



国家卫生和计划生育委员会“十二五”规划教材

全国高等医药教材建设研究会“十二五”规划教材

全国高等学校教材
供卫生检验与检疫专业用

分析化学实验

第2版

主 编 张加玲
副主编 邵丽华 高 红 曾红燕



人民卫生出版社



国家卫生和计划生育委员会“十二五”规划教材

全国高等医药教材建设研究会“十二五”规划教材

全国高等学校教材

供卫生检验与检疫专业用

分析化学实验

第2版

主 编 张加玲

副主编 邵丽华 高 红 曾红燕

编 委 (以姓氏笔画为序)

于军晖(南华大学)

马 莉(河北医科大学)

刘 敏(华中科技大学)

李晨旭(吉林大学)

邹志辉(广东药学院)

张加玲(山西医科大学)

秘 书 阎小青(山西医科大学)

邵丽华(山东大学)

赵鸿雁(南京医科大学)

高 红(成都中医药大学)

曾红燕(四川大学)

魏美燕(广东医学院)

人民卫生出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/张加玲主编.—2版.—北京:人民卫生出版社,2014

ISBN 978-7-117-20036-3

I. ①分… II. ①张… III. ①分析化学-化学实验-医学院校-教材 IV. ①0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 273532 号

人卫社官网	www.pmph.com	出版物查询, 在线购书
人卫医学网	www.ipmph.com	医学考试辅导, 医学数据库服务, 医学教育资源, 大众健康资讯

版权所有, 侵权必究!

分析化学实验

第 2 版

主 编: 张加玲

出版发行: 人民卫生出版社(中继线 010-59780011)

地 址: 北京市朝阳区潘家园南里 19 号

邮 编: 100021

E-mail: pmph@pmph.com

购书热线: 010-59787592 010-59787584 010-65264830

印 刷: 潮河印业有限公司

经 销: 新华书店

开 本: 787×1092 1/16 印张: 8

字 数: 200 千字

版 次: 2006 年 5 月第 1 版 2015 年 1 月第 2 版

2015 年 1 月第 2 版第 1 次印刷(总第 5 次印刷)

标准书号: ISBN 978-7-117-20036-3/R·20037

定 价: 17.00 元

打击盗版举报电话: 010-59787491 E-mail: WQ@pmph.com

(凡属印装质量问题请与本社市场营销中心联系退换)

全国高等学校卫生检验与检疫专业 第2轮规划教材出版说明

为了进一步促进卫生检验与检疫专业的人才培养和学科建设,以适应我国公共卫生建设和公共卫生人才培养的需要,全国高等医药教材建设研究会于2013年开始启动卫生检验与检疫专业教材的第2版编写工作。

2012年,教育部新专业目录规定卫生检验与检疫专业独立设置,标志着该专业的发展进入了一个崭新阶段。第2版卫生检验与检疫专业教材由国内近20所开办该专业的医药卫生院校的一线专家参加编写。本套教材在以卫生检验与检疫专业(四年制,理学学位)本科生为读者的基础上,立足于本专业的培养目标和需求,把握教材内容的广度与深度,既考虑到知识的传承和衔接,又根据实际情况在上一版的基础上加入最新进展,增加新的科目,体现了“三基、五性、三特定”的教材编写基本原则,符合国家“十二五”规划对于卫生检验与检疫人才的要求,不仅注重理论知识的学习,更注重培养学生的独立思考能力、创新能力和实践能力,有助于学生认识并解决学习和工作中的实际问题。

该套教材共18种,其中修订12种(更名3种:卫生检疫学、临床检验学基础、实验室安全与管理),新增6种(仪器分析、仪器分析实验、卫生检验检疫实验教程:卫生理化检验分册/卫生微生物检验分册、化妆品检验与安全性评价、分析化学学习指导与习题集),全套教材于2015年春季出版。

第2届全国高等学校卫生检验与检疫专业 规划教材评审委员会

主任委员：裴晓方（四川大学）

副主任委员：和彦苓（包头医学院）
康维钧（河北医科大学）
吕昌银（南华大学）

委员（排名不分先后）：

孙成均（四川大学）
毋福海（广东药学院）
陈廷（济宁医学院）
孙长颢（哈尔滨医科大学）
邱景富（重庆医科大学）
姚余有（安徽医科大学）
吕斌（华中科技大学）
陆家海（中山大学）
张加玲（山西医科大学）
李磊（南京医科大学）
李娟（吉林大学）
高希宝（山东大学）
罗萍（成都中医药大学）
程祥磊（南昌大学）
左云飞（大连医科大学）
周华芳（贵阳医学院）
张凯（济宁医学院）
贾天军（河北北方学院）
梅勇（武汉科技大学）
江新泉（泰山医学院）
于学杰（山东大学）
许文波（中国疾病预防控制中心）
杨大进（中国疾病预防控制中心）

秘书：汪川（四川大学）

全国高等学校卫生检验与检疫专业 第2轮规划教材目录

- | | | | |
|----------------|---|------------------------------|---|
| 1. 分析化学(第2版) | 主 编 毋福海
副主编 赵云斌
副主编 周 彤
副主编 李华斌 | 10. 免疫学检验(第2版) | 主 编 徐顺清
主 编 刘衡川
副主编 司传平
副主编 刘 辉
副主编 徐军发 |
| 2. 分析化学实验(第2版) | 主 编 张加玲
副主编 邵丽华
副主编 高 红
副主编 曾红燕 | 11. 临床检验基础(第2版) | 主 编 赵建宏
主 编 贾天军
副主编 江新泉
副主编 胥文春 |
| 3. 仪器分析 | 主 编 李 磊
主 编 高希宝
副主编 许 茜
副主编 杨冰仪
副主编 贺志安 | 12. 实验室安全与管理(第2版) | 主 编 和彦苓
副主编 许 欣
副主编 刘晓莉
副主编 李士军 |
| 4. 仪器分析实验 | 主 编 黄佩力
副主编 张海燕
副主编 茅 力 | 13. 生物材料检验(第2版) | 主 编 孙成均
副主编 张 凯
副主编 黄丽玫
副主编 闫慧芳 |
| 5. 食品理化检验(第2版) | 主 编 黎源倩
主 编 叶蔚云
副主编 吴少雄
副主编 石红梅
副主编 代兴碧 | 14. 卫生检疫学(第2版) | 主 编 吕 斌
主 编 张际文
副主编 石长华
副主编 殷建忠 |
| 6. 水质理化检验(第2版) | 主 编 康维钧
主 编 张翼翔
副主编 潘洪志
副主编 陈云生 | 15. 卫生检验检疫实验教程:
卫生理化检验分册 | 主 编 高 蓉
副主编 徐向东
副主编 邹晓莉 |
| 7. 空气理化检验(第2版) | 主 编 吕昌银
副主编 李 珊
副主编 刘 萍
副主编 王素华 | 16. 卫生检验检疫实验教程:
卫生微生物检验分册 | 主 编 张玉安
副主编 汪 川
副主编 程东庆
副主编 陈丽丽 |
| 8. 病毒学检验(第2版) | 主 编 裴晓方
主 编 于学杰
副主编 陆家海
副主编 陈 廷
副主编 曲章义 | 17. 化妆品检验与安全性
评价 | 主 编 李 娟
副主编 李发胜
副主编 何秋星
副主编 张宏伟 |
| 9. 细菌学检验(第2版) | 主 编 唐 非
主 编 黄升海
副主编 宋艳艳
副主编 罗 红 | 18. 分析化学学习指导与习
题集 | 主 编 赵云斌
副主编 白 研 |

前 言

本教材是全国高等学校“卫生检验与检疫”专业(四年制)国家卫生和计划生育委员会规划教材之一。在第1版的《分析化学实验》教材中,包含化学分析实验和仪器分析实验两大部分,全国高等学校卫生检验与检疫专业第二轮教材修订编审委员会确定,将化学分析实验部分作为一本独立教材出版,目的是更加注重学生对分析化学基本实验操作技能的掌握,为后续各种检验分析技术的学习打下良好基础。

分析化学是一门实践性很强的学科,实验课在教学中占有十分重要的位置。《分析化学实验》在促进学生理解理论知识的同时,更着重于培养学生的基本实验操作技能。通过本课程的教学,使学生掌握定量分析的基本实验方法,掌握分析测定中的误差来源及其表征,让学生建立起严格的“量”的概念。

本书内容主要包括分析化学基本实验常识和化学分析实验的基本操作,如各种玻璃仪器的规格、用途及使用注意事项、分析天平正确选用、容量器皿的校正、滴定分析基本操作、重量分析基本操作等。实验项目均与理论课密切配合,同时选取生活中有实际检测意义的试样作为分析实验内容,以增加学生的兴趣和好奇心。为使学生能更好地将理论与实验相结合,本教材还在每一章开始对与本章实验相关的理论作一概括总结。最后一章的设计性实验,可锻炼学生独立思考、综合运用所学知识分析问题、解决问题的能力。为提高本教材的实用性和使用率,各部分都提供了多个可选择的实验内容,供不同院校根据其实验条件和课时合理选用。

本教材在编写过程中,得到四川大学、广东药学院、南京医科大学、山东大学等院校的大力支持,得到山西医科大学卫生检验同仁的帮助,在此一并表示诚挚的谢意。

本教材可供卫生检验、医学检验及药学专业本科生使用,并可供从事卫生检验、医学检验、环境监测和药物分析等理化检验的工作人员参考。

由于编者水平有限,书中难免有疏漏甚至错误,恳请读者批评指正。

张加玲

2014年10月

目 录

实验室规则	1
实验室安全守则	2
第一章 分析化学实验基本知识	4
第一节 常用玻璃仪器简介	4
第二节 玻璃仪器的基本操作	7
第三节 玻璃仪器的洗涤及干燥	16
第四节 化学试剂的规格、贮存及使用	19
第五节 实验用水及其检测	21
第六节 电子天平	22
第七节 实验数据的记录及其模板	27
第八节 实验报告的撰写及其模板	28
第二章 分析化学基本操作练习	32
实验一 电子天平称量练习	32
实验二 容量仪器的校准练习	34
实验三 滴定操作练习	37
第三章 酸碱滴定法	40
实验一 盐酸标准溶液的配制和标定	40
实验二 氢氧化钠标准溶液的配制与标定	42
实验三 混合碱的测定(双指示剂法)	43
实验四 间接滴定法测定铵盐中氮含量	45
实验五 硼砂中 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 的含量测定	47
实验六 苯甲酸含量的测定	48
第四章 配位滴定法	49
实验一 EDTA 标准溶液的配制与标定	49
实验二 配位滴定法测定水的总硬度	52
实验三 混合液中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 含量的分别测定	54
实验四 混合溶液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 含量的连续滴定	56
实验五 返滴定法测定溶液中铝的含量	57
第五章 氧化还原滴定法	59
实验一 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	59



实验二	硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定(间接碘量法)	61
实验三	碘标准溶液的配制和标定	63
实验四	过氧化氢的测定(高锰酸钾法)	64
实验五	硫酸铜中铜含量的测定	65
实验六	硫酸亚铁铵含量的测定	66
实验七	维生素 C 含量的测定(直接碘量法)	67
实验八	葡萄糖含量的测定	69
第六章	沉淀滴定法	71
实验一	硝酸银标准溶液的配制与标定(莫尔法)	71
实验二	硝酸银标准溶液的配制与标定(法扬司法)	72
实验三	味精中氯化钠含量的测定(莫尔法)	74
实验四	生理盐水中氯离子含量的测定	75
第七章	重量分析法	77
实验一	氯化钡中钡离子含量的测定	77
实验二	硫酸铜中结晶水含量的测定	79
第八章	设计性实验	81
附录		84
附录一	元素相对原子质量表(2011年)	84
附录二	常用化合物相对分子质量表	86
附录三	常用酸和碱的密度、浓度及配制方法	89
附录四	常用基准物质的干燥及应用	90
附录五	常用缓冲溶液及其配制	91
附录六	常用指示剂的配制	94
附录七	酸和碱解离常数	100
附录八	难溶化合物溶度积常数(25℃, I=0)	104
附录九	配合物稳定常数	105
附录十	EDTA 的酸效应系数 $\lg\alpha_{Y(H)}$	113
附录十一	EDTA 滴定中掩蔽剂应用实例表	114
附录十二	分析化学文献简介	116
附录十三	常用的分析化学实验手册	118
参考文献		119

实验室规则

1. 实验前必须认真预习,明确实验目的、实验原理,了解实验方法、操作步骤以及注意事项,做到心中有数,有计划地进行实验。
2. 进入实验室必须穿实验服,长发要求扎起,按照指定位置入座。不高声喧哗,不玩弄电子产品。未经教师许可,不得动用仪器、试剂。
3. 认真听老师讲解实验内容。实验中严格按规范操作,仔细观察,积极思考,及时、如实地记录实验现象和数据。
4. 实验前首先清点实验仪器和试剂,如有缺少、损坏应立即报告老师。
5. 操作精密仪器时,必须严格按照操作规程使用。如发现异常,立即停止并报告老师。
6. 保持实验台面的整洁。不得将废纸、破损玻璃仪器、火柴梗、线绳等杂物扔入水槽,以免堵塞。
7. 实验后须将所用仪器洗净,整齐地放回原处。在实验老师检查后,方可离开实验室。如有损坏,必须及时登记补领。凡不按规程操作造成损坏的,由当事人酌情赔偿。
8. 轮流值日的同学,负责打扫和整理实验室,关好水、电、门窗。教师和实验教学管理人员应分别做好实验登记工作。
9. 爱护国家财产,正确使用仪器和设备,节约水、电和试剂。实验仪器和材料不得带出实验室。
10. 实验课结束后,根据原始记录,联系理论知识,认真处理数据,分析讨论问题,按要求写出实验报告,按时交指导老师批阅。

(高 红)

实验室安全守则

分析化学实验中会用到易燃、易爆、有腐蚀性和有毒性的化学试剂,还会用到各种电器及加热设备,如马弗炉、电炉、电热板等,都具有一定的危险性。因此,必须要有安全意识,在思想上重视。实验前要充分了解有关安全注意事项,实验过程中严格遵守操作规程,并熟悉事故发生时应采取的应急措施,以使事故造成的危险和损害降到最低。要避免化学药品中毒、操作过程中的烫伤、腐蚀、割伤,以及易燃、易爆化学品发生的火灾及爆炸事故。要严格遵守以下守则:

一、安全守则

1. 实验室内严禁饮食、吸烟,禁止用实验容器代替餐具和水杯使用,一切化学药品严禁入口。
2. 使用易燃(如乙醚、乙醇、苯、丙酮等)、易爆等有机试剂,或实验过程中能产生刺激性、有毒有害气体(如 Cl_2 、 Br_2 、 HF 、 H_2S 、 SO_2 、 NO_2 、 CO 等)时,都应在通风橱内进行,并远离明火。嗅闻气体时,不能直接对着瓶口或试管口。
3. 使用具有强烈的腐蚀性的强酸、强碱和洗液时,要小心操作,切勿溅在眼睛、皮肤以及衣服上。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢倒入水中并不断搅拌,切勿将水倒入浓硫酸中。如发现温度过高时,应降温冷却后再继续稀释。
4. 使用有毒化学试剂,如重铬酸钾、钡盐、铅盐、汞、砷的化合物、特别是氰化物时,要特别小心,不能随意倒入下水槽,应按要求倒入指定容器内,以防污染环境。废弃物应放入指定的废物筒内。装过强腐蚀性、有毒药品的容器,应及时清洗处理。
5. 绝对不允许随意混合各种化学试剂,以免发生意外。
6. 实验中不用手摸眼、脸、特别是伤口等部位,操作结束后,必须仔细洗手。
7. 安全使用水、电、煤气,用后立即关闭。

二、事故处置

在实验室中可能会遇到烫伤、割伤、化学试剂中毒或化学蚀伤等意外,必须先做紧急处置,再根据情况及时送医院治疗。常用处理方法如下:

1. 烫伤 立即用大量冷水冲洗冷却,在烫伤处抹上烫伤膏。
2. 割伤 立即用药棉擦净伤口,若伤口内有玻璃碎片,应先取出,用碘伏消毒并用创可贴包扎;若伤口过大,应立即就医。
3. 化学蚀伤 立即用大量流水冲洗,清除皮肤上的化学药品;若溅入眼睛,可用洗眼器冲洗(注意不要让水流直射眼球,也不要揉眼)。针对有害药品的性质,采用相应的药剂处理(见下表)。



4. 中毒 吸入有毒有害气体时,应立即到室外呼吸新鲜空气;若毒物进入口内,用手指伸入咽喉刺激呕吐,并立即就医。

5. 触电 立即切断电源,必要时进行人工呼吸。

6. 起火 要保持沉着、冷静,不惊慌。扑灭初起的小火时,要根据起火原因采用相应的方法,火势较大,应立即报火警。

(1)一般的纸张、棉质引起的小火,可用湿布、石棉布覆盖燃烧物。

(2)油浴等敞口容器中着火,可用石棉布、砂子盖灭,但绝不能用水。火势大时可使用泡沫灭火器。

(3)电器设备引起的火灾,要立即切断电源和燃气源,只能用四氯化碳灭火器灭火。

(4)实验人员衣服着火时,绝不要慌张、乱跑,应迅速离开实验室,立即脱下衣服,用石棉布覆盖着火处,或者就地卧倒翻滚灭火。

常见化学灼伤急救处理方法

蚀伤物质	急救处理方法
酸	立即用大量水冲洗,再用稀氨水或饱和碳酸氢钠溶液冲洗,最后再用水冲洗。如果是硫酸造成大面积灼伤,应先用干布拭去,再用大量水冲。
碱	立即用大量水冲洗,再用2%醋酸或20%硼酸冲洗,最后用水洗。
磷(P)	先用1%硫酸铜溶液洗净残余的磷,或用1%高锰酸钾溶液冲洗伤口,然后涂保护剂包扎,不能将创伤面暴露于空气或涂抹油质类药。
溴(Br)	用25%氨水、松节油、95%乙醇以(1+1+10体积比)混合液处理。
铬酐(CrO ₃)	立即用大量水冲洗,再用硫酸亚铁铵或者亚硫酸氢钠溶液漂洗。

(高 红)

第一章 分析化学实验基本知识

第一节 常用玻璃仪器简介

实验室中大量使用玻璃仪器,是因为玻璃具有许多优良的性质:①透明度好,易于观察化学反应的进行,如颜色变化、沉淀生成和气体产生等;②化学稳定性高,化学物质不与或很少与玻璃发生反应,耐酸、耐水性好,但耐碱性稍差;③有一定的机械强度和良好的绝缘性能。

玻璃的化学成分主要是 SiO_2 、 CaO 、 Na_2O 、 K_2O ,在其中引入 B_2O_3 、 Al_2O_3 、 ZnO 、 BaO 等辅助成分,以使玻璃具有不同的性质和用途。按组成不同,玻璃分为硬质玻璃和软质玻璃。

硬质玻璃:含 SiO_2 、 B_2O_3 量较高,属高硼硅酸盐玻璃,热稳定好、耐温差急变、耐腐蚀。如:带“烧”字的仪器(烧瓶、烧杯),还有试管等。管端呈黄色或白色。

软质玻璃:上述性能稍差,但透明度好。如:量筒、吸量管、滴定管、容量瓶等。管端呈青绿色。

此外,还有石英玻璃,它属于特种玻璃,具有更高的化学稳定性和热稳定性,但价格较贵,用于特殊要求的情况。

玻璃的化学稳定性好,只是相对而言,并不是绝对不受侵蚀,如 HF 能强烈地腐蚀玻璃,因此不能用玻璃器皿做含有 HF 的实验。碱溶液尤其是浓或热的碱溶液,对玻璃有明显的腐蚀作用,因此一般情况下,不能用玻璃试剂瓶长时间存放碱液;若需存放,应使用橡皮或软木瓶塞。

对于因玻璃器皿表面被侵蚀而有痕量离子进入溶液中,或玻璃器皿表面吸附溶液中的待测离子,在进行痕量组分分析时要特别注意。

分析化学实验中常用的玻璃仪器及其他器皿的名称、规格、主要用途及使用注意事项,见表 1-1,相应的示意图见图 1-1。

表 1-1 常用玻璃仪器及其他器皿名称、规格、用途及使用注意事项

编号	名称	规格(容量/ml)	主要用途	使用注意事项
1	烧杯	10、25、50、100、250、400、500、1000、2000	配制溶液;溶解样品	加热时应置于石棉网上使其受热均匀,一般不可烧干
2	容量瓶 (量瓶)	5、10、25、50、100、200、250、500、1000、2000;量入式;棕色、无色	配制准确浓度的标准溶液或准确体积的样品溶液;定量稀释溶液	不可直接加热,不能在烘箱内烘烤,可水浴加热;塞子要原配;不宜长期存放试液

续表

编号	名称	规格(容量/ml)	主要用途	使用注意事项
3	移液管 (单标线 吸量管)	1、2、5、10、15、20、25、 50、100;量出式	准确移取一定量的 液体	不能加热;上端和尖嘴不可磕破;液 体放出后,尖嘴处残留液体(除要求 外)不需吹出
4	吸量管 (刻度吸管)	0.5、1、2、5、10、25、 50;量出式	准确移取不同量的 液体	同上
5	量筒 (量杯)	5、10、25、50、100、 250、1000、2000;量 出式	粗略量取一定体积 的液体	不能加热,不能在其中配制溶液;不 能在烘箱中烘烤;操作时要沿壁加 入或倒出液体
6	三角烧瓶 (锥形瓶)	50、100、250、500、1000	加热处理试样;滴定 分析用	同烧杯;具塞锥形瓶加热要打开塞
7	碘量瓶	100、250、500	碘量法滴定专用锥 形瓶;产生挥发性物 质的反应容器	盖塞子后用水封瓶口
8	滴定管	5、10、25、50、100; 量出式;无色、棕色; 酸式、碱式	滴定分析用	活塞要原配,漏液的不能用;不可加 热;碱式管不能放与橡皮作用的溶 液;不能长期存放碱液
9	比色管	10、25、50; 量入式	光度分析	不可直接加热;磨口塞要原配;要保 持管壁透明
10	称量瓶	直径×高度(mm) 高型:25×25、25× 40、30×50、35×70、 40×70 低型:40×25、60× 30、70×35	高形:用于称量基准 物质、样品。 低形:用于测定水分 或在烘箱中烘干基 准物质	不可盖紧磨口塞烘干;磨口塞要 原配
11	干燥器	直径(mm):150、 180、210;无色、棕色	保持烘干或灼烧过 的物质干燥;干燥少 量样品	底层放变色硅胶或其他干燥剂;盖 和底的接触磨口处涂凡士林,保证 密封;不可将红热的物体放入
12	分液漏斗	50、100、250、500、1000	分开两种互不相溶 的液体;用于萃取分 离和富集	磨口旋塞必须原配,漏液的不能使 用;不可加热;振荡时要注意放气
13	玻璃砂 芯漏斗	35、60、140; 滤板1#~6#	过滤	须抽滤;不能骤冷骤热;不能过滤氢 氟酸、碱等;用毕立即洗净
14	玻璃砂 芯坩埚	10、15、30; 滤板1#~6#	过滤重量分析中烘 干需称量的沉淀	同上
15	试剂瓶 广口瓶 细口瓶 下口瓶	30、60、125、250、500、 1000、2000、10 000、 20 000; 无色、棕色	细口瓶存放液体试 剂;广口瓶盛装固体 试剂;棕色瓶存放见 光易分解试剂;下口 瓶盛放蒸馏水	不能加热;不能在瓶内配制操作过 程中大量放热的溶液;磨口塞要原 配;放碱液的瓶子要用橡皮塞



续表

编号	名称	规格(容量/ml)	主要用途	使用注意事项
16	滴瓶	30、60、125; 无色、棕色	盛装需滴加的试剂	同试剂瓶
17	洗瓶	250、500;塑料瓶	盛装蒸馏水,用于定容;盛装洗涤剂洗涤沉淀	
18	蒸发皿	直径(mm): 30、60、100	蒸发浓缩溶液;灼烧固体	能耐高温;不耐苛性碱和碳酸钠的腐蚀
19	瓷坩埚	直径(mm): 25、30、40	高温处理样品;灼烧沉淀	同蒸发皿
20	表面皿	直径(mm): 35、60、80、100	临时盛放试剂或样品;作盖子;用于蒸发液体	不能像蒸发皿那样直接加热,直径略大于所盖容器
21	研钵	直径(mm): 70、90、105	研磨固体试剂及试样	不能研磨与玻璃作用的物质;不能撞击、烘烤
22	洗耳球	30、40、70	与吸量管配合抽取液体	



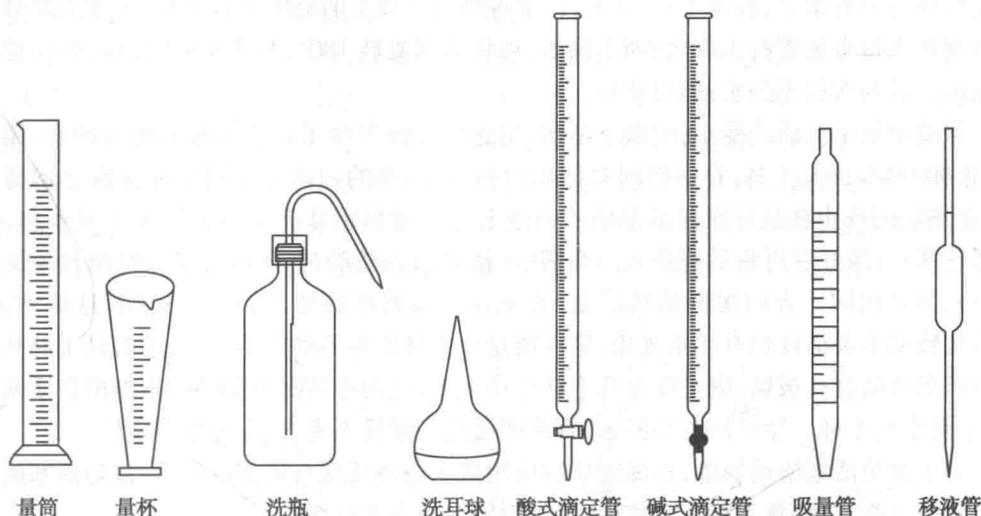


图 1-1 常用分析实验玻璃仪器

(张加玲)

第二节 玻璃仪器的基本操作

一、滴定分析仪器及基本操作

(一) 滴定管

滴定管是具有精确刻度而内径细长的玻璃管,是滴定时准确测量滴定溶液体积的量器,一般分为酸式滴定管和碱式滴定管。

酸式滴定管下端带有玻璃活塞开关,开启活塞,液体即自管内滴出。它用于盛装和量取酸性溶液、氧化性溶液及对橡皮管有侵蚀作用的溶液,而不宜盛放碱性溶液,因碱性溶液能腐蚀磨口玻璃活塞,放置久了会粘住,使活塞难于转动。

碱式滴定管的下端用一小段橡皮管连接一带有尖嘴的小玻璃管,橡皮管内装有一个玻璃圆珠,用手指捏挤玻璃珠偏上方的橡皮时,会形成一条狭缝,溶液即可流出,并可控制流速;玻璃珠的大小要适当,过小会漏液或在使用时容易上下滑动,过大则在放液时手指吃力,操作不便。

碱式滴定管用于盛装和量取碱性溶液或对玻璃有侵蚀作用的液体,不能盛装能与橡皮管发生反应的酸性或氧化性溶液(如 AgNO_3 、 KMnO_4 、 I_2 溶液等)。

对于需要避光的溶液,应使用棕色滴定管。

常用滴定管的容量一般为 25ml 和 50ml,刻有 25 或 50 个等分刻度,每格为 1ml,其 1 格又分为 10 小格,每 1 小格为 0.1ml,读数时两小格间还可估计到 0.01ml。

还有一种聚四氟乙烯酸碱两用滴定管,其活塞材料为聚四氟乙烯,耐腐蚀、密封性好,不需涂凡士林。这里主要介绍前两种滴定管的洗涤和使用方法。

1. 检漏 酸式滴定管:酸式滴定管的活塞磨口是配套的,不能随意更换。使用前应检查活塞转动是否灵活,是否漏水。方法是將滴定管活塞关闭,然后装入水至一定刻度线,垂



直安放在滴定管架上,静置 1~2 分钟,仔细观察刻度线上的液面是否下降,用滤纸在管尖处及活塞两端检查是否有水渗出;如不漏水,再将活塞旋转 180°,静置 1~2 分钟,再次检查是否漏水。若两次均不漏水,即可使用。

若滴定管不灵活或漏水,应取下活塞,用滤纸或纱布擦干净活塞和塞槽内的水,用手指(或玻棒)蘸少许凡士林,在手指间对抹均匀后,在活塞的两端分别沿圆周抹涂上薄薄一层(活塞细端的凡士林最好涂在活塞槽的内壁上),在紧靠活塞孔的两旁不要涂凡士林,以免其堵住塞孔;涂好后再将活塞插入活塞槽中(活塞插入塞槽时,应尽可能保持塞孔与滴定管平行),然后向同一方向缓慢旋转活塞,直至其与塞槽接触处油膜均匀透明,且转动灵活。如活塞转动不灵活或仍有渗水现象,则可能是凡士林涂得不够或不均匀;若有凡士林从活塞缝中挤出或活塞孔被堵,则可能是凡士林涂得太多,这两种情况下都必须把塞槽和活塞擦干净,重新涂凡士林。涂好后若仍漏水,则说明活塞与塞槽不密合,应更换滴定管。

为了避免活塞松动脱落,检漏完毕后应用橡皮筋将活塞与滴定管缠紧,以防活塞脱落打碎。套橡皮筋时,注意不能让活塞松动,否则仍会影响密合性。

碱式滴定管:使用前应选择大小合适的圆形玻璃珠和弹性良好的橡皮管,并检查滴定管是否漏水以及液滴是否能灵活控制,否则应调换玻璃珠。

2. 洗涤 滴定管经检查不漏水后,按玻璃仪器的洗涤方法进行洗涤。若管内有油污,则可用铬酸洗液洗涤。用铬酸洗液洗涤酸式滴定管时,应先关好活塞,再向滴定管倒入约 10ml 洗液,两手平端滴定管,慢慢转动,使洗液布满全管内壁,然后打开活塞,将洗液放回原试剂瓶中。若油污污染严重,则可将滴定管装满铬酸洗液(或温热洗液),静置浸泡一段时间,再回收洗液。用洗液洗涤过的滴定管,先用自来水冲洗干净,再用纯水冲洗三遍。由于铬酸洗液腐蚀橡皮管,因此洗涤碱式滴定管时,应将橡皮管暂时去掉,待用铬酸洗液洗涤或浸泡后再装上橡皮管,以免橡皮管被腐蚀。

3. 装液 为避免装入滴定管的溶液被滴定管内壁残留的水稀释,应先用待装溶液润洗滴定管。方法是关闭活塞,先注入待装溶液 5~10ml,然后两手平端滴定管,慢慢转动,使溶液流遍全管,再将滴定管竖立,打开酸式滴定管的活塞或捏挤碱式滴定管的玻璃珠,使溶液从下端流出。如此润洗 2~3 次后,即可装入溶液。装入标准溶液时,应细心谨慎地直接倒入滴定管,不要借助其他器皿,以免溶液浓度改变或被污染。

4. 排气 装入溶液后,应检查滴定管下端尖管内或橡皮管内有无气泡,若有气泡,应排除,否则在滴定过程中,因气泡溢出使体积变化而影响溶液体积的准确测量。排气泡方法:酸式滴定管装入一定量溶液后,将滴定管倾斜后快速开关活塞,使溶液很快冲出,可将气泡带走。碱式滴定管则可将橡皮管向上弯曲,并用力向外捏挤玻璃珠所在处胶皮,使溶液从尖嘴喷出,气泡可随之逸出,如图 1-2 所示。气泡排除后,再加入滴定溶液至“0”刻度以上,等约 1 分钟后,再调节液面在 0.00ml 刻度处,备用。如液面不在 0.00ml 处,则应记下初读数。

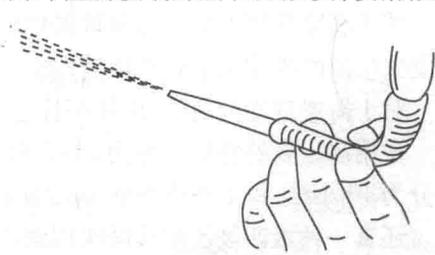


图 1-2 碱式滴定管排气泡

5. 读数

(1) 刚刚加入溶液或滴定完毕,不要立即调整零点或读数,而应静置约 1 分钟,使管壁附着的溶液流下来,以保证读数准确可靠。

(2) 每次滴定最好都从 0.00ml 或接近“0”刻度开始,如此操作使每次滴定所用滴定管