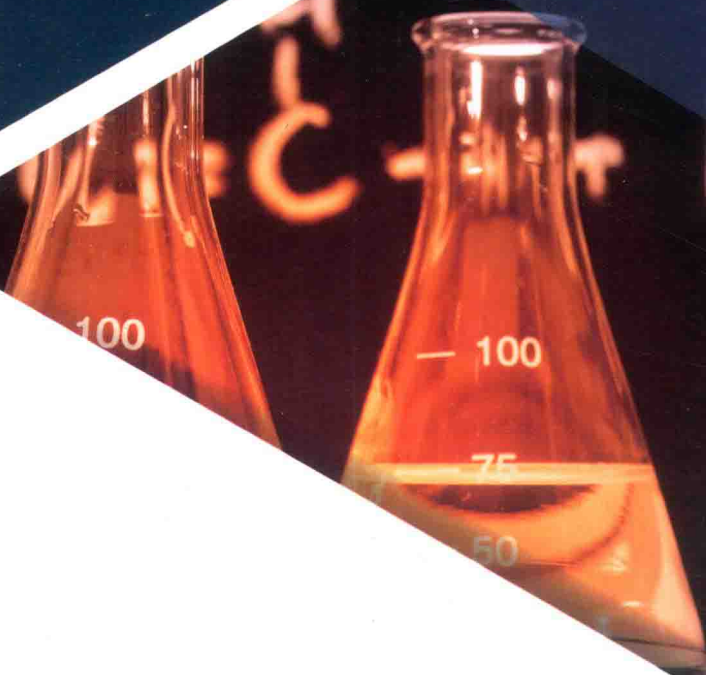


| 高等教育“十三五”部委级规划教材



分析化学实验

东华大学化学化工与生物工程学院分析化学教研室 编著

邵超英 刘栋良 刘慧青 主编

东华大学出版社

高等教育“十三五”部委级规划教材

分析化学实验

东华大学化学化工与生物工程学院分析化学教研室 编著

邵超英 刘栋良 刘慧青 主编

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验 / 邵超英, 刘栋良, 刘慧青主编; 东华大学化学化工与生物
工程学院分析化学教研室编著. —上海: 东华大学出版社, 2018. 3
ISBN 978-7-5669-1372-2

I. ①分… II. ①邵… ②刘… ③刘… ④东… III. ①分析化学—化学实
验—高等学校—教材 IV. ①0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2018)第 032889 号

责任编辑: 竺海娟

封面设计: 魏依东

分析化学实验

Fenxi Huaxue Shiyan

东华大学化学化工与生物工程学院分析化学教研室 编著
邵超英 刘栋良 刘慧青 主编

出 版: 东华大学出版社(上海市延安西路 1882 号 邮政编码: 200051)

本 社 网 址: <http://dhupress.dhu.edu.cn>

天 猫 旗 舰 店: <http://dhdx.tmall.com>

营 销 中 心: 021-62193056 62373056 62379558

印 刷: 苏州望电印刷有限公司

开 本: 787 mm×1092 mm 1/16

印 张: 12.5

字 数: 300 千字

版 次: 2018 年 3 月第 1 版

印 次: 2018 年 3 月第 1 次印刷

书 号: ISBN 978-7-5669-1372-2

定 价: 42.00 元

前 言

分析化学实验是化学化工类专业的重要基础课程之一。学生通过该课程的学习,不仅能加深对分析化学基础理论的理解,了解分析仪器的基本构造,掌握基本的实验技能及其操作方法,掌握运用各种分析方法解决实际问题的能力,而且能在训练实践技能的同时,培养实事求是的科学态度和严谨的工作作风。

本教材是在《基础化学实验》教材的基础上改编而成的。编写过程中主要侧重于以下几方面的工作:(1)为顺应科学技术的发展,对原有教材的内容进行了修改,删除或修改了部分陈旧和对环境污染较大的实验内容,增加了一些新实验;(2)为规范学生的实验操作,增加了分析化学实验的基础知识和主要分析仪器的基本操作规程;(3)增加了数据处理和分析结果表达内容;(4)增加了预习报告和实验报告。

全书内容如下:

1. 分析化学实验基础知识和实验数据的处理。本部分介绍了分析化学实验的基础知识和称量、标准溶液配制、滴定等基本操作,以及如何对实验结果进行处理与正确评价。
2. 化学分析实验部分。包括滴定分析法、重量分析法、电化学分析法和光学分析法等方法的基本原理和应用,以及一些常见的分离与富集方法和实际样品的处理过程。
3. 仪器分析实验部分。包括色谱分析、光谱分析等分析方法的基本原理、应用和仪器使用。
4. 综合性实验。

全书共有 35 个实验,根据实验内容分为三个层次,即验证性实验、综合性实验和设计性实验。旨在通过基本操作练习实验与基础实验,使学生掌握实验的原理和基本操作技能;通过综合性、设计性实验,培养和训练学生的独立实验能力、综合运用知识进行研究工作能力和解决实际问题的能力。

参加本教材编写工作的有:刘栋良(绪论,第一、二章,实验 5、12~14、19);石国英(实验 1、2、8、15);光善仪(实验 3、9、21、25);黄芳(实验 4、11、16~18);徐中其(实验 6、26);邵超英(实验 7、10、23、24、34、35);张焯(实验 20、22);刘慧青(实验 27、28、29~33)。主要分析仪器的操作规程由刘慧青编撰。全书最后由邵超英统稿。

由于编者水平有限,书中难免疏漏、错误之处,敬请读者批评指正。

编者

2017 年于东华大学

目 录

绪 论	1
第一章 分析化学实验的基础知识和基本操作	4
第一节 化学试剂的规格及取用	4
第二节 电子天平的使用及称量方法	5
第三节 标准溶液及配制方法	7
第四节 滴定分析主要仪器及其操作方法	8
第二章 实验数据的处理和分析结果表达	13
第一节 有效数字及其运算规则	13
第二节 误差及计算方法	14
第三节 分析结果的表达	16
第三章 滴定分析常用标准溶液的制备与标定	19
实验 1 氢氧化钠标准溶液的配制及标定	19
实验 2 盐酸标准溶液的配制及标定	20
实验 3 EDTA 标准溶液的配制及标定	22
实验 4 高锰酸钾标准溶液的配制及标定	24
实验 5 硫代硫酸钠标准溶液的配制及标定	26
第四章 容量分析与重量分析实验	29
实验 6 醋酸溶液浓度的测定	29
实验 7 铵盐中氨含量的测定——甲醛法	30
实验 8 碱液中 NaOH 和 Na ₂ CO ₃ 含量的测定	32
实验 9 水硬度的测定	34
实验 10 铅、铋混合液中铅和铋含量的连续滴定	36
实验 11 过氧化氢含量的测定	38
实验 12 铜盐中铜含量的测定	39
实验 13 Mohr 法测定可溶性氯化物中的氯含量	40
实验 14 可溶性硫酸盐中含硫量的测定	42
第五章 电位分析实验	45
实验 15 离子选择性电极法测定水中微量 F ⁻ 的含量	45

实验 16	亚铁盐含量的测定——电位滴定法	47
实验 17	硫、磷混合酸的电位滴定	49
实验 18	混合酸含量的测定——电导滴定法	50
第六章	光谱分析实验	52
实验 19	水中微量铁含量的测定——目视比色和分光光度法	52
实验 20	混合色素溶液中柠檬黄和日落黄浓度的测定——双组分分光光度分析法	54
实验 21	紫外分光光度法测定微量硝酸钾的含量	56
实验 22	荧光光度分析法测定维生素 B ₂ 含量	58
实验 23	原子吸收光谱法测定自来水中钙、镁的含量	60
实验 24	原子吸收光谱法测定人发中微量元素的含量	62
实验 25	苯甲酸红外吸收光谱的测绘——KBr 压片法制样	65
第七章	分离与分析实验	67
实验 26	可溶性硫酸盐总量的离子交换法测定	67
实验 27	混合染料的薄层色谱分离与鉴定	69
实验 28	无机离子的纸上色谱分离和检出	70
实验 29	气相色谱 $H-u$ 曲线的绘制	72
实验 30	混合物的气相色谱分析——归一化定量法	74
实验 31	邻二甲苯中杂质的气相色谱分析——内标定量法	77
实验 32	高效液相色谱柱效能的测定	79
实验 33	高效液相色谱法测定贝诺酯分散片的含量——外标定量法	82
第八章	设计性实验	85
实验 34	树脂整理展开剂中离子含量的测定	85
实验 35	松江地区环境水质的分析	86
附录 1	主要分析仪器操作规程	87
附录 2	常用酸碱溶液的浓度	98
附录 3	国际相对原子量和常用化合物的摩尔质量	99
附录 4	安全承诺书	104
附录 5	分析化学实验预习报告	105
实验 1	盐酸标准溶液的配制及标定	105
实验 2	碱液中 NaOH 和 Na ₂ CO ₃ 含量的测定	107
实验 3	EDTA 标准溶液的配制及标定	109
实验 4	水硬度的测定	111
实验 5	高锰酸钾标准溶液的配制及标定	113
实验 6	过氧化氢含量的测定	115
实验 7	硫代硫酸钠标准溶液的配制及标定	117
实验 8	铜盐中铜含量的测定	119
实验 9	水中微量铁含量的测定——目视比色和分光光度法	121

实验 10	亚铁盐含量的测定——电位滴定法	123
实验 11	离子选择性电极法测定水中微量 F^- 的含量	125
实验 12	可溶性硫酸盐总量的离子交换法测定	127
附录 6	分析化学实验报告	129
实验 1	盐酸标准溶液的配制及标定	129
实验 2	碱液中 $NaOH$ 和 Na_2CO_3 含量的测定	131
实验 3	EDTA 标准溶液的配制及标定	133
实验 4	水硬度的测定	135
实验 5	高锰酸钾标准溶液的配制及标定	137
实验 6	过氧化氢含量的测定	139
实验 7	硫代硫酸钠标准溶液的配制及标定	141
实验 8	铜盐中铜含量的测定	143
实验 9	水中微量铁含量的测定—目视比色法和分光光度法	145
实验 10	亚铁盐含量的测定——电位滴定法	147
实验 11	离子选择性电极法测定水中微量 F^- 的含量	149
实验 12	可溶性硫酸盐总量的离子交换法测定	151
附录 7	仪器分析实验预习报告	153
实验 1	混合物的气相色谱分析——归一化定量法	153
实验 2	邻二甲苯中杂质的气相色谱分析——内标定量法	155
实验 3	高效液相色谱柱效能的测定	157
实验 4	混合色素溶液中柠檬黄和日落黄浓度的测定——双组分分光光度分析法	159
实验 5	紫外分光光度法测定微量硝酸钾的含量	161
实验 6	原子吸收光谱法测定自来水中钙、镁的含量	163
实验 7	荧光光度分析法测定维生素 B_2 含量	165
实验 8	苯甲酸红外吸收光谱的测绘—— KBr 压片法制样	167
实验 9	气相色谱中 $H-u$ 曲线的绘制	169
实验 10	硫、磷混合酸的电位滴定	171
附录 8	仪器分析实验报告	173
实验 1	混合物的气相色谱分析——归一化定量法	173
实验 2	邻二甲苯中杂质的气相色谱分析——内标定量法	175
实验 3	高效液相色谱柱效能的测定	177
实验 4	混合色素溶液中柠檬黄和日落黄浓度的测定——双组分分光光度分析法	179
实验 5	紫外分光光度法测定微量硝酸钾的含量	181
实验 6	原子吸收光谱法测定自来水中钙、镁的含量	183
实验 7	荧光光度分析法测定维生素 B_2 含量	185
实验 8	苯甲酸红外吸收光谱的测绘—— KBr 压片法制样	187
实验 9	气相色谱中 $H-u$ 曲线的测绘	189
实验 10	硫、磷混合酸的电位滴定	191
	参考文献	193

绪 论

分析化学实验的目的

分析化学是以实验性和应用性为主要特征的一门化学基础课程，分析化学实验是其教学体系的重要构成要素。该课程的主要目的为：

1. 使学生加深对分析化学理论知识的理解，正确使用各种分析方法及其实验条件，并能应用实验验证和发展理论。
2. 培养学生熟练掌握分析化学相关的基本实验技能，正确使用分析仪器，提高学生的实践技能。
3. 培养学生严谨、认真和实事求是的工作态度和勇于探索的科学精神，提高学生分析问题和解决问题的能力。
4. 使学生掌握正确表达分析结果和实验误差的能力。
5. 培养学生安全意识、规范操作意识和环境保护意识。

分析化学实验的基本要求

为了达到分析化学实验课程的教学目的，有效训练和提高学生的实践技能和创新能
力，在本课程的学习过程中应做到以下几点：

1. 实验前充分预习。认真阅读实验讲义和参考书中的相关内容，了解实验的目的、原理、相关实验步骤和注意事项，以及实验的结果计算等，完成实验的预习报告。
2. 实验操作严格规范。遵守实验室的各项规章制度，提前做好实验用仪器的洗涤等准备工作，以严肃、认真、细致和实事求是的科学态度，在指导教师的指导下有序地进行实验。实验中应保持实验区安静整洁，确保实验顺利、安全地进行。
3. 如实、准确地记录实验数据。仔细观察实验现象，将全部测量数据和实验现象及时记录在专用的实验记录本上。记录时应注意：
 - (1) 记录本的页码应编号，不得随便撕去。不能将原始数据随意记录在小纸片上，以免丢失。记录应清楚标明实验名称和实验日期，以备查阅。
 - (2) 要养成及时记录的良好习惯，所有数据必须即刻用黑色笔记录，并应力求简洁、

清楚。个别数据不小心记错时，可将其划去（不是涂改），并在该处的上方记录修正的数据。应尽量避免重新誊写，以减少差错率。

(3) 记录测量的数据应符合有效数字原则。

4. 正确处理分析数据。不得随意取舍和臆造实验数据。应根据有效数字的计算原则，正确表达实验结果和分析误差。一般要求平行实验数据间的相对偏差不超过 0.2%，对于复杂试样的分析及设计性实验等偏差要求可适当放宽。

5. 实验完毕，认真书写实验报告，总结和讨论实验中出现的問題，完成思考题。严禁抄袭和篡改实验数据和报告。

实验室安全守则

1. 熟悉实验环境，了解与安全相关的设施（如水、电、煤气开关、消防用品、喷淋装置、急救箱等）的位置和使用方法。进行实验时应穿实验服，佩戴防护眼镜。不宜穿短裤、裙子和拖/凉鞋，女生不留披肩长发。

2. 实验室内严禁饮食、吸烟、嬉戏打闹。实验结束须洗手，必要时应漱口。

3. 使用浓酸、浓碱等具有强腐蚀性的试剂时应佩戴防护手套和防护眼镜，切勿溅在皮肤和衣服上；稀释浓硫酸时，应边搅拌边缓慢地将硫酸倒入水中，严禁逆向操作；使用挥发性、刺激性气体的试剂，须在通风橱内进行；在气温高的情况下，打开装有易挥发性试剂的密封瓶时，应先将试剂瓶在冷水中冷却后再进行操作；以嗅觉鉴别物料时，务必使用招气入鼻的方法，严禁直接去嗅。

4. 使用苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时，切记远离火源和热源。使用完毕应立即将试剂瓶盖严，于阴凉处保存。

5. 使用煤气灯时，应先将风门调小，再点火，开煤气，最后调节风量至火焰完全燃烧。进行加热等工作时，不能擅自离开。能产生腐蚀性气体的物质或易燃物质不得直接用煤气灯或在烘箱内加热。加热完毕应先关闭煤气阀门至火焰完全熄灭，再关闭风门。

6. 进行盐酸加热溶解碳酸钙、高锰酸钾加热等实验操作时，不得将烧杯口、试管口、坩埚口等对着人，防止由于气体、液体等冲击造成伤害事故。

7. 勿用湿手开启电闸或电器设备开关，以防触电。电器设备使用完毕，应及时切断电源。

8. 实验产生的各类重金属废液、腐蚀性废液和有机废液，应根据其性质分类并回收，再请专业公司集中统一处理。少量酸、碱等废液可在中和至中性后直接排放。碎玻璃仪器和空试剂瓶需经自来水洗净后放入指定回收处，不得随意倒入废物桶。

10. 实验结束后，值日生负责对整个实验室进行清扫，检查并关闭水、电、煤气总开关及门窗。

实验室意外事故的处理

玻璃割伤：若伤口内有异物应先取出，然后清洗干净，用止血绷带包扎。伤势较重时，包扎后应立即送医院治疗。

烫伤：一旦被火焰、蒸汽、红热玻璃、铁器等烫伤，轻者可用10%高锰酸钾溶液擦洗伤处，撒上消炎粉，烫伤处涂烫伤膏，重者需送医院救治。

被强酸灼伤：先用大量水冲洗，再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗，最后再用水冲洗。酸液溅入眼内时，需先用大量水冲洗，再用1%碳酸氢钠溶液冲洗，最后用去离子水冲洗。必要时送医治疗。

被强碱灼伤：先用大量水冲洗，再用1%硼酸或2%醋酸溶液冲洗，最后用水冲洗后敷上硼酸软膏。碱液溅入眼睛时，先用大量水冲洗，再用1%硼酸溶液冲洗，最后用去离子水冲洗。必要时送医院治疗。

触电：一旦有人触电，应立即切断电源，并尽快用绝缘物（如竹竿、干木棒等）将触电者与电源隔开。必要时可进行人工呼吸或送医治疗。

火灾：如实验室发生火灾，应立即采取灭火措施并防止火势蔓延（如切断电源、移走易燃药品等）。根据起火原因的不同采取适当的灭火措施：一般的小火可用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物；火势大时可使用泡沫灭火器；电器设备引起的火灾，只能使用四氯化碳灭火器；实验人员衣服着火时，切勿惊慌乱跑，应赶快脱下衣服，或用石棉布覆盖着火处或就地卧倒打滚。必要时，拨打电话119求救。

第一章 分析化学实验的基础知识和基本操作

第一节 化学试剂的规格及取用

一、化学试剂的规格

化学试剂是供化学试验、化学分析及相关研究使用的化合物或单质，一般按纯度（杂质含量）划分试剂规格。我国根据化学试剂的质量标准和适用范围，将化学试剂分为三个级别，详见表 1-1。

表 1-1 化学试剂的纯度分级和适用范围

级别	名称	代号	试剂瓶标签颜色	适用范围
一级	优级纯	GR	绿色	痕量分析、精密分析和科学研究
二级	分析纯	AR	红色	一般定性、定量分析和科学研究
三级	化学纯	CP	蓝色	一般的化学合成和实验教学

除上述级别外，按照化学试剂的用途还可将其分为基准试剂、光谱纯试剂、色谱纯试剂、实验试剂、指示剂等，使用时请注意选择。

二、试剂的取用

（一）固体试剂的取用

1. 取用试剂应使用洁净、干燥的药勺，直接或以减量法称量，以免沾污试剂。
2. 一般的固体试剂可在称量纸上称量。具有腐蚀性、强氧化性或易潮解的试剂要用小烧杯、表面皿、称量瓶等装载后进行称量，以免腐蚀天平。根据称量精确度的要求，可分别选择台秤和分析天平称量试剂。
3. 称量试剂时，要严格按量取用药品。一旦取多可放入指定容器内或给他人使用，一般不允许倒回原试剂瓶中，以免污染瓶内试剂。
4. 往试管（特别是湿的试管）中加入固体试剂时，可用药勺或将取出的药品放在对折的纸片上，伸进试管的 2/3 处。加入块状固体试剂时，应将试管倾斜，使其沿管壁慢慢滑下，以免碰破管底。
5. 称取有毒性的药品时要做好防护措施，如戴好口罩、手套等。
6. 试剂取用完毕应立即盖紧试剂瓶盖，防止其与空气中的氧气等发生化学反应或潮解。

(二) 液体试剂的取用

1. 要保证实验试剂标签的完整。倾倒液体试剂时，应用右手握住试剂瓶上贴标签的一面，左手拿住容器（量筒、试管等），逐渐倾斜试剂瓶，倒出所需试剂量。试剂瓶中的试剂一经倒出，严禁倒回。取用具有腐蚀性、挥发性及毒性试剂时应在通风橱内进行，并做好安全防护措施。

2. 从细口瓶中取用液体试剂时，一般采用倾注法。先将瓶塞取下仰放在实验台上，直接倒出所需试剂后，将试剂瓶口在容器上靠一下，再逐渐竖起瓶子，以免遗留在瓶口的试剂滴流到瓶的外壁。取少量液体试剂时，则需使用专用滴管。

3. 从滴瓶中取液体试剂时，要使用滴瓶中的专用滴管。装有药品的滴管不得横置或将滴管口向上斜放，以免试剂流入滴管的胶皮帽中，腐蚀胶皮帽；不可将滴管伸入所用容器内，以免接触容器壁而玷污药品。

4. 需定量取用液体试剂时，可根据实验误差的要求，选择用合适容积的量筒或移液管量取。需取用准确试剂量时必须使用移液管。量取液体试剂时，应使视线与量筒内液体弯月面的最低处保持水平，偏高或偏低都会因读数不准而造成误差（如图 1-1）。

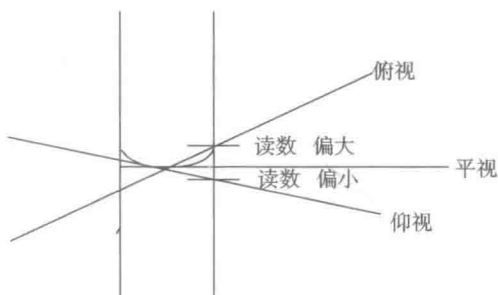


图 1-1 俯视与仰视引起的偏差

第二节 电子天平的使用及称量方法

一、电子天平的使用

电子天平是精确测定物质质量的计量仪器，基于电磁力平衡原理实现物质的称量。根据称量的精确度，一般将其分为电子天平（精度 0.1 g）和电子分析天平（精度 0.1 mg 或 0.01 mg）。使用时应根据实验要求、最大称取量等进行合理的选择。

(一) YP-601N 型电子天平的使用

YP-601N 型电子天平（图 1-2），可精确称至 0.1 g，称量范围为 0~600 g，用于精度要求不高的称量。使用方法如下：

1. 开机：接通电源，按开关键直至全屏自检。

2. 校正：首次使用天平必须进行校正。在秤盘上不加任何物体的情况下，长按“置零/校准”键直至显示屏出现“—CAL—”字符，待显示屏显示“校准砝码值”后，将对应重量值的标准砝码放入秤盘中间，显示屏显示“—”进入校准状态，待显示屏显示与校准砝码相同的重量值后，校准完毕。若校准后发现称量不准确时，应按上述步骤重新进行校准。

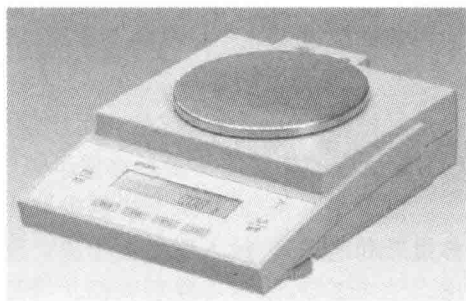


图 1-2 YP-601N 型电子天平

3. 称量：使用“置零/校准”键，去皮清零

后，放置样品进行称量。

4. 关机：称量结束，按“开/关”键关闭天平。长期不用时应拔出电源适配器插头。

(二) 梅特勒 ME 204E 型电子分析天平的使用

梅特勒 ME 204E 型电子分析天平(图 1-3)的精度为 0.1 mg，最大称量重量 220 g。使用方法如下：

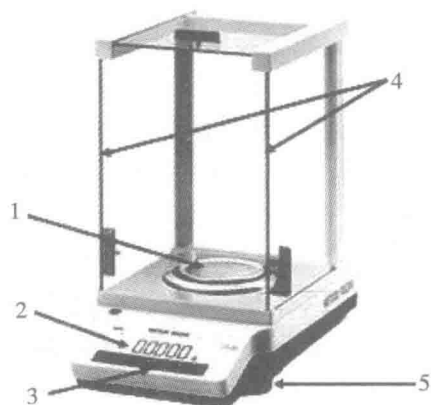
1. 调水平：调整水平调节脚，使水平仪内气泡位于水平仪中心（圆环中央）。

2. 开机：接通电源，按“on/off”键，当显示器显示“0.0000 g”时，电子称量系统自检过程结束。

3. 称量：将称量物放入称量盘中央，关闭天平门。待显示器读数稳定后，读取称量物的质量。

4. 去皮：将空容器放在称量盘中央，按“O/T”键清零去皮。将称量物放入容器中，待显示器读数稳定后，读取称量物的质量。

5. 关机：称量完毕，长按“on/off”键，关闭显示器，此时天平处于待机状态，若长时间不使用，应拔下电源插头。



1-称盘；2-显示屏；3-操作键；
4-天平门；5-水平调节脚

图 1-3 电子分析天平

二、称量方法

根据不同称量对象和实验要求，需采用相应的称量方法和操作步骤。常用的称量方法主要包括直接称量、固定质量称量和递减称量法。

1. 直接称量法

此法是将称量物直接放在电子天平盘上，直接称量其质量。如称量小烧杯的质量；重量分析中称量某坩埚的质量等。该法适于称量洁净干燥、不易潮解或升华的固体试样。

2. 固定质量称量法

也称增量法，用于称量固定质量的某试剂（如基准物质）或试样。本方法的称量操作速度很慢，适于称量稳定的粉末或小颗粒状样品，以便于调节称取质量。注意：若加入的试剂量不慎超过指定质量，可小心取出多余试剂。一般情况下，从试剂瓶中取出的试剂不应再放回原试剂瓶中，以免造成原试剂沾污。称好的试剂必须定量转入接受容器中。

3. 递减称量法

又称减量法，适于称量一定质量范围的样品或试剂，通常用于易吸水、易氧化或易与 CO_2 等反应的物质的称量。称量步骤如下：

借助小纸条/纸片从干燥器中取出已装入适量试样的称量瓶（注意：勿用手直接接触称量瓶和瓶盖），放入称量盘中央，称出称量瓶及试样的准确质量。将称量瓶从天平上取出，用小纸条/纸片夹住瓶盖柄，打开瓶盖，在接收容器的上方倾斜瓶身，用称量瓶盖轻敲瓶口上部，使试样慢慢落入容器中（注意：始终保持瓶盖位于接受器上方，见图 1-4）。当倾出的试样接近所需样量时，一边继续用瓶盖轻敲瓶口，一边逐渐将瓶身竖直，使粘附

在瓶口上的试样落回称量瓶，盖好称量瓶盖，准确称出其质量。两次称量质量之差即为称取试样的质量。

依上述方法连续递减，可称取多份试样。有时一次很难得到符合要求质量范围的试样，可重复上述称量操作 2~3 次。

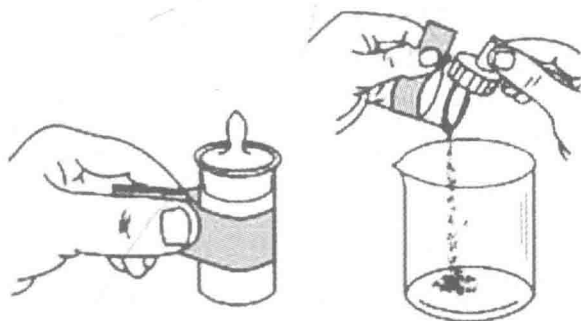


图 1-4 减量法称量示意图

三、使用电子天平的注意事项

1. 应将天平置于稳定的工作台上，避免震动、阳光照射及气流。
2. 天平使用前应检查是否水平放置，并按说明书要求进行预热。
3. 清零和读取称量读数时均应关好天平门。称量物品应遵循逐次添加原则，轻拿轻放，不可用力按压天平盘；须将称量物品置于秤盘中心；称量物不可超出天平称量范围，以免损坏天平。
4. 对于过热或过冷的称量物，应置于干燥器中待其温度与室温一致方可称量。
5. 称量易挥发和具有腐蚀性物品时，要将其盛放在密闭容器中，以免腐蚀和损坏电子天平。若有液体滴于称盘上，应立即用吸水纸轻轻吸干。
6. 使用完毕应对天平内、外部及周围区域进行清理，不可将待称量物长时间放置于天平上。应用软布对其进行清洁，并保持天平处于干燥环境。

第三节 标准溶液及配制方法

标准溶液是滴定分析的滴定剂，待测组分的含量需通过标准溶液的浓度及用量计算，因此，正确配制标准溶液并准确测定其浓度，对滴定分析的准确性至关重要。根据试剂性质的不同，标准溶液的配制一般采用下列两种方法。

一、直接配制法

准确称取一定量的物质，溶解后，在定量容器中稀释至一定体积。根据该物质的质量和溶液的容积，即可计算出溶液的浓度。

用直接法配制标准溶液的物质，必须具备下列条件：

1. 物质具有较高纯度，要求纯度 $\geq 99.9\%$ 。
2. 物质的组成必须与化学式相吻合（包括结晶水的含量）。
3. 性质稳定。

符合上述条件的物质被称为“基准物质”或“基准试剂”，可直接配制成标准溶液。为了降低称量误差，通常还要求基准物质具有较大的摩尔质量。此外，基准物还应易溶且价廉易得。常用的基准物包括 Na_2CO_3 、 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 、 CaCO_3 、 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 、邻苯二钾酸氢钾等。

但是大多数情况下，用来制备标准溶液的物质无法满足上述要求，如盐酸挥发、氢氧化钠中含有水分和碳酸钠等。这些物质的标准溶液就不能使用直接法进行配制。

二、间接配制法

间接配制法又称标定法。该法是先粗略称取一定量物质或量取一定体积的试剂，配制成近似于所需要浓度的溶液，再用基准物质或另一种物质的标准溶液，用滴定分析法测定该溶液的浓度。这种测定标准溶液浓度的过程被称为标定。标定必须重复几次（至少3次），最后取其平均值。

第四节 滴定分析主要仪器及其操作方法

滴定分析使用的玻璃仪器主要包括滴定管、移液管、容量瓶等可准确测量溶液体积的仪器，以及锥形瓶、量筒、烧杯等非定容仪器。

一、玻璃器皿的清洗

实验用玻璃器皿必须洁净。洗涤玻璃器皿时，应根据实验性质、要求以及仪器上沾污物的性质选择合适的洗涤方法。一般采用清洁剂（洗洁精、洗衣粉、去污粉、洗液、有机溶剂等）、自来水、去离子水清洗的顺序，以少量多次为原则进行洗涤。以器壁不挂水珠为洗涤标准。

1. 洗洁精、洗衣粉、去污粉等一般用于可用毛刷直接刷洗的仪器，如烧杯、锥形瓶、试剂瓶等。
2. 对于不便于使用毛刷的仪器，如滴定管、移液管、容量瓶等，可用洗液进行清洗。
3. 氯仿、乙醚、乙醇等有机溶剂可用于油脂类污物仪器的洗涤。

二、滴定管及操作方法

滴定管是用于滴加标准溶液并确定溶液体积的计量玻璃仪器。其上部为带有刻度的细长玻璃管，下端为滴液的尖嘴，一般分为酸式滴定管和碱式滴定管两种。酸式滴定管可用于酸性、中性及氧化性的标准溶液，下端有一个控制滴液流速的玻璃旋塞；碱式滴定管的下端为带一个玻璃珠的乳胶管连接的尖嘴玻璃管，适宜装碱性的滴定剂。

滴定管按照容积又被分为常量、半微量和微量滴定管。常用的常量滴定管的容积为50 mL，最小刻度为0.1 mL，读数时可读至0.01 mL。每次滴定消耗溶液的体积最好在20 mL以上，以减小滴定管的读数误差。

滴定管在使用的过程中，需经洗涤、涂油、试漏、赶气泡等准备步骤后才能开始滴

定，主要步骤的操作方法如下：

1. 查漏和涂油

酸式滴定管：查漏时需将经洗涤洁净的滴定管旋塞关闭，装入去离子水至零刻度以上，然后夹在滴定管架上直立约 2 min，仔细观察液面是否下降、滴定管下端有无滴水及旋塞缝隙是否渗水。然后将旋塞转动 180°，再同上进行观察。

为使酸式滴定管的旋塞转动灵活并防止其漏水，需在旋塞与塞套内壁涂少许的凡士林作润滑剂。涂凡士林时，通常是先将旋塞取出、拭干，在旋塞两端沿圆周涂一薄层凡士林（图 1-5），然后将旋塞插入塞套中，向同一方向旋转旋塞至其呈均匀透明状，再在旋塞尾端套一橡皮圈，使之固定。注意凡士林不能涂得太多，否则易使旋塞中的小孔或滴定管尖堵塞。

碱式滴定管：查漏时，应检查橡胶管是否老化，玻璃珠大小是否合适等。

若为带聚四氟乙烯旋塞的通用型滴定管，则仅通过调节螺丝松紧即可。

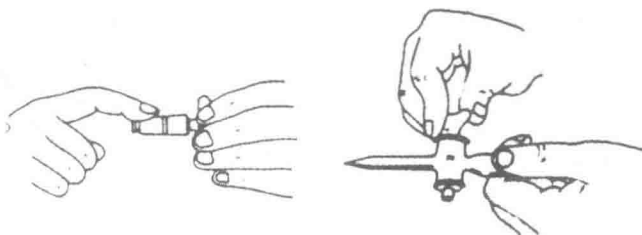


图 1-5 涂凡士林

2. 装溶液与排气泡

将标准溶液摇匀，润洗滴定管内壁 3 次（每次 10~15 mL）后，将溶液直接倒入滴定管至零刻度以上。检查酸式滴定管尖嘴处和碱式滴定管橡胶管内是否有气泡。

酸式滴定管的气泡，可用右手拿滴定管并使滴定管倾斜约 30°，左手迅速打开旋塞使溶液冲出排除。

排除碱式滴定管的气泡时，可将装满标准溶液的滴定管置于滴定管架上，用左手的拇指和食指捏住玻璃珠部位稍上端，将橡胶管向上弯曲，尖嘴倾斜向上，用力挤捏橡胶管，使溶液从管口喷出，除去气泡（如图 1-6）。气泡排出后，左手应边挤捏橡胶管，边将橡胶管放直，待橡胶管放直后才能松开拇指和食指，否则气泡排不干净。

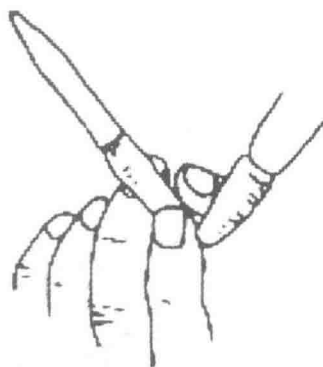


图 1-6 碱式滴定管赶气泡

3. 滴定操作

排气后，补加标准溶液至零刻度以上，然后调节液面至零刻度附近，读取读数。

使用酸式/通用滴定管滴定时，用左手控制活塞，拇指在前，食指和中指在后，握持活塞柄，无名指与小指弯曲在活塞下方和滴定管之间的直角内。转动活塞时，手掌微曲，

中心要空(如图 1-7)。滴定时应注意手心不要向外顶,以免活塞松动造成漏液。

使用碱式滴定管操作时,应用左手的拇指和食指捏挤橡胶管,将玻璃珠向另一边挤压,管内形成缝隙,使溶液流出(如图 1-8)。注意不能用力捏玻璃珠,不能使玻璃珠上下移动;不能挤捏玻璃珠下端的橡胶管,否则松开手时会有空气进入玻璃管形成气泡。

滴定时要边摇溶液边进行滴定,以使滴定剂与待测物迅速反应。在锥形瓶中滴定时,应用右手的拇指、食指和中指夹住锥形瓶的颈部,使瓶底离台面高 2~3 cm,将滴定管尖嘴深入瓶内约 1 cm 处,按顺(或逆)时针方向边摇边滴(如图 1-7)。在烧杯中滴定时,应将烧杯放在滴定台上,右手持玻璃棒边搅拌溶液边滴定(如图 1-8),搅拌时应注意玻璃棒不要碰到烧杯壁和底部。



图 1-7 在锥形瓶中滴定的操作姿势

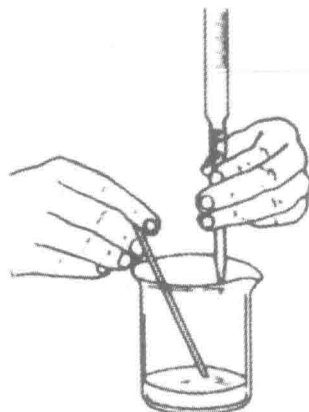


图 1-8 在烧杯中滴定的操作姿势

滴定过程中应该注意以下几点:

(1) 每次滴定尽量从零刻度附近开始,以减小滴定误差。

(2) 滴定过程中,要注意观察溶液滴落点周围颜色的变化,左手始终不离旋塞,控制滴定速度。

(3) 掌握逐滴滴加、以及加半滴溶液的技术。

4. 滴定管的读数

读数应遵守以下原则:

(1) 注入或放出溶液后,需等待 30 s~1 min 才能读数(使附着在内壁上的溶液流下)。

(2) 应将滴定管从滴定管架上取下,用右手拇指和食指捏住滴定管上端无刻度处使其保持垂直后读数。

(3) 对于无色溶液或浅色溶液,读数时应读溶液弯月面下沿实线的最低点(带有蓝线的滴定管,读数时应读两个弯月面在蓝线上的相交点);当溶液为深色,无法观察下沿时,可以读液面两侧最高点。注意“初读”与“终读”应采用同一标准。

(4) 读数时,视线须与读数位置如弯月面处于同一水平面,如图 1-1 所示。

(5) 常量滴定管应读至 0.01 mL 位,最后一位须估读。