离心机一定要使离心机两端平衡,如将一支离心管装在套管中,一定要在其对面的套管中放一支同样大小,内装体积相同的水的离心管,保持平衡。否则旋转时发生振动,易损坏离心机。启动和停止离心机转动时,速度应由小逐渐增大,或从大逐渐减小。

离心沉降持续1~2分钟即可,取出离心管用毛细滴管将溶液转移到另一容器。离心管只剩下沉淀。离心液的转移操作见图2-8。离心液也可用倾泻法转移。

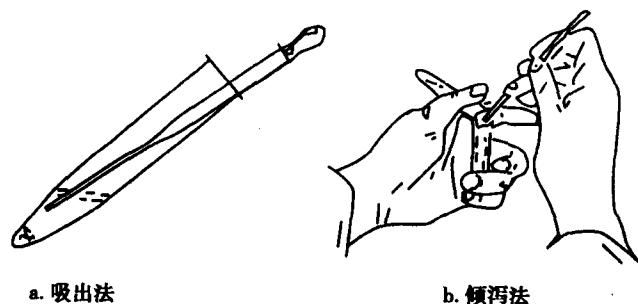


图2-8 离心液的转移

6. 沉淀的洗涤 在分出溶液后的沉淀上加适量纯化水(或其他洗涤液),用玻璃棒仔细搅拌以增强洗涤效果,然后离心分离,用滴管将洗涤液吸出弃去。一般洗涤2~3次即可。

7. 沉淀的转移和溶解 离心管中的沉淀,如要移至另一容器中或作另用,可先加入几滴纯化水,将滴管伸进混合液中,压缩橡皮头,借挤出的空气搅动沉淀使之悬浮于溶液中,再将混浊液吸出即可。

若要溶解沉淀,可缓缓加入适当的溶剂搅拌,必要时置水浴上加热,以促进溶解。

8. 加热 定性反应如需加热,绝不能用离心管直火加热。因离心管不耐高温,而且易使溶液溅出或烧干,加热应在热水浴中进行。如果需要,可将离心管中的溶液移至磁坩埚中,放在石棉网上小心地用直火加热。

9. 纸上点滴反应 纸上点滴反应在近代定性分析方法中应用很广,因为纸的细小纤维所构成的无数小毛细管具有很大的表面,能强烈地吸附溶质,使溶液浓度显著增高,因而提高了反应的灵敏性。其次液体在纸上也可因纸的毛细管作用而扩散,不同的离子具有不同的扩散速度,因而可以分离干扰离子,提高反应的选择性。

操作方法如下:选质地较厚而又疏松的滤纸,大小约2cm×2cm。将浸有试液的毛细管直立于纸的中央,

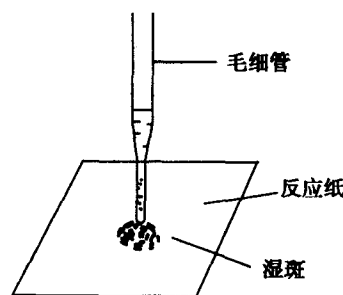


图2-9 纸上点滴反应