



普通高等教育“十三五”规划教材  
全国高等医药院校规划教材

供中药学、药学与检验各专业使用

# 分析化学与仪器分析实验

苏明武 主编

 科学出版社

普通高等教育“十三五”规划教材  
全国高等医药院校规划教材

供中药学、药学与检验各专业使用

# 分析化学与仪器分析实验

苏明武 主编

科学出版社

北京

## 内 容 简 介

本书是普通高等教育“十三五”规划教材之一,分析化学课程全套共有五本,本书为其中《分析化学与仪器分析实验》,分析化学、仪器分析与波谱解析是中医药与医药院校药学类、中药学类与检验类等各专业的一门极其重要的专业基础课。本书共三章,第一章是分析化学实验;第二章是仪器分析实验;第三章是波谱解析实验。还选编了一些综合与设计性实验,以期通过综合实验的训练,使学生能够贯通所学理论知识,通过设计性试验的训练,在资料查阅、设计试验方案并完成实验的过程中,使学生能够灵活应用所学分析方法。通过系列训练,使学生逐步掌握科学研究的技能与方法,为后续课程学习与将来工作奠定良好的基础。

本书可供全国高等院校药学、中药学、药物制剂、制药工程、食品科学、生物技术、医学检验等相关专业使用。

### 图书在版编目(CIP)数据

分析化学与仪器分析实验 / 苏明武主编. —北京: 科学出版社, 2017.8  
普通高等教育“十三五”规划教材·全国高等医药院校规划教材  
ISBN 978-7-03-053983-0

I. ①分… II. ①苏… III. ①分析化学-化学实验-医学院校-教材  
②仪器分析-实验-医学院校-教材 IV. ①O65-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第170899号

责任编辑: 郭海燕 王 鑫 / 责任校对: 郑金红

责任印制: 赵 博 / 封面设计: 陈 敬

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

保定市中华美凯印刷有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

\*

2017年8月第一版 开本: 787×1092 1/16

2017年8月第一次印刷 印张: 9

字数: 200 000

定价: 29.80元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

# 《分析化学与仪器分析实验》编委会



主 编 苏明武

副主编 黄荣增 姚卫峰 黄文瑜 田 婧 康 安

编 委 (以姓氏笔画为序)

王玲玲	辽宁中医药大学
邓海山	南京中医药大学
田 婧	北京城市学院
白 雪	浙江中医药大学
苏 超	湖北中医药大学
苏明武	湖北中医药大学
李 苑	湖北中医药大学
李 斌	湖南中医药大学
杨 敏	湖北中医药大学
杨 琴	湖北中医药大学
宋成武	湖北中医药大学
张 丽	南京中医药大学
张 祎	天津中医药大学
陈晓霞	辽宁中医药大学
苗建伟	湖北中医药大学
周江煜	广西中医药大学
单鸣秋	南京中医药大学
姚卫峰	南京中医药大学
姚雪莲	江西中医药大学
夏林波	辽宁中医药大学
唐尹萍	湖北中医药大学
黄文瑜	湖北中医药大学
黄荣增	湖北中医药大学
曹雨诞	南京中医药大学
康 安	南京中医药大学
彭晓霞	甘肃中医药大学
韩疏影	南京中医药大学
程芳芳	南京中医药大学
薛 璇	安徽中医药大学

# 前 言

分析化学、仪器分析与波谱解析是中医药与医药院校药学类、中药学类与检验类等专业的三门极其重要的专业基础课。这三门课程的实验是其重要组成部分,旨在通过实验课程的实践,使学生加深对基础理论、基本知识的理解,正确和较熟练地掌握化学分析、仪器分析和波谱分析实验的基本操作与技能;使学生学会正确合理地选择实验条件和实验仪器,善于观察实验现象并进行实验记录,正确处理、表达实验数据与实验结果;培养学生良好的实验习惯、实事求是的科研态度和严谨细致的工作作风,以及独立思考与分析问题、解决问题的能力。

《分析化学与仪器分析实验》一书是全国高等院校中医药类专业“十三五”规划教材《分析化学》《仪器分析》《波谱解析》的配套教材,供全国高等院校药学、中药学、药物制剂、制药工程、食品科学、生物技术、医学检验等相关专业使用。为了使本书具有普适性,作者尽可能对每种常用的分析方法设置多个实验,以便各院校在实际教学中选用。

本书共三章,第一章是分析化学实验,实验内容涵盖酸碱滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法、沉淀滴定法和重量分析法;第二章是仪器分析实验,实验内容涵盖电位分析法、紫外-可见分光光度法、原子吸收光谱法、荧光分光光度法、红外光谱法、经典液相色谱法、气相色谱法、高效液相色谱法;第三章是波谱解析实验,实验内容涵盖核磁共振波谱法、色-质联用技术等仪器分析方法。各种分析方法除配备了一定量的基础实验,还选编了一些综合与设计性实验,以期通过综合实验的训练,使学生能够贯通所学理论知识;通过设计性实验的训练,在资料查阅、设计实验方案并完成实验的过程中,使学生能够灵活应用所学分析方法。通过一系列训练,使学生逐步掌握科学研究的技能与方法,为后续课程学习与将来参加工作奠定良好的基础。

本书的编写成员来自国内多所中医药院校,均是工作在分析化学教学一线的教师,具有较高的学术水平和丰富的教学实践经验。参编学校有湖北中医药大学、南京中医药大学、辽宁中医药大学、甘肃中医药大学、天津中医药大学、湖南中医药大学、广西中医药大学、北京城市学院、江西中医药大学。

在本书的编写过程中,编者参阅了相关书籍和资料,在此向编者表示深深的谢意。科学出版社的编辑们为本书的出版做了大量细致的编辑工作,在此对他们致以衷心的感谢。

由于编者水平有限,书中存在的不妥和欠缺之处,敬请批评指正。

编 者

2017年6月

# 目 录

第一章 分析化学实验	1
实验一 分析化学实验基础知识与基本操作	1
实验二 综合性实验——分析天平的使用与称量、几种容量仪器的操作与使用及酸碱标准溶液的配制与滴定练习	4
实验三 综合性实验——0.1mol/L HCl 标准溶液的配制、标定与混合碱中各组分的含量测定	14
实验四 综合性实验——0.1mol/L NaOH 标准溶液的配制、标定与水溶液中多元酸的含量测定	18
实验五 综合性实验——0.1mol/L 高氯酸标准溶液的配制、标定与水杨酸钠的含量测定	21
实验六 综合性实验——0.01mol/L EDTA 标准溶液的配制、标定与水的硬度测定	23
实验七 中药白矾的含量测定	26
实验八 混合物中钙和镁的含量测定	27
实验九 综合性实验——0.01mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制、标定与间接碘量法定胆矾中硫酸铜的含量	29
实验十 综合性实验——0.05mol/L $\text{I}_2$ 标准溶液的配制、标定与维生素 C 含量的测定	33
实验十一 综合性实验——0.02mol/L $\text{KMnO}_4$ 标准溶液的配制、标定与硫酸亚铁的含量测定	35
实验十二 葡萄糖的含量测定	38
实验十三 铜盐的含量测定	39
实验十四 综合性实验——0.1mol/L 硝酸银标准溶液的配制、标定与氯化铵的含量测定	40
实验十五 葡萄糖的干燥失重	43
实验十六 芒硝中硫酸钠的含量测定	45
实验十七 生药中灰分的含量测定	48
第二章 仪器分析实验	50
实验一 综合性实验——pH 的测定、电位滴定法测定乙酸的浓度与离解平衡常数	50
实验二 饮用水中氟离子的含量测定	54
实验三 永停滴定法标定 0.005mol/L 碘标准溶液	57
实验四 综合性实验——可见分光光度计的性能检验与水中微量铁的含量测定	58
实验五 维生素 $\text{B}_{12}$ 的定性鉴别与含量测定	62
实验六 芦丁的含量测定	64
实验七 银黄口服液中黄芩苷的含量测定	66
实验八 设计性实验——可见分光光度法测定铁的条件试验	68
实验九 双波长分光光度法测定安钠咖注射液中咖啡因的含量	69

实验十	综合性实验——红外分光光度计的性能检查及阿司匹林的红外光谱测定	71
实验十一	苯甲酸红外吸收光谱的测绘及定性鉴别	73
实验十二	红外分光光度法测定苯乙酮和乙酰苯胺的结构	75
实验十三	原子吸收分光光度法测定水中铜(钙、镁)的含量	76
实验十四	肝素钠中杂质钾盐的限量测定	78
实验十五	感冒冲剂中铜的含量测定	80
实验十六	综合性实验——荧光分光光度计的性能检查及利血平片剂中利血平的含量测定	81
实验十七	荧光分光光度法测定硫酸奎宁的含量	83
实验十八	荧光分光光度法测定盐酸土霉素的含量	84
实验十九	综合性实验——硅胶薄层板的制备、吸附剂的活度测定及丹参注射液的定性鉴别	85
实验二十	柱色谱法分离、纯化中药黄连中的生物碱	90
实验二十一	柱色谱法分离菠菜中的植物色素	91
实验二十二	薄层色谱法测定氧化铝的活度	93
实验二十三	薄层色谱法分离及鉴别药物组分	95
实验二十四	蛋氨酸和甘氨酸的纸色谱分离和鉴定	97
实验二十五	气相色谱仪的基本操作与色谱柱性能检查	99
实验二十六	气相色谱法定量测定吡咯卡品中甲苯的含量	101
实验二十七	综合性实验——气相色谱法分离鉴定苯、甲苯、二甲苯与麝香祛痛搽剂中冰片的定性鉴别和含量测定	103
实验二十八	顶空气相色谱法(HS-GC)测定维生素C残留的甲醇、乙醇含量	107
实验二十九	高效液相色谱仪的基本操作与色谱柱性能检查	108
实验三十	综合性实验——心可舒片中葛根素的高效液相色谱系统适应性试验、定性鉴别与含量测定	111
实验三十一	高效液相色谱法测定丹参中丹参酮Ⅱ <sub>A</sub> 的含量	113
实验三十二	高效液相色谱法测定槐花中芦丁的含量	114
实验三十三	高效液相色谱法测定对乙酰氨基酚的含量	116
实验三十四	高效液相色谱法测定可乐中咖啡因的含量	117
实验三十五	高效液相色谱法定量分析药品中的残留苯含量	118
<b>第三章</b>	<b>波谱解析实验</b>	<b>121</b>
实验一	丹参酮Ⅱ <sub>A</sub> 一维氢谱和一维碳谱的测定和解析	121
实验二	芹菜素的HMBC谱的测定和解析	123
实验三	气相色谱-质谱法定性鉴别薄荷油挥发性成分	128
实验四	高效液相色谱-质谱法对双黄连口服液中绿原酸和咖啡酸的定性和定量分析	129
<b>附录</b>		<b>132</b>
附录1	国际相对原子质量( <sup>12</sup> C=12)	132
附录2	常用化合物相对分子质量	133
附录3	常用酸碱密度与浓度	135
附录4	常用基准物及其干燥条件	135
附录5	常用酸碱指示剂	135
附录6	常用混合酸碱指示剂	136
附录7	常用标准缓冲溶液pH	136

# 第一章 | 分析化学实验

## 实验一 分析化学实验基础知识与基本操作

### 一、基本要求

**1. 对学生的要求** 分析化学是一门实践性很强的科学。分析化学实验的任务就是加深学生对分析化学基本理论的理解,掌握分析化学实验的基本技能,养成严谨、实事求是的科学作风。通过实验,树立严格“量”的概念,学会实验数据的处理方法。为此,对学生提出以下要求。

(1) 实验前:每次实验前应做好预习,目的是明确有关原理、实验方法,了解实验过程与思考实验中可能遇到的问题,做到心中有数。

(2) 实验中:①每人必备实验记录本,随时将实验中的数据和现象如实、清楚、正确地记录下来。②实验中应手、脑并用,仔细观察,认真思考,不能只是“照方抓药”。③应严格遵守操作程序及规程。使用不熟悉的仪器和试剂之前,应查阅有关书籍或请教指导教师,以防意外发生。④实验时应保持实验室、各自实验台及仪器的整洁,仪器放置有序,节约试剂、试药,废液按规定排放。

(3) 实验毕:①将所用仪器及时洗涤干净,关闭水、电阀门。②对实验结果和数据及时整理、计算和分析。

**2. 对水的要求** 根据分析任务和要求的不同,所用水的纯度也不同。一般分析工作采用蒸馏水或去离子水即可;在做光谱和色谱分析实验时有时要用纯度高的“超纯水”。分析实验中的配位滴定和银量法对用水的纯度要求较高。

纯水的制备常用蒸馏法和离子交换法。表 1-1 为实验室用水的级别及主要指标。

表 1-1 分析实验用水的级别和主要技术指标(引自 GB 6682-92)

指标名称	一级	二级	三级
pH 范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)(mS/m)	≤0.01	≤0.01	≤0.05
电阻率(MΩ·cm)	10	1	0.2
可氧化物质(以 O 计)(mg/L)	—	0.08	<0.4
蒸发残渣(105℃±2℃)(mg/L)	—	≤1.0	≤2.0



指标名称	一级	二级	三级
吸光度(254nm, 1cm 光程)	≤0.001	≤0.01	
可溶性硅(以 SiO <sub>2</sub> 计)(mg/L)	<0.01	<0.02	

### 3. 对试剂的要求

见附录 1。

## 二、事故预防与处理

### 1. 试剂的取用

- (1) 实验时取用试剂应注意保持清洁, 防止污染。所用试剂不得随意散失、遗弃。
- (2) 取用固体试剂应用干燥的小药匙。取用强碱性试剂, 如 NaOH, 小药匙应立即洗净, 以免被腐蚀。
- (3) 用吸量管吸取试剂溶液时, 绝不能用未经洗净的同一吸量管插入不同的试剂瓶中吸取试剂。
- (4) 开启贮有挥发性液体的瓶塞时, 必须先充分冷却然后开启, 开启时瓶口必须指向无人处。如遇瓶塞不易开启时, 必须注意瓶内贮物的性质, 切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞等。
- (5) 所配试剂、试剂瓶上都应贴有明确标签。

### 2. 事故预防

- (1) 使用有毒试剂, 如汞盐、氰化物、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 等要特别小心, 使用时必须戴手套, 操作后立即洗手。注意严禁在酸性介质中加入氰化物。
- (2) 使用易燃、易爆有机溶剂应远离火源或热源。
- (3) 使用易燃、易爆气体, 如氢气、乙炔等要保持室内空气畅通, 严禁明火。
- (4) 使用电器时, 不能用湿手或手握湿物接触电插头。实验后应切断电源, 再将连接电源的插头拔下。
- (5) 用各种浓酸时(如 HCl、HNO<sub>3</sub>、HClO<sub>4</sub>)应在通风橱中进行, 通常应把浓酸慢慢倒入水中, 而不要把水加入浓酸中。
- (6) 实验中的废弃物应按规定存放。一些有毒、有腐蚀性的废液应小心倒入废液缸中, 切勿倒入水池中。用过的有机溶剂应倒入回收瓶中集中处理, 不可倒入水池中排放。

### 3. 事故处理

- (1) 如在实验过程中着火, 应尽快切断电源和燃气源, 并移开附近的易燃物品。小火可用湿布或黄沙盖熄。火势较大时应选择合适的灭火器材灭火。
- (2) 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服上。在眼睛受到伤害时, 必须立即送医院请眼科医生诊治。如果眼睛被溶于水的化学药品灼伤, 应先用大量的细小水流洗涤眼睛。皮肤被碱灼伤时, 用 20% 硼酸溶液淋洗; 酸灼伤时用 3% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 溶液淋洗。

(3) 割伤时应取出伤口中的玻璃或固体物,用蒸馏水冲洗后涂上红药水。大伤口应先按紧主血管防止大量出血,立即送医院处理。

(4) 烫伤时涂以鞣酸油膏或立即送医院处理。

### 三、实验记录、数据处理与实验报告

**1. 实验记录** 实验记录是出具实验报告的原始依据,为保证实验结果的准确性,实验记录必须真实、完整、规范、清晰。实验记录时应注意以下几点。

(1) 数据严禁记录在小纸片上。记录本的篇页应编号,不应随便撕去。

(2) 记录或计算若有错误,应划掉重写,不得涂改,绝不允许凑数据。

(3) 应清楚、如实、准确地记录实验过程中所发生的重要实验现象、所用的仪器及试剂、主要操作步骤、测量数据及结果。

(4) 实验记录应用钢笔、圆珠笔、签字笔等书写,不得用铅笔。

(5) 数据记录时应严格按照有效数字的保留原则记录测量数据。有效数字是指在分析工作中实际上能测量到的数字,记录时应保留一位欠准数(即末位有误差),其余均为准确值,即应记录至仪器最小分度值的下一位。

#### 2. 数据处理

(1) 有效数据的修约:定量分析往往要经过一系列步骤,在各步实验中所测定的数据,由于测量的准确程度不尽相同,其有效数字的位数亦不相同,对有效数字位数较多的测量值应将多余的数字舍弃。

(2) 可疑数据的取舍:首先删除由于明显原因而与其他测定结果相差甚远的数据;其次通过  $Q$  检验或  $G$  检验对可疑数据进行取舍。

(3) 精密度考察:一般用标准偏差  $S$  或相对标准偏差  $RSD$  表示测定结果的精密度。

(4) 分析结果的计算:计算分析结果时,每个测量值的误差都会传递到分析结果中,有效数字的运算应根据误差传递规律,按照有效数字的运算规则进行,并对计算结果的有效数字合理取舍。

**3. 实验报告** 实验完成后,应及时写好实验报告,对实验进行总结和讨论。一般应包括以下内容。

(1) 实验编号、实验名称、实验日期、实验者:可作为实验报告的标题部分。

(2) 实验目的:按掌握、熟悉、了解三个层次简要说明本实验的目的和基本要求。

(3) 实验原理:可用文字简要说明,亦可用化学反应方程式来表示,要简明、清晰。

(4) 仪器与试剂:包括仪器名称、型号、厂家等;主要玻璃器皿的规格、数量等;主要试剂的品名、规格、浓度等。

(5) 实验步骤:简要列出各实验步骤,可用流程图表示,不要照抄教材原文。同时记录所观察到的实验现象。

(6) 实验数据及处理:列出实验所测得的有关数据并进行必要的处理。可采用表格、图等形式将数据表示出来,按公式计算结果和结果的精密度,给出结论。

(7) 讨论:归纳实验成功与失败的原因,并进行讨论。特别是分析结果出现较大误差或

实验完成失败时，应分析产生误差或导致失败的原因，总结经验教训，提高分析和解决问题的能力。

## 实验二 综合性实验——分析天平的使用与称量、几种容量仪器的操作与使用及酸碱标准溶液的配制与滴定练习

### 第一部分 分析天平的使用与称量

#### 一、实验目的

1. 熟悉分析天平的结构。
2. 掌握分析天平的正确使用方法。
3. 掌握直接称量和减重称量的方法。

#### 二、实验原理

##### (一) 分析天平的类型

分析天平是进行定量分析的最重要的精密仪器之一，正确使用分析天平是分析工作的前提。分析天平种类较多，在此介绍目前实验室常用的电光分析天平和电子分析天平。

##### 1. 电光分析天平

(1) 原理及构件：电光分析天平根据杠杆原理设计制造。主要构件见图 1-1。

1) 天平箱：起保护天平的作用。在称量时，为了减少外界温度、空气流动、人的呼吸等的影响，称量时应随时关门；箱下装有三只脚，前面两只脚是螺旋脚，用于调整天平的水平位置，三只脚都放在垫脚中。

2) 支柱和水平泡：支柱是金属做的中空圆柱，下端固定在天平底座中央，支撑着天平横梁。在支柱上装有一水平泡，指示螺旋脚调节天平是否放置水平。

3) 天平横梁：是天平的主要部件。多用质轻坚固、膨胀系数小的铝铜合金制成，起平衡和承载物体的作用。梁上装有三棱形的玛瑙刀，其中一个装在正中的称为中刀或支点刀，刀口向下，另外两个分别与中刀等距离地安装在梁的两端，称为边刀或承重刀，刀口

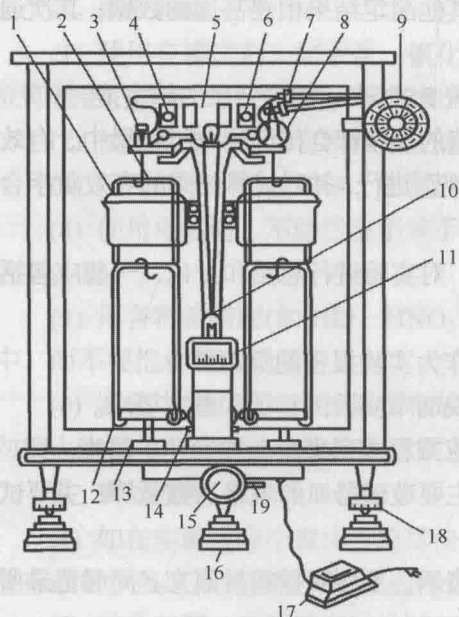


图 1-1 半自动电光分析天平

- 1-阻尼器；2-挂钩；3-吊耳；4、6-平衡砵；5-横梁；7-环码钩；8-环砵；9-指数盘；10-指针；11-投影屏；12-秤盘；13-盘托；14-光源；15-旋钮；16-垫脚；17-变压器；18-螺旋脚；19-拨杆

向上。三个刀口必须完全平行且位于同一水平面上。

4) 吊耳和天平秤盘: 吊耳挂在两个边刀上, 下面挂有秤盘。TG-328A 型全自动天平, 左盘放砝码, 右盘放被称物。TG-328B 型半自动天平, 左盘放被称物, 右盘放砝码。

5) 空气阻尼器: 由两个特制的金属圆筒构成, 外筒固定在支柱上, 内筒比外筒略小, 悬于吊耳钩下, 两筒间隙均匀, 没有摩擦。当梁摆动时, 左右阻尼器的内筒也随着上下移动, 为使筒内外空气的压力一致, 产生抵制膨胀和压缩的力, 即抑制梁摆动的力。这样利用筒内空气阻力使之很快停摆, 达到平衡, 以加快称量速度。

6) 盘托和升降枢: 为了使天平盘在不载重时稳定, 或在称量时防止梁倾斜过度, 在盘下装有盘托, 为了使天平梁支撑起来进行称量, 应用旋钮控制升降枢, 将梁托起进行称量。

7) 平衡铤: 在梁的上部, 两端各装有一个平衡螺丝, 用来调节天平的零点。

8) 砝码和环码: 半自动电光天平 1g 以下 10mg 以上的环码由指数盘操纵, 如 TG-328B 型: 砝码采用 1、2、2<sup>\*</sup>、5 组合系统, 每盒放有 1、2、2<sup>\*</sup>、5、10、20、20<sup>\*</sup>、50、100(g) 共 9 个砝码, 环码采用 1、1<sup>\*</sup>、2、5 方式组合, 从前向后依次悬挂的环码是 10、10<sup>\*</sup>、20、50、100、100<sup>\*</sup>、200、500(mg), 通过指数盘带动操纵杆加减环码。全自动电光天平砝码及环码全部由指数盘操纵, 如 TG-328A 型, 全部砝码都悬挂在机械加码器上。

9) 指针和感量螺丝: 指针固定在横梁的正中, 下端的后面有一块刻有分度的标牌。指针上装有感量螺丝, 用来调节梁的重心, 以改变天平的灵敏度。可根据指针偏斜的方向判断轻重, 指针向左偏, 左盘轻, 指针向右偏, 右盘轻。

10) 光学读数装置: 在指针下端装有一个透明的微分标尺, 后面用灯光照射, 标尺经透镜放大 10~20 倍, 再由反射镜反射到投影屏上, 直接读出 10mg 以下的质量。可根据投影屏上标尺移动方向判断轻重, 标尺向左移动, 左盘重, 向右移动, 右盘重。

## (2) 基本操作

1) 称量: 将物品放在秤盘上, 估计物品大致质量, 加砝码或环码, 缓慢打开天平旋钮, 根据指针或标尺移动方向判断两边秤盘的轻重; 关闭天平旋钮, 加减环(砝)码(由大到小, 折半加减), 直至打开天平旋钮时指针停留在标尺范围内。

2) 读数: 将砝码、环码、标尺读数累加, 并记录(如 21.2344g), 即为物品质量。

## 2. 电子分析天平

(1) 原理、构件及功能: 电子天平根据电磁力平衡原理设计制造, 是最新一代的天平。

电子天平用弹簧片取代电光分析天平的玛瑙刀口作支承点, 用差动变压器取代升降枢装置, 用数字显示替代刻度指针指示, 具有使用寿命长、性能稳定、操作简便和灵敏度高的特点。电子天平具有自动校正、自动去皮、超载指示和故障报警等功能及质量电信号输出功能, 可与打印机、计算机联用(图 1-2)。

分析化学实验室常用电子分析天平的规格有万分之一和十万分之一。

(2) 基本操作: ①调水平, 接通电源, 预热。②按下“ON”键, 待自检通过, 将物品放于秤盘上, 天平达到



图 1-2 电子天平

平衡时记录显示屏读数。③称量结束，按下“OFF”键。(若非长期不用，电源不需断开。)

## (二) 称量方法

**1. 指定量称量法(增量法)** 指定量称量法是指称取一定质量的试样的方法，在标准溶液直接配制和分析实验时常用。称量时根据需要及试样性质，可将试样置于称量纸或干燥的小烧杯、表面皿等器皿内称量，先对器皿称量(如是电子天平，可启用去皮功能)，再用小牛角勺逐渐加入试样，直至达到要求的质量(图 1-3)。该法适用于称取在空气中不易吸湿的、性质稳定的粉末状样品。

**2. 减量法(递减称量法或差量法)** 此法将样品置于称量瓶中，先称出称样前样品+称量瓶的质量( $W_1$  g)，然后从称量瓶内敲出要求质量的样品，再称出敲出样品后样品+称量瓶的质量( $W_2$  g)，第一份样品质量即为( $W_1 - W_2$ )g，继续敲出要求质量的样品并称出敲出样品后样品+称量瓶的质量( $W_3$  g)，第二份样品质量即为( $W_3 - W_2$ )g(图 1-4)。该法的特点是连续称取  $n$  份样品时，需称量( $n+1$ )次。此法常用于称量易吸水、易氧化或易与  $\text{CO}_2$  反应的物质。

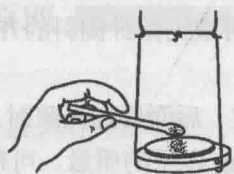


图 1-3 指定重量称量法



图 1-4 减量法

**3. 直接称量法** 此法可以直接称出样品的质量。通常用于某些在空气中性质稳定的物质，如金属、合金等。可将样品放于已知准确质量的干燥清洁的表面皿或称量纸上，称出质量，减去表面皿或称量纸的质量即为样品质量。

## 三、实验内容

**1. 熟悉仪器** 观察并熟悉天平的构造、性能及按钮功能。

**2. 称量练习**

(1) 直接称量法。

(2) 增量法(指定量称量法)：称样量， $0.2\text{g}(\pm 10\%, 0.18\sim 0.22\text{g})$ 。

(3) 减量法：称样量， $0.2\text{g}(\pm 10\%, 0.18\sim 0.22\text{g})$ 。

## 四、数据记录与处理

依次用直接称量法、减量法、指定量称量法称取一定质量的样品，将实验数据记入下表：

样品重量 $m/g$	1	2	3
称量方法			
直接称量法			
增量法			
减量法			

## 五、注意事项

1. 称量操作时应戴上手套或用纸条取放称量瓶。
2. 称量时按质量从大到小的顺序加减砝码。
3. 天平使用结束后,认真检查天平的电源、升降枢纽、加码器及天平盘内的砝码是否复原。

## 六、思考题

1. 在减量法称取样品过程中,若称量瓶内的试样吸湿,会对称量结果造成什么影响?若试样倾入锥形瓶内再吸湿,对结果是否有影响?为什么?
2. 在称量中如何运用优选法较快地确定物品的质量?
3. 在减量法称量中,零点是否要求绝对准确?是否参加计算?
4. 在称量练习的记录和计算中,如何正确运用有效数字?

## 第二部分 几种容量仪器的操作与使用

### 一、实验目的

掌握各种容量仪器的正确使用方法。

### 二、实验原理

滴定分析仪器主要包括滴定管、容量瓶和移液管等,它们的正确使用是获得准确分析结果的重要因素。下面分别介绍它们的使用方法。

#### 1. 滴定管

(1) 滴定管(图 1-5)是用来进行滴定的仪器,用于测量在滴定中所用溶液的体积。滴定管分为酸式滴定管和碱式滴定管。酸式滴定管下端有玻璃活塞,可盛放酸液和氧化剂,不能放碱液,因为碱液会使活塞与活塞套黏合,难于转动。碱式滴定管下端连一橡皮管,内放一玻璃珠,以控制溶液流出,下面再连一尖嘴玻璃管,可用于盛放碱液,而不能盛放酸或氧化剂等腐蚀橡胶的溶液。滴定管有 10ml、25ml 和 50ml 等不同体积。例如,25ml 滴定管就是把滴定管分成 25 等份,每份为 1ml,1ml 中再分 10 等份,每一小格为 0.1ml,读数时,在每一小格之间可再估

读出 0.01ml。

## (2) 滴定管的使用

1) 涂油与试漏：将洗净的滴定管活塞拔出，用滤纸将活塞套擦干，在活塞粗端与细端分别均匀涂一薄层凡士林，把活塞插入活塞套内，来回转动数次，直到从外面观察时呈透明(图 1-6)，然后在活塞末端套一橡皮圈，以防止使用时活塞被顶出。最后将滴定管内装入蒸馏水，置滴定管架上直立 2min，观察有无水滴滴下，活塞缝隙中是否有渗出。然后将活塞旋转 180° 再观察，不漏水即可使用。

2) 洗涤：滴定管的洗涤可用滴定管刷刷洗，用水和毛刷刷洗仪器，可以去掉仪器上附着的尘土、可溶性物质及易脱落的不溶性物质。也可用铬酸洗液洗，用铬酸洗液洗酸式滴定管时，可将洗液倒入滴定管，浸泡一段时间；洗碱式滴定管时应先把橡皮管卸下，把橡皮头套在滴定管底部，然后倒入洗液洗涤。滴定管上附着的洗液应先用自来水反复冲洗干净，最后用蒸馏水润洗三次。洗净的玻璃仪器内壁应能被水均匀地润湿而不挂水珠，并且无水的条纹。

铬酸洗液的配制：将 25g  $K_2Cr_2O_7$  置于烧杯中，加 50ml 水溶解，然后在不断搅拌下，慢慢加入 450ml 浓  $H_2SO_4$ ，溶液呈深褐色，具有强酸性、强氧化性，对有机物、油污等的去污能力特

别强。太脏的仪器应用水冲洗并倒尽残留的水后，再加入铬酸洗液清洗，以免洗液被稀释。洗液可反复使用，用后倒回原瓶并密闭，以防吸水(注意洗液千万不可倒入水池中)。当洗液由棕红色变为绿色时即失效。

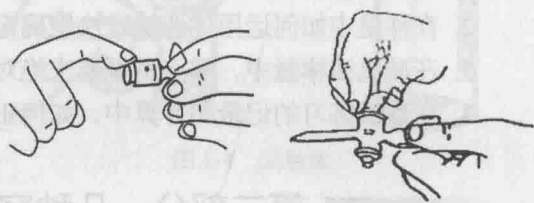


图 1-6 活塞涂油与活塞插入

图 1-5 滴定管

实验中常用的移液管、容量瓶和滴定管等具有精确刻度的玻璃器皿，可选择恰当的洗液来洗。NaOH 或乙醇溶液洗涤附着有机物的玻璃器皿，效果较好。

3) 装液与排气：洗净的滴定管应用操作溶液润洗 3 次，每次用 7~8ml，目的是防止操作溶液被稀释。其方法是注入溶液后，将滴定管横过来，慢慢转动，使溶液流遍全管，然后将溶液自下口放出。润洗好后将操作溶液充满滴定管(注意装溶液时要从试剂瓶直接倒入滴定管，不要经过漏斗等其他容器)，此时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，使溶液急速流下以驱走气泡；如为碱式滴定管，则可将橡皮管向上弯曲，并使尖嘴口稍高于玻璃珠所在处，用两手挤压，使溶液从尖嘴口流出，气泡即可除尽(图 1-7)。

4) 滴定管读数：读数时，应将滴定管垂直夹在滴定管夹上，滴定管内的液面呈弯月形，浅色溶液读数时，眼睛视线与溶液弯月面下缘最低点应在同一水平上；深色溶液读数时，其弯月面难以看清，读数时可观察液面的上缘。读数时应估计到 0.01ml。注意：读数时眼睛的位置不同会得出不同的读数(图 1-8)。

由于滴定管的刻度不可能非常均匀，所以在同一实验时的每次滴定中，溶液的体积应控制在滴定管刻度的同一部位，如第一次滴定在 0~25ml 部位，那么第二次滴定也应使用这个部位。这样可以抵消由于刻度不准而引起的误差。

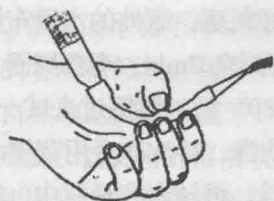


图 1-7 碱式滴定管排除气泡

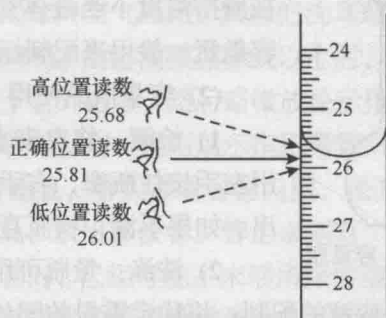


图 1-8 目光在不同的位置得到滴定管的读数

5) 滴定操作: 滴定时左手控制滴定管的活塞(图 1-9), 右手拿锥形瓶。使用酸式滴定管时, 左手拇指在前, 示指及中指在后, 一起控制活塞(图 1-10)。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漏出。

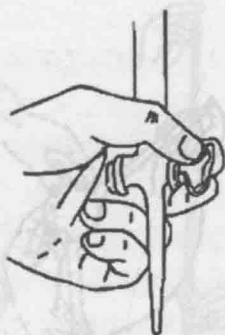


图 1-9 酸式滴定管拿法



图 1-10 酸式滴定管操作

使用碱式滴定管时, 用左手大拇指和示指捏挤玻璃珠所在部位稍上处的橡皮管(注意不要捏挤玻璃珠下部的橡皮管, 如捏下部的橡皮管, 放手时管尖会产生气泡), 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 1-11)。滴定时左手控制溶液流速和流量, 右手拿住锥形瓶的瓶颈, 并向同一方向作圆周运动旋摇, 使两种溶液很快被分散均匀进行反应, 但注意不要使瓶内溶液溅出。刚开始滴定时, 滴定液滴出速度可稍快, 但不能使滴出液呈线状。在接近终点时, 滴定速度要放慢, 每次加入一滴或半滴, 并且用少量蒸馏水吹洗锥形瓶内壁, 使溅起的溶液流下, 反应完全, 直至终点。半滴的滴法是将滴定管活塞稍稍转动, 或轻微挤压玻璃珠所在部位稍上处(注意避免玻璃珠上下移动产生气泡)使半滴溶液悬于滴定管口, 将锥形瓶内壁与管口接触, 使溶液靠入锥形瓶中并用蒸馏水冲下。滴定结束后, 立即读数, 并不得将剩余滴定液倒回原瓶, 随即洗净滴定管。

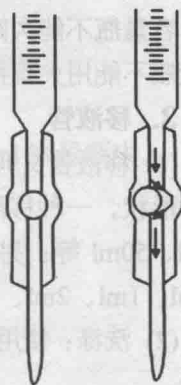


图 1-11 碱式滴定管操作

## 2. 容量瓶

(1) 容量瓶(图 1-12)是一种细颈梨形的平底瓶, 带有磨口塞或塑料塞, 颈上有标线, 表示





图 1-12 容量瓶

在所指温度下当液体充满至标线时，液体体积恰好与瓶上标注的体积相等。容量瓶一般用来配制标准溶液、试样溶液或定量的稀释溶液。

### (2) 容量瓶的使用

1) 检漏：将自来水放至标线附近，盖好瓶塞，瓶外的水用布擦拭干净，用左手按住瓶塞，右手顶住瓶底边缘，把瓶倒立 2min，观察周围是否有水渗出。如果不漏，将瓶直立，把瓶塞转动约  $180^\circ$  后，再倒过来试一次。

2) 洗涤：量瓶可用超声波洗涤或洗液洗涤，待洗净后用蒸馏水润洗。

3) 溶液的配制：将称定重量的固体物质在烧杯中溶解后，再转入容量瓶中。转移时按图 1-13 所示操作，溶液全部倒完后，将烧杯轻轻沿玻璃棒上提  $1\sim 2\text{cm}$ ，同时玻璃棒直立，使附着在玻璃棒与杯嘴之间的溶液流到容量瓶中，然后用蒸馏水润洗玻璃棒与烧杯 3 次，每次润洗液一并转入容量瓶中。当加入蒸馏水至容量瓶体积的  $2/3$  时，沿水平方向轻轻摇动容量瓶(注意不要盖瓶塞)，使溶液混匀。继续加蒸馏水，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。此时盖好瓶塞，两手托住容量瓶并将容量瓶倒立，进行混匀操作，直至混匀为止(图 1-14)。

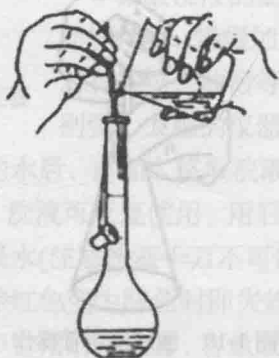


图 1-13 溶液转移入容量瓶

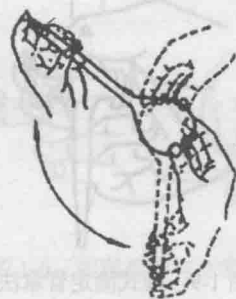


图 1-14 溶液的混匀

容量瓶不能久贮溶液，尤其是碱性溶液。如需要将溶液长期保存，应转移到试剂瓶中备用。容量瓶不能用火直接加热或烘烤，使用完毕应洗干净。

### 3. 移液管

(1) 移液管又叫吸量管(图 1-15)，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，常用的有 1ml、2ml、5ml、10ml、25ml、50ml 等；另一种是直形的，管上带有刻度，常用的有 0.1ml、0.2ml、0.5ml、1ml、2ml、5ml、10ml 等不同规格。

(2) 洗涤：使用前用洗液或装有洗衣粉水的超声波洗涤，洗净后用蒸馏水润洗。

(3) 取液：洗净的移液管要用操作溶液润洗三次，以除去管内残留的水分。为此，可倒出少许溶液于洁净而干燥的小烧杯中，用移液管吸取少量溶液，将管放平转动，使溶液流过管内标线下所有内壁，然后使管直立将溶液由尖嘴口放出。

移取溶液时，一般用右手的大拇指和中指拿住颈标线上方的玻璃管，将下端插入溶液中  $1\sim 2\text{cm}$ ，插入太深会使管外沾附溶液过多，影响量取溶液体



图 1-15 移液管