

高职高专“十二五”规划教材

基础化学实验

徐晓强 刘洪宇 魏翠娥 主编

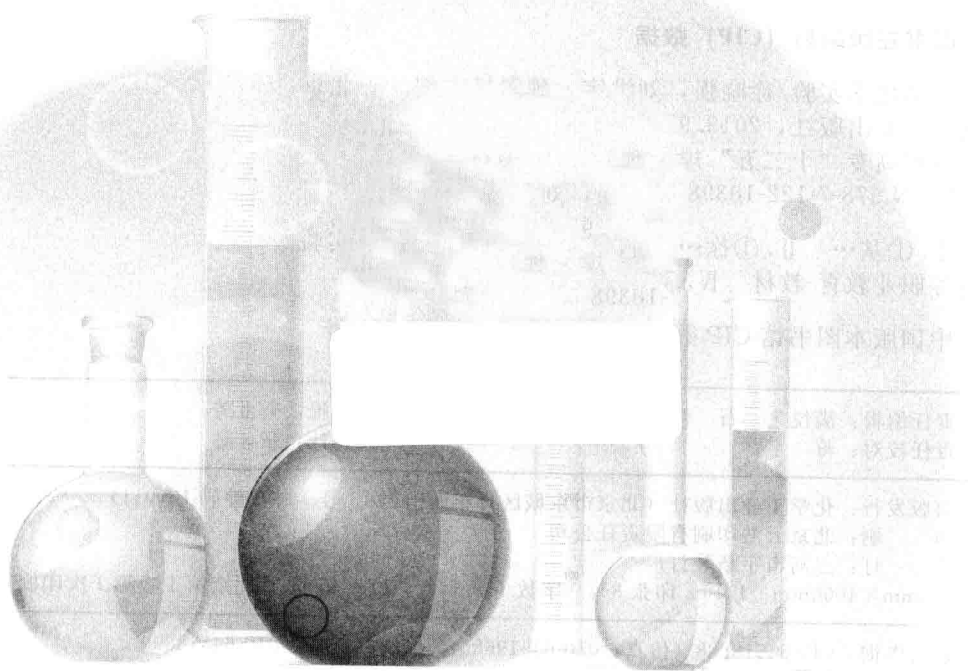


化学工业出版社

高职高专“十二五”规划教材

基础化学实验

徐晓强 刘洪宇 魏翠娥 主编



化学工业出版社

·北京·

本书是高职高专“十二五”规划教材。

全书分为化学实验基础知识、无机及分析化学实验（包含无机实验、化学分析实验、仪器分析实验）、有机化学实验和物理化学实验四部分，并按照探索型实验、综合型实验和设计型实验三种类型进行了编排，着重基本技能训练及综合思维 and 创新能力训练，特别是学生实践动手能力的培养；此外，还增设部分趣味性实验，以激发学生的学习兴趣。

本书可作为高职高专基础化学实验的教材，也可供其他有兴趣的读者阅读。

图书在版编目 (CIP) 数据

基础化学实验/徐晓强, 刘洪宇, 魏翠娥主编. —北京:
化学工业出版社, 2013. 9
高职高专“十二五”规划教材
ISBN 978-7-122-18398-9

I. ①基… II. ①徐…②刘…③魏… III. ①化学实验-
高等职业教育-教材 IV. ①06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2013) 第 212921 号

责任编辑: 满悦芝 石磊
责任校对: 蒋宇

文字编辑: 荣世芳
装帧设计: 张辉

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
印刷: 北京云浩印刷有限责任公司
装订: 三河市宇新装订厂
710mm×1000mm 1/16 印张 8 $\frac{3}{4}$ 字数 168 千字 2013 年 11 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 23.00 元

版权所有 违者必究

前言

尽管现代科学技术突飞猛进,使化学从经验科学走向理论科学,但它仍是以实验为基础的科学。一切化学理论的产生都是建立在大量实验基础上的,反过来又必须经过实验的检验。实验教学应当在化学教学中起主导作用,这是化学学科性质所决定的。而在传统的化学教学中,过分地重视理论课教学,轻视实验课教学,把实验教学当成理论课教学的附属,把化学实验当成化学理论的简单验证,这是严重的本末倒置。基础化学实验是培养学生工程实践能力、科研能力、综合素质的极其重要的环节与手段。基础化学实验课的发展状况与水平,直接影响人才培养的质量。为了克服化学实验长期依附理论课开设,存在内容陈旧落后、低水平重复、内在逻辑关联欠缺和过分注重验证书本知识的不足,以及实验仪器、实验场所等实验教学资源使用效率和效益不高的状况,编者结合化工、制药、石油等专业的特点及人才培养目标要求,对长期实验教学和科学研究工作实践进行了提炼和总结,编写了这本《基础化学实验》。

本书分为化学实验基础知识、无机及分析化学实验(包含无机实验、化学分析实验、仪器分析实验)、有机化学实验和物理化学实验四部分,并按照探索型实验、综合型实验和设计型实验三种类型进行了编排,着重基本技能训练及综合思维和创新能力的培养,特别是学生实践动手能力的培养;此外,还增设了部分趣味性的实验,以激发学生的学习兴趣。

本书具有较强的针对性和实用性,注意前后知识的连贯性、逻辑性和重要技能的反复练习与强化,为学生后续课程的学习和可持续教育奠定基础。并且在每个实验项目中都留有供学生自学和思考的内容,以锻炼学生的思维能力,拓宽知识面,更好地理解所学理论知识。同时本书内容与石油和化工企业生产和分析检验紧密联系,力求理论与实践、基础与应用、教学与科研的统一,着力体现工学结合的思想。

本书在编写过程中参阅了多本实验教材和有关著作,并根据高职教育教学的特点和需要,从中借鉴了许多有益的内容;周铭教授对本书的编写提出了许多宝贵的意见和建议;王金轩、陈磊、刘婷婷做了大量资料收集汇总及书稿校对工作,在此一并衷心致谢!由于编者水平和时间有限,书中难免存在疏漏之处,敬请读者批评斧正。

编者

2013年8月

目 录

第一部分	化学实验基础知识与基本操作	1
第一节	基础知识	1
第二节	化学实验基本操作	4
第二部分	无机及分析化学实验	19
实验一	硫酸亚铁铵的制备	19
实验二	酸碱反应与缓冲溶液	22
实验三	铜、银、锌、镉、汞	25
实验四	容量仪器的检定	29
实验五	HCl 标准溶液的配制与标定	32
实验六	EDTA 标准溶液的配制与标定	34
实验七	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制与标定	36
实验八	硫酸铜含量的测定	39
实验九	KMnO_4 标准溶液的配制与标定	42
实验十	邻二氮菲分光光度法测定水中总铁含量	44
实验十一	紫外分光光度法测定未知有机物含量	47
实验十二	气相色谱法测定混合醇	50
第三部分	物理化学实验	52
实验一	恒温槽的装配和性能测试	52
实验二	液体饱和蒸气压的测定	58
实验三	电导法测定弱电解质的解离常数	61
实验四	过氧化氢催化分解动力学	65
实验五	乙酸乙酯皂化反应速率常数及活化能的测定	70
实验六	蔗糖水解反应速率常数的测定	74
实验七	二元完全互溶液体的蒸馏曲线	80
实验八	液体表面张力的测定	87
第四部分	有机化学实验	90
实验一	熔点的测定	90
实验二	微量法测定沸点	93
实验三	蒸馏	95
实验四	苯甲酸的重结晶	97
实验五	溴乙烷的制备	103
实验六	环己烯的制备	105

实验七	乙酸乙酯的制备	107
实验八	正丁醚的制备	110
实验九	苯甲酸的制备	112
实验十	对甲苯磺酸钠的制备	114
实验十一	肉桂酸的制备	116
实验十二	乙酸正丁酯的制备	118
实验十三	乙酰水杨酸的制备	121
附录		123
附录一	化学实验常用仪器图	123
附录二	元素的相对原子质量表	126
附录三	常用酸碱浓度表	127
附录四	常用的各种指示剂	127
附录五	常用化学试剂的配制方法	129
附录六	常用缓冲溶液的配制	130
附录七	不同温度下水的饱和蒸气压	132
附录八	不同温度下水的表面张力 σ	133
附录九	一些液体的蒸气压	133
参考文献		134

第一部分 化学实验基础知识与基本操作

第一节 基础知识

一、实验室安全守则

化学实验室中许多试剂易燃、易爆，具有腐蚀性和毒性，存在着不安全因素，所以进行化学实验时，思想上必须重视安全问题，决不可麻痹大意。为了防患于未然，实验时要自觉遵守下列安全守则：

① 实验室内严禁吸烟、饮食或把食具带进实验室。实验完毕必须洗净双手。实验室内严禁打闹。

② 不要用湿手、湿物接触电源。水、电、煤气使用完毕立即关闭。

③ 洗液、浓酸、浓碱具有强腐蚀性，应避免溅落在皮肤、衣服、书本上，尤其应防止溅入眼睛里。

④ 需要借助嗅觉判别少量有毒气体时，应当用手将少量气体轻轻扇向鼻孔，不能将鼻孔直接对着瓶口或管口。能产生有刺激性或有毒气体（如 H_2S 、 Cl_2 、 CO 、 NO_2 、 SO_2 等）的实验，必须在通风橱内进行并注意实验室通风。

⑤ 加热试管时，管口不能对着自己或他人；不能俯视正在加热的液体。浓缩液体，特别是有晶体析出时，要不断地搅拌，不得擅自离开。

⑥ 具有易挥发和易燃物质的实验，都要在远离明火的地方进行，最好在通风橱内进行；操作易燃物质时，加热应在水浴中进行。

⑦ 使用有毒药品（如汞盐、铅盐、钡盐、氰化物、重铬酸盐和砷的化合物等）时，应严防进入口内或接触伤口。有毒废液不许倒入水槽，应回收统一处理。

⑧ 稀释浓酸、浓碱（特别是浓硫酸）时，应不断搅动，慢慢将酸、碱加入水中，以免迸溅伤人。

⑨ 若使用带汞的仪器被损坏，汞液溢出仪器外时，应立即报告指导老师，在老师指导下进行处理。

⑩ 禁止任意混合各种试剂药品，以免发生意外。

⑪ 实验室所有药品、仪器不得带出室外。

⑫ 废纸、玻璃等物应扔入废物桶中，不得扔入水槽，保持下水道通畅，以免发生水灾。

⑬ 反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性气体的实验，应在通风橱内进行，

使用后的器皿应及时洗净。

⑭ 经常检查煤气开关和用气系统，如有泄漏，应立即熄灭室内火源，打开门窗，用肥皂水查漏，若一时难以查出，应关闭煤气总阀，立即报告老师。

二、实验室意外事故的处理

(一) 割伤、烫伤和化学灼烧处理

① 割伤：先用药棉揩净伤口，伤口内若有玻璃碎片或污物，应先取出异物，用蒸馏水洗净伤口，然后涂红药水，并用消毒纱布包扎，或贴创可贴。如果伤口较大，应立即到校卫生院处理。

② 烫伤：可用高锰酸钾或苦味酸溶液揩洗，再搽上凡士林或烫伤膏。切勿用水冲洗，更不能把烫起的水泡戳破。

③ 酸、碱灼伤皮肤：立即用大量水冲洗，酸灼伤用碳酸氢钠饱和溶液冲洗，再用水冲洗，然后涂敷氧化锌软膏；碱灼伤用 1%~2% 乙酸溶液或硼酸饱和溶液冲洗，再用水冲洗，然后涂敷硼酸软膏。

④ 酸、碱灼伤眼睛：不要揉搓眼睛，立即用大量水冲洗，酸灼伤用 3% 的硫酸氢钠溶液淋洗，碱灼伤用 3% 的硼酸溶液淋洗，然后用蒸馏水冲洗。

⑤ 碱金属氰化物、氢氰酸灼伤皮肤：用高锰酸钾溶液冲洗，再用硫化铵溶液漂洗，然后用水冲洗。

⑥ 溴灼伤皮肤：立即用乙醇洗涤，然后用水冲洗，再搽上甘油或烫伤膏。

⑦ 苯酚灼伤皮肤：先用大量水冲洗，然后用 4:1 的乙醇 (70%)-氯化铁 (1mol/L) 的混合溶液洗涤。

(二) 毒物与毒气误入口、鼻内感到不舒服时的处理

① 毒物误入口：立即内服 5~10mL 稀 CuSO_4 温水溶液，再用手指伸入喉咙促使呕吐毒物。

② 刺激性、有毒气体吸入：误吸入有毒气体（如煤气、硫化氢等）而感到不舒服时，应及时到窗口或室外呼吸新鲜空气；误吸入溴蒸气、氯气等有毒气体时，立即吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气，以便解毒。

(三) 起火处理

小火用湿布、石棉布或砂子覆盖燃物；大火应使用灭火器，而且需根据不同的着火情况选用不同的灭火器，必要时应报火警 119。

① 油类、有机溶剂（如酒精、苯或醚等）着火时，应立即用湿布、石棉或沙子覆盖燃烧物；如火势较大，可使用 CO_2 泡沫灭火器或干粉灭火器、1211 灭火器灭火，但不可用水扑救。活泼金属着火，可用干燥的细砂覆盖灭火。

② 精密仪器、电气设备着火时，切断电源，小火可用石棉布或湿布覆盖灭火，大火用四氯化碳灭火器灭火，亦可用干粉灭火器或 1211 灭火器灭火，绝对不可用水或 CO_2 泡沫灭火器。

③ 衣服着火时，应迅速脱下衣服，或用石棉布覆盖着火处，或卧地打滚。

④ 纤维材质着火时，小火用水降温灭火，大火用泡沫灭火器灭火。

三、化学实验室的三废处理

化学实验室的三废种类繁多，实验过程中产生的有毒气体和废水排放到空气中或下水管道，同样对环境造成污染，威胁人们的健康。如 SO_2 、 NO 、 Cl_2 等对人体的呼吸道有强烈的刺激作用，对植物也有伤害作用；As、Pb 和 Hg 等化合物进入人体后，不易分解和排出，长期积累会引起胃痛、皮下出血、肾功能损伤等；氯仿、四氯化碳等能致肝癌；多环芳烃能致膀胱癌和皮肤癌；铬的氧化物接触皮肤破损处会引起溃烂不止等。故对实验过程中产生的有毒有害物质进行处理十分必要。

1. 常用的废气处理方法

(1) 溶液吸收法 溶液吸收法即用适当的液体吸收剂处理气体混合物，除去其中有害气体的方法。常用的液体吸收剂有水、碱性溶液、酸性溶液、氧化剂溶液和有机溶剂，它们可用于净化含有 SO_2 、 NO_2 、 HF 、 SiF_4 、 HCl 、 Cl_2 、 NH_3 、汞蒸气、酸雾、沥青烟和有机物蒸气的废气。

(2) 固体吸收法 固体吸收法是使废气与固体吸收剂接触，废气中的污染物（吸收质）吸附在固体表面从而被分离出来。此法主要用于净化废气中低浓度的污染物质，常用的吸附剂及其用途见表 1-1。

表 1-1 常用吸附剂及处理的吸附质

固体吸附剂	处 理 物 质
活性炭	H_2S 、 SO_2 、 CO 、 CO_2 、 NO_2 、 CCl_4 、 CS_2 、 HCOCl_3 、 H_2CCl_2 、 Cl_2 、苯、甲苯、二甲苯、丙酮、乙醇、乙醚、甲醛、汽油、乙酸乙酯、苯乙烯、氯乙烯、恶臭物
浸渍活性炭	SO_2 、 Cl_2 、 H_2S 、 HF 、 HCl 、 Hg 、 HCHO 、 CO 、 CO_2 、 NH_3 、烯烃、胺、酸雾、硫醇
活性氧化铝	H_2O 、 H_2S 、 HF 、 SO_2
浸渍活性氧化铝	Hg 、 HCl 、 HCHO 、酸雾
硅胶	H_2O 、 C_2H_2 、 SO_2 、 NO_2
分子筛	H_2O 、 H_2S 、 HF 、 SO_2 、 NH_3 、 NO_2 、 CCl_4 、 C_mH_n 、 CO_2
焦炭粉粒	沥青烟
白云石粉	沥青烟
蚯蚓类	恶臭类物质

2. 常用的废水处理方法

(1) 中和法 对于酸含量小于 3%~5% 的酸性废水或碱含量小于 1%~3% 的碱性废水，常采用中和处理方法。无硫化物的酸性废水，可用浓度相当的碱性废水中和；含重金属离子较多的酸性废水，可通过加入碱性试剂（如 NaOH 、 Na_2CO_3 ）进行中和。

(2) 萃取法 采用与水互不相溶但能良好溶解污染物的萃取剂，使其与废水

充分混合，提取污染物，达到净化废水的目的。例如含酚废水就可以二甲苯作为萃取剂。

(3) 化学沉淀法 在废水中加入某种化学试剂，使之与其中的污染物发生化学反应，生成沉淀，然后进行分离。此法适用于除去废水中的重金属离子（如汞、铬、铜、铅、锌、镍、镉等）、碱金属离子（钙、镁）及某些非金属（砷、氟、硫、硼等）。如氢氧化物沉淀法可用 NaOH 作为沉淀剂处理含重金属离子的废水；硫化物沉淀法是用 Na_2S 、 H_2S 、 CaS 或 $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ 等作为沉淀剂除汞、砷；铬酸盐法是用 BaCO_3 或 BaCl_2 作为沉淀剂除去废水中的铬氧化物等。

(4) 氧化还原法 水中溶解的有害无机物或有机物，可通过化学反应将其氧化或还原，转化成无害的新物质或易从水中分离除去的形态。常用的氧化剂主要是漂白粉，用于含氮废水、含硫废水、含酚废水及含氨氮废水的处理。常用的还原剂有 FeSO_4 或 Na_2SO_3 ，用于还原 6 价铬；还有活泼金属如铁屑、铜屑、锌粒等，用于除去废水中的汞。

此外，还有活性炭吸附法、离子交换法、电化学净化法等。

3. 常用的废渣处理方法

废渣主要采用掩埋法。有毒的废渣必须先进行化学处理，然后深埋在远离居民区的指定地点，以免毒物溶于地下水而混入饮用水中；无毒废渣可直接掩埋，掩埋地点应有记录。

第二节 化学实验基本操作

一、仪器的洗涤和干燥

1. 仪器的洗涤

化学实验中经常使用各种玻璃仪器和瓷器。如果用不干净的仪器进行实验，往往由于污物和杂质的存在而得不到准确的结果。因此，在进行化学实验时，必须把仪器洗涤干净。

一般说来，附着在仪器上的污物有尘土和其他不溶性物质、可溶性物质、有机物和污垢。针对这些不同污物，选用适当的洗涤剂来洗涤。常见污物处理方法见表 1-2。

2. 常用洗液的配制方法

(1) 铬酸洗液 取 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 5g，研细，于 250mL 烧杯中，加水 10mL，加热溶解，冷却后，缓慢加入 90mL 浓硫酸，边加边搅拌，冷却后贮于磨口细口瓶中。

(2) 碱性高锰酸钾洗涤液 将 4g 高锰酸钾溶于少量水中，慢慢加入 100mL 10% NaOH 溶液。

(3) 酸性草酸洗涤液 取 10g 草酸溶于 100mL 20% 的 HCl 溶液中。

表 1-2 常见污物处理方法

污 物	处 理 方 法
可溶于水的污物、灰尘等	自来水冲洗
不溶于水的污物	肥皂、合成洗涤剂
氧化性污物(如 MnO_2 、铁锈等)	浓盐酸、草酸洗液
油污、有机物	碱性洗液(Na_2CO_3 、 NaOH 等), 有机溶剂、铬酸洗液, 碱性高锰酸钾洗涤液
残留的 Na_2SO_4 、 NaHSO_4 固体	用沸水使其溶解后趁热倒掉
高锰酸钾污垢	酸性草酸溶液
黏附的硫黄	用煮沸的石灰水处理
瓷研钵内的污迹	用少量食盐在研钵内研磨后倒掉, 再用水洗
被有机物染色的比色皿	用体积比为 1 : 2 的盐酸-酒精溶液处理
银迹、铜迹	硝酸
碘迹	用 KI 溶液浸泡, 温热的稀 NaOH 或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液处理

3. 玻璃仪器的洗涤方法

(1) 用水洗 用水和试管刷刷洗, 除去仪器上的尘土、不溶性物质和可溶性物质。

(2) 用去污粉、洗衣粉或合成洗涤剂 这些洗涤剂可以洗去油污和有机物质, 最后再用自来水清洗。有时去污粉的微小粒子会黏附在玻璃器皿壁上, 不易被水冲走, 此时可用 2% 盐酸摇洗一次, 再用自来水冲洗; 若油污和有机物质仍然洗不干净, 可以用热的碱液洗。但滴定管、移液管等量器, 不宜用强碱性的洗涤剂, 以免玻璃受腐蚀而影响容器的准确性。

(3) 用洗液洗 坩埚、称量瓶、吸量管、滴定管、移液管、容量瓶等宜用合适的洗液洗涤, 必要时可以加热洗液, 并浸泡一段时间。洗液可以反复使用。洗液是浓硫酸和重铬酸钾溶液的混合物, 有很强的氧化性和酸性。使用洗液时, 应避免引入大量的水和还原性物质(如某些有机物), 以免洗液冲稀或变绿而失效。洗液具有很强的腐蚀性, 用时必须注意。

(4) 用特殊的试剂洗 特殊的玷污应选用特殊试剂洗涤。如仪器上沾有较多 MnO_2 , 用酸性硫酸亚铁溶液或稀 H_2O_2 溶液洗涤, 效果会更好些。

洗净的仪器壁上, 不应附着不溶物、油垢, 这样的仪器可以被水完全湿润。把仪器倒转过来, 如果水沿仪器壁流下, 器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜, 而不挂水珠, 则表示仪器已经洗净。

4. 玻璃仪器的干燥方法

玻璃仪器有时需要干燥。根据不同的情况, 可采用下列方法将洗净的仪器干燥。

(1) 晾干 可将洗净的仪器倒置在干燥的实验柜内(倒置后不稳定的仪器应

平放)或在仪器架上晾干,以供下次实验使用。

(2) 烤干 烧杯和蒸发皿,可以放在石棉网上用小火烤干。试管可直接用小火烤干,操作时应将管口向下,并不时来回移动试管,待水珠消失后,将管口朝上,以便水气逸出去。

(3) 烘干 将洗净的仪器放进烘箱中烘干,放进烘箱前要把水沥干,放置仪器时,仪器的口应朝下。

(4) 用有机溶剂干燥 在洗净仪器内加入少量有机溶剂(最常用的是酒精和丙酮),转动仪器使容器中的水与其混合,倾出混合液(回收),晾干或用电吹风吹干(不能放烘箱内干燥),吹干后再吹冷风使仪器逐渐冷却。

带有刻度的容器不能用加热的方法进行干燥,一般可采用晒干或有机溶剂干燥的方法,吹风时宜用冷风。

二、干燥器的使用

实验过程中,一些易吸潮的固体、灼烧后的坩埚或需较长时间保持干燥的实验样品等应放在干燥器内,以防止吸收空气中的水分。干燥器由厚质玻璃制成,其磨口盖上涂有一层薄薄的凡士林,起密封作用。干燥器的下部盛有干燥剂(常用变色硅胶或无水氯化钙),中下部放置一个带孔的圆形瓷板,用于承载被干燥的物品。开启(或关闭)干燥器时,应用左手按住干燥器的主体下部,右手握住盖上的圆柄,朝外(或朝内)平推盖子(图 1-1)。如果被干燥物温度较高,推合盖子时应留一条很小的缝隙,冷却一段时间再盖严,以防止内部空气受热膨胀把盖子顶起而滑落,或因冷却后的负压使盖子难以推开。应当用同样的操作反复推、关几次以放出热空气。

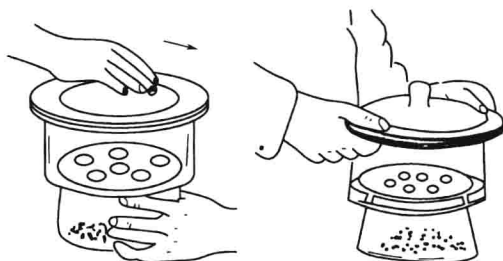


图 1-1 干燥器的使用

使用干燥器时应注意:

- ① 干燥器应注意保持清洁,不得存放潮湿的物品。
- ② 干燥器只在存放或取出物品时打开,物品取出或放入后,应立即盖上。
- ③ 干燥器盖子打开后,要把它翻过来放在桌子上,不要使涂有凡士林的磨口触及桌面。
- ④ 放在底部的干燥剂,不能高于底部的 $1/2$ 处,以防沾污存放的物品。干燥剂失效后,要及时更换。

三、基本度量仪器的使用方法

1. 量筒

量筒是用来量取液体试剂体积的量器。量筒的容积分为 10mL、50mL、100mL、500mL 等数种。使用时，把要量的液体注入量筒中，手拿量筒的上部，让量筒竖直，使量筒内液体凹液面的最低处与眼睛的视线保持水平，然后读出量筒上的刻度，即得液体的体积（图 1-2）。

在进行某些实验时，如果不需要准确地量取液体试剂，不必每次都用量筒，可以根据在日常操作中所积累的经验来估计液体的体积。如普通试管容量是 20mL，则 4mL 液体占试管总容量的五分之一。又如滴管每滴出 20 滴约为 1mL，可以用计算滴数的方法估计所取试剂的体积。

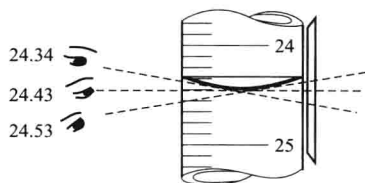


图 1-2 量筒的读数

2. 移液管和吸量管

移液管和吸量管都是用于准确移取一定体积液体的容器。移液管是一根细长而中间有一膨大部分的玻璃管（俗称大肚吸管），管颈上部刻有一条环形标线，膨大部分标有它的容积和标定时的温度。在标定温度下，使溶液的弯月面与移液管标线相切，让溶液按一定的方式自然流出，则流出的体积与管上标示的体积相同。吸量管是内径均匀的玻璃管，管上有分刻度。它一般只用于量取小体积的溶液，吸量管的准确度不及移液管。一种吸量管的刻度是一直刻到管口，使用这种吸量管时，必须把所有的溶液放出，体积才符合标示数值；另一种的刻度只刻到距离管口尚差 1~2cm 处，使用时，只需将液体放至液面落到所需刻度即可。

使用前，先用洗液洗净内壁：先慢慢吸入少量洗液至移液管中，用食指按住管口，然后将移液管平持，松开食指，转动移液管，使洗涤液与管口以下的内壁

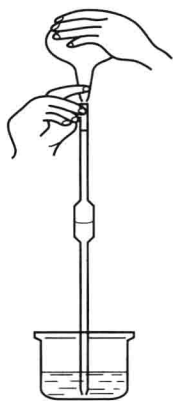


图 1-3 移液管的吸液操作

充分接触；再将移液管持直，让洗液流出至回收瓶中，加入少量自来水，同样方法洗涤数次，再用蒸馏水冲洗 3 次。移取溶液前，用小滤纸片将管尖端内外水吸净，然后用少量待吸的溶液润洗内壁 2~3 次，以保证溶液吸取后的浓度不变。

（1）移液管的吸液操作 用右手的大拇指和中指拿住移液管标线以上的部位，将移液管下端伸入液面下 1~2cm 深度（不宜太浅，以免下降时吸入空气；也不应太深，以免移液管外壁附有过多的溶液）。左手拿住洗耳球，先把球内空气压出，将洗耳球的尖端对准移液管的上管口，然后慢慢松开左手手指，使液体被吸入管内（吸液时，应注意管尖与液面的位置，应使管尖随液面下降而下伸），当液面升高到标

线以上时，移走洗耳球，立即用右手的食指按住管口，把移液管提离液面，微微松开食指，用拇指和中指来回捻动移液管，使管内液面慢慢下降，直至溶液的凹液面与标线相切（图 1-3）。

（2）移液管的放液操作 右手垂直地拿住移液管，左手拿盛接溶液的容器并略倾斜，管尖紧靠液面以上容器内壁，使内壁与插入的移液管管尖成 45° 左右，放松食指，使溶液自然地沿管壁流出。待液面下降到管尖后，停 15s 左右，取出移液管。不要把残留在尖端的液体吹出，因为在矫正移液管容积时，已经略去残留的体积。当使用标有“吹”字的移液管时，则必须把管内的残液吹入接收器内（图 1-4）。但应注意，由于一些管口尖端做得不很圆滑，因而管尖部分不同方位靠着容器内壁时残留在管尖部分的体积稍有差异，为此，可等 15s 后，将管身往左右旋动一下，这样，管尖部分每次存留的体积仍基本相同，不会导致平行测定时的过大误差。

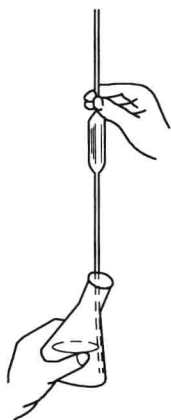


图 1-4 移液管的放液操作

吸量管的使用方法与移液管相同，通常是吸量管的刻度与“0”刻度之差为所放出的体积。因此，很少把溶液直接放到吸量管的底部。同一实验中，尽量使用同一吸量管，且尽量使用上部而不采用末端收缩部分，以减少误差。移液管与吸量管使用后，应洗净放在移液管架上。

3. 容量瓶

容量瓶主要用来配制标准溶液或稀释一定量溶液到一定量体积，常用于测量容纳液体的体积。它是一种细颈梨形的平底玻璃瓶，带有玻璃塞，其颈上有一标线，在指定温度下，当溶液充满至凹液面与标线相切时，所容纳的溶液体积等于瓶上所标示的体积。

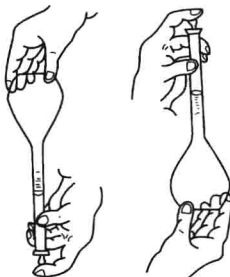


图 1-5 拿容量瓶的方法



图 1-6 定量转移操作

使用容量瓶前，必须检查是否漏水或标线位置距离瓶口是否太近，漏水或标线离瓶口太近（不便混匀溶液）的容量瓶不能使用。

试漏的方法如下：将自来水加入瓶内至刻度线附近，塞紧磨口塞，用右手手

指托住瓶底，左手食指按住塞子，其余手指拿住瓶颈标线以上部分（图 1-5），将瓶倒立 2min，观察有无漏水现象。如不漏水，再将瓶直立，转动瓶塞 180°后倒立 2min，如仍不漏水，即可使用。用橡皮筋或细绳将瓶塞系在瓶颈上。

使用方法：如果是用固体物质配制标准溶液时，先将准确称取的物质置于小烧杯中溶解后，再将溶液定量转入容量瓶中。定量转移时，右手拿玻璃棒，左手拿烧杯，使烧杯嘴紧靠玻璃棒，而玻璃棒则悬空伸入容量瓶口中，棒的下端靠住瓶颈内壁，慢慢倾斜烧杯，使溶液沿着玻璃棒流下（图 1-6），倾完溶液后，将烧杯嘴沿玻璃棒慢慢上移，同时将烧杯直立，然后将玻璃棒放回烧杯中。用少量蒸馏水冲洗玻璃棒和烧杯内壁，依上法将洗液定量转入容量瓶中，如此冲洗、定量转移 5 次以上，以确保转移完全。然后加水至容量瓶 2/3 容积处（如不进行初步混合，而是用水调至刻度，那么当溶液与水在最后摇匀混合时，会发生收缩或膨胀，弯月面不能再落在刻度处），将瓶塞塞好，以同一方向旋摇容量瓶，使溶液初步混匀。但此时切不可倒转容量瓶，继续加水至距离刻线 1cm 处后，等 1~2min，使附在瓶颈内壁的溶液流下，用滴管滴加水至凹液面下缘与标线相切，塞上瓶塞，以左手食指压住瓶塞，其余手指拿住刻线以上瓶颈部分，右手全部指尖托住瓶底边缘，将瓶倒转，使气泡上升到顶部，摇匀溶液，再将瓶直立，如此反复 10 余次后，将瓶直立，由于瓶塞部分的溶液未完全混匀，因此打开瓶塞使瓶塞附近溶液流下，重新塞好塞子，再倒转，摇荡 3~5 次，以使溶液完全混匀。

如果把浓溶液定量稀释，则用移液管吸取一定体积的浓溶液移入瓶中，按上述方法稀释至刻度线，摇匀。

使用容量瓶应注意下列事项：

① 不可将玻璃磨口塞随便取下放在桌面上，以免沾污或搞错，可用右手的食指和中指夹住瓶塞的扁头部分，当须用两手操作不能用手指夹住瓶塞时，可用橡皮筋或细绳将瓶塞系在瓶颈上。

② 不可用容量瓶长期存放溶液，应转移到试剂瓶中保存，试剂瓶应先用配好的溶液荡洗 2~3 次后，才可盛放配好的溶液。热溶液应冷却至室温后，才能定量转移到容量瓶中，容量瓶不可在烘箱中烘烤，也不可电炉等加热器上加热，如需使用干燥的容量瓶，可用乙醇等有机溶剂荡洗晾干或用电吹风的冷风吹干。

③ 如长期不用容量瓶，应将磨口塞部分擦干，并用小纸片将磨口隔开。

4. 滴定管

滴定管是滴定时用来准确测定流出的操作溶液体积的量器。常量分析最常用的是容积为 50mL 的滴定管，其最小刻度是 0.1mL，因此，读数可达小数点后第 2 位，一般读数误差为 $\pm 0.02\text{mL}$ 。另外，还有容积为 10mL、5mL、2mL、1mL 的微量滴定管。滴定管一般分为两种：一种是下端带有玻璃旋塞的酸式滴定管，用于盛放酸类溶液或氧化性溶液；另一种碱式滴定管，其下端连接一段医

用乳胶管，内放一玻璃珠，以控制溶液的流速，橡皮管下端再连接一个尖嘴玻璃管，碱式滴定管用于盛放碱类溶液。一般而言，酸式滴定管不能盛放碱类溶液，因其磨口玻璃旋塞会被碱类溶液腐蚀，放置久了，旋塞打不开。而碱式滴定管也不能氧化性溶液，如高锰酸钾、碘和硝酸银等。

(1) 洗涤 滴定管可用自来水冲洗或先用滴定管刷蘸肥皂水或其他洗涤剂洗刷（但不能用去污粉），而后再用自来水冲洗。如有油污，酸式滴定管可直接在管中加入洗液浸泡，而碱式滴定管则要先去掉橡皮管，接上一小段塞有短玻璃棒的橡皮管，然后再用洗液浸泡。总之，为了尽快而方便地洗净滴定管，可根据脏物的性质、弄脏的程度选择合适的洗涤剂和洗涤方法。脏物去除后，需用自来水多次冲洗。若把水放掉以后，其内壁应该均匀地润上一薄层水。如管壁上还挂有水珠，说明未洗净，必须重洗。

(2) 玻璃活塞涂凡士林 为了使玻璃活塞转动灵活并防止漏水现象，需将活塞涂上凡士林。先用滤纸将活塞或活塞套擦干，然后用玻璃棒取少量凡士林在左掌心润开，用右手食指沾上少许凡士林，在活塞的大头（或活塞孔的两侧）及滴定管活塞套内壁部分均匀地涂上薄薄一层（注意不要堵塞活塞孔），将涂好凡士林的活塞小心地插入活塞套中，朝同一方向旋转活塞，直到活塞与活塞套接触处全部透明为止。涂好的活塞转动要灵活，而且不漏水。把装好活塞的滴定管平放在桌上，让活塞的小头朝上，然后在小头部分的沟槽上套上一小橡皮圈（可从橡皮管上剪下）以防活塞脱落（图 1-7）。

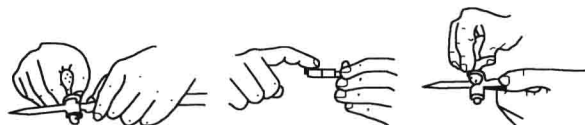


图 1-7 玻璃活塞涂凡士林

如不慎将凡士林掉进管口尖，产生管口堵塞现象时，可将它插入热水中温热片刻，打开活塞使管内水突然流出，将软化的凡士林排出。或做一根直径小于管口的细铁丝，从管尖处插入凡士林中，转动后取出包裹有凡士林的铁丝，然后将管尖插入四氯化碳中，此时附在壁内的凡士林随即溶解，片刻后用自来水洗净。

(3) 试漏 滴定管装水至“0”刻度左右，将其夹在滴定管架上，直立约 2min，观察活塞边缘和管端有无水渗出。然后再将活塞旋转 180° ，再静置 2min，观察有无漏水现象。如无漏水现象即可使用。

对碱式滴定管，应检查一下橡皮管是否老化，玻璃珠大小是否恰当，玻璃珠过大，操作不方便，溶液流出速度太慢；玻璃珠太小，则会漏水。如玻璃珠不符合要求，应及时更换。

(4) 标准溶液的装入 为避免标准溶液装入后被稀释，应先用待装入的标准

溶液润洗滴定管 2~3 次 (第一次 10mL, 第二、第三次各 5mL), 具体操作方法如下: 左手前三指持滴定管上部无刻度处, 略倾斜, 右手拿住试剂瓶, 往滴定管中倒入约 10mL 标准液, 然后两手平端滴定管, 慢慢转动, 使标准液润洗全部内壁, 第一次润洗的大部分溶液可由上口放出, 第二、第三次润洗后, 应将活塞打开放出溶液, 且尽量排出残留液。

在装入标准液时, 应直接倒入, 不可借助于其他任何器皿, 以免改变标准溶液浓度或造成污染。装好标准溶液后, 注意检查下端管口部分 (碱式滴定管的橡皮管内) 有无气泡, 滴定过程中, 气泡的逸出会影响溶液体积的准确测量。排出气泡时, 对于酸式滴定管, 右手拿住滴定管上部没有刻度处, 左手托住活塞, 将滴定管倾斜 30° 角, 用左手迅速打开活塞, 使溶液很快冲出, 将气泡赶出去, 下端管口充满溶液。对于碱式滴定管, 气泡易滞留在橡皮管内部。用右手拿住滴定管上部没有刻度处, 将滴定管倾斜 30° 角, 左手可将橡皮管向上弯曲, 两手指挤压玻璃珠两边 (稍偏上), 使气泡随溶液从管口排出 (图 1-8)。



图 1-8 排气泡

(5) 读数 将滴定管从滴定架上取下, 用右手大拇指和食指捏住滴定管上部无刻度处, 其他手指从旁辅助, 使滴定管保持垂直进行读数。对无色溶液, 应读取弯月面下层最低点, 即视线与弯月面下层实线的最低点在一水平面上 [图 1-9(a)]。

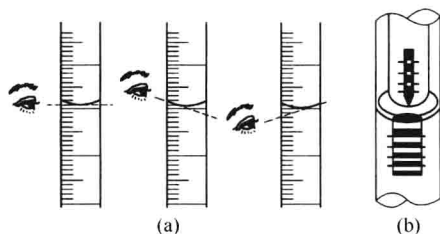


图 1-9 滴定管读数方法

对于有色溶液, 其弯月面不够清晰, 读数时, 视线应与液面两侧最高点相切。对于蓝线滴定管, 无色溶液的读数应以两个弯月面与蓝线呈现的三角交叉点与刻度相交的最尖部分为读数 [图 1-9(b)]。深色溶液也是读取液面两侧的最高点。

为了能正确读数, 一般应遵守下列原则: 注入或放出溶液后, 需等 1~2min, 使附着在内壁上的溶液流下后才能读数, 如果放出溶液的速度较慢 (例如, 接近化学计量点附近), 需等 0.5~1min 后方可读数。

读数必须读到小数点后第二位, 即要估计到 0.01mL, 滴定管上两小刻度之间为 0.1mL。分析工作者必须经过严格训练, 才能估计出 0.1mL 的 1/10 值, 一