

高等医药院校教材

分析化学实验指导

林新华 主编



厦门大学出版社 国家一级出版社
XIAMEN UNIVERSITY PRESS 全国百佳图书出版单位

分析化学实验指导

主 编 林新华

厦门大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验指导/林新华主编. —厦门:厦门大学出版社, 2014. 1

ISBN 978-7-5615-4890-5

I. ①分… II. ①林… III. ①分析化学-化学实验-高等学校-教学参考资料

IV. ①O652. 1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 004312 号

厦门大学出版社出版发行

(地址:厦门市软件园二期望海路 39 号 邮编:361008)

<http://www.xmupress.com>

xmup@xmupress.com

南平市武夷美彩印中心印刷

2014 年 1 月第 1 版 2014 年 1 月第 1 次印刷

开本:720×970 1/16 印张:6

字数:101 千字 印数:1~3 000 册

定价:16.00 元

本书如有印装质量问题请直接寄承印厂调换

前 言

分析化学实验是化学、医学、药学、生物专业的一门基础实验课程。开设分析化学实验课的目的主要是激发学生对分析化学实验的兴趣和积极性,培养学生动手操作能力、分析问题和解决问题能力,培养学生创新意识,建立理论联系实际的工作作风、严谨的科学态度及良好的实验习惯,为今后从事专业技术奠定良好的基础。

本书内容分三部分。第一部分为“实验室规则及实验室安全知识”,讲述实验室规则和安全知识。第二部分为“分析化学实验基本操作”,介绍了滴定分析和分析天平的基本操作。第三部分为“分析化学实验内容”,介绍了酸碱滴定法、非水滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法、沉淀滴定法、重量分析法,最后附有设计性实验。设计性实验由学生针对指定或自选的实验题目,根据本课程的理论及实验知识,查阅有关文献,独自地设计实验方案并进行实验,开拓学生的视野。设计性实验结束后,由教师组织学生进行交流讨论。

本书由林新华主编,参加编写的有刘爱林、林丽清、陈睿婷、林珍。全书经林新华审阅,最后由刘爱林和陈睿婷校对整理。

由于编者水平有限,书中难免有错误或不妥之处,望各位读者批评指正。

编 者

2013 年 12 月

目 录

实验室规则及实验室安全知识

一、实验室规则	1
二、实验室安全知识	1

第一部分 分析化学实验基本操作

一、滴定分析基本操作	4
二、分析天平基本操作	14

第二部分 分析化学实验内容

第一章 酸碱滴定法	16
实验 1-1 食醋中总酸度的测定	16
实验 1-2 乙酰水杨酸含量的测定	20
实验 1-3 药用硼砂含量的测定	22
实验 1-4 小苏打中 NaHCO_3 含量的测定	25
实验 1-5 豆浆中蛋白质的测定(凯氏定氮法)	28
第二章 非水滴定法	32
实验 2-1 高氯酸标准溶液的配制与标定	32
实验 2-2 水杨酸钠含量的测定	35
实验 2-3 咖啡因含量的测定	37
实验 2-4 非水滴定法测定巴洛沙星含量	39
实验 2-5 α -氨基酸含量的测定	41
实验 2-6 醋酸钠含量的测定	43
第三章 配位滴定法	45
实验 3-1 牛奶中钙含量的滴定	45
实验 3-2 胃舒平药片中铝和镁的测定	47

实验 3-3 驱蛔灵糖浆中枸橼酸哌嗪含量的测定	49
实验 3-4 葡萄糖酸钙含量的测定	51
实验 3-5 自来水总硬度的测定	53
实验 3-6 铋、铅含量的连续测定	55
第四章 氧化还原滴定法	57
实验 4-1 过氧化氢含量的测定(酸性高锰酸钾法)	57
实验 4-2 水中化学耗氧量(COD)的测定(酸性高锰酸钾法)	61
实验 4-3 葡萄糖酸钙中钙含量的测定(间接高锰酸钾法)	63
实验 4-4 维生素 C 片剂中维生素 C 含量的测定(直接碘量法)	65
实验 4-5 葡萄糖含量的测定(剩余碘量法)	67
实验 4-6 L-胱氨酸试剂纯度的测定(溴量法和置换碘量法)	70
实验 4-7 高碘酸钾法测定甘露醇的含量	73
实验 4-8 注射用盐酸普鲁卡因含量的测定(亚硝酸钠法)	75
第五章 沉淀滴定法	77
实验 5-1 生理盐水中 NaCl 含量的测定(莫尔法)	77
实验 5-2 药物 NaI 含量的测定(福尔哈德法)	79
实验 5-3 KBr 含量的测定(法扬司法)	81
第六章 重量分析法	83
实验 6-1 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中结晶水的测定	83
实验 6-2 Na_2SO_4 含量的测定	85
实验 6-3 葡萄糖干燥失重的测定	87
第七章 设计性实验	89

实验室规则及实验室安全知识

一、实验室规则

1. 实验前,认真预习,明确实验目的、要求、原理及步骤。
2. 实验不迟到,不拖延,在规定的时间内完成。
3. 实验时要严肃认真,有条不紊,仔细观察,不得大声喧哗。
4. 如实作好实验记录。所有数据均应用钢笔或圆珠笔准确及时记录在记录本上,禁止用铅笔或纸片作记录。
5. 保持实验室台上仪器和药品排放整齐,不乱丢杂物。
6. 保持公用物品整洁,不得随意挪动。
7. 按需取用试剂,并防止试剂的污染。回收试剂需倒回回收瓶。
8. 要注意实验安全,防止受伤,严禁私自携带化学物品到室外,以免发生意外。
9. 实验结束,个人搞好实验台卫生。值日生全面负责实验室卫生,并检查水、电、门窗是否关好。
10. 离开实验室前,将记录本交给指导教师批阅并签字。

二、实验室安全知识

在分析化学实验室中,甲烷、丙烷、乙烯、乙烷、乙炔等气体易燃、易爆,部分化学试剂具有腐蚀性或毒性,水、电的使用更存在安全隐患。针对这些可能发生的安全事故,本节将介绍一些实验室安全相关知识,希望同学们认真学习并在日常实验室严格遵守。

(一)着火和爆炸

易燃气体、挥发性且闪点低的化学试剂与空气混合达到一定比例时,遇火或高温便会燃烧或爆炸。此外,强氧化剂与还原性物质或易燃物质接触,也易发生爆炸。为了防止燃烧或爆炸事故的发生,应注意以下几点:

1. 易燃试剂存放时应将瓶塞盖严,并于阴凉处保存。使用时,应远离火焰和热源。

2. 强氧化剂应与还原性物质或易燃物质分开存放,且避免剧烈震动。

3. 使用电炉或煤气加热时,应有人照看。

一旦发生失火爆炸,应根据失火或爆炸的原因,镇定并正确地采取灭火措施。

常用的消防器材主要有沙箱、灭火毯、二氧化碳灭火器、泡沫灭火器等。沙箱内储存干燥的沙子,对金属起火特别安全有效;灭火毯可包盖火焰灭火;二氧化碳灭火器特别适用于油脂和电器起火,但不能用于扑灭金属着火;泡沫灭火器通过包住燃烧物质,使之隔绝空气而灭火,但不能用于扑灭电器着火。

(二)中毒

部分化学药品具有腐蚀性、刺激性、毒性,有些甚至有致癌性,使用不慎,容易造成中毒或化学灼伤等事故。为防止中毒事故的发生,应遵守以下规定:

1. 实验室内不得进食、吸烟。

2. 尽量避免吸入任何试剂。进行毒性气体相关实验应在通风橱内进行,不可将头伸入橱内,并保持实验室通风良好。

3. 禁止用手直接取任何药品。使用毒性试剂时,应佩戴橡皮手套,实验完毕后认真洗手。

如发生中毒,应根据事故原因进行正确处理。

1. 固体或液体中毒应立即吐掉,并用大量水漱口。重金属盐中毒者,必须立即就医。

2. 吸入气体或蒸气中毒者应立即将其转移至室外,呼吸新鲜空气,并送医院急救。

(三)灼伤

灼伤可分为火焰灼烧致伤、高温物体烫伤、化学试剂引起的化学灼伤等。为防止火焰灼烧致伤和高温物体烫伤的发生,在用火时应小心,不得用手抓取尚未冷却的高温物体,不慎烫伤后应及时涂抹药膏或就医。

为防止化学灼伤,要避免将腐蚀性药品溅洒在皮肤和衣服上。加热腐蚀性药品要在通风橱内进行,并戴上防护眼镜。当出现化学灼伤时,应根据事故原因进行正确施救。

1. 当眼睛灼伤,立即用大量水缓缓彻底冲洗 15 分钟。不得用稀酸中和溅入眼内的碱性物质,反之亦然。如果碱金属、浓酸、浓碱或其他刺激性物质灼伤眼睛,急救后必须迅速送往医院检查治疗。

2. 皮肤灼伤

(1)酸灼伤 依次用大量水、稀碳酸氢钠溶液或稀氨水、清水进行清洗。

(2)碱灼伤 依次用大量水、1%硼酸或 2%醋酸溶液、清水进行清洗。

(3)溴灼伤 立即用硫代硫酸钠溶液冲洗,再用大量水冲洗干净,包上消毒纱布后就医。

(四)水、电、煤气的安全使用

1. 水、电、煤气使用完毕应立即关闭开关。

2. 使用电学仪表、仪器时,应检查接线是否正确,是否漏电,仪器功率是否超过电源允许的功率范围。防止触电发生,不可用潮湿的手接触电器电闸和开关。如遇人触电,应切断电源后再行处理。

第一部分 分析化学实验基本操作

一、滴定分析基本操作

(一)玻璃器皿的洗涤

分析化学实验中使用的玻璃器皿应洁净透明,其内外壁能为水均匀地润湿且不挂水珠。

1. 洗涤方法

洗涤分析化学实验用的玻璃器皿时,一般要先洗去污物,用自来水冲净洗涤液,至内壁不挂水珠后,再用纯水(蒸馏水或去离子水)淋洗三次。去除油污的方法视器皿而异,烧杯、锥形瓶、量筒和离心管等可用毛刷蘸合成洗涤剂刷洗。滴定管、移液管、吸量管和容量瓶等具有精密刻度的玻璃量器不宜用刷子刷洗,可以用合成洗涤剂浸泡一段时间。若仍不能洗净,可用铬酸洗液洗涤。洗涤时先尽量将水沥干,再倒入适量铬酸洗液洗涤,注意用完的洗液要倒回原瓶,切勿倒入水池。光学玻璃制成的比色皿可用热的合成洗涤剂或盐酸—乙醇混合液浸泡内外壁数分钟(时间不宜过长)。

2. 常用的洗涤剂

(1)铬酸洗液 是饱和 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 的浓溶液,具有强氧化性,能除去无机物、油污和部分有机物。其配制方法是:称取 10 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (工业级即可)于烧杯中,加入约 20 mL 热水溶解后,在不断搅拌下,缓慢加入 200 mL 浓 H_2SO_4 冷却后,转入玻璃瓶中,备用。铬酸洗液可反复使用,其溶液呈暗红色,当溶液呈绿色时,表示已经失效,需重新配制。铬酸洗液腐蚀性很强,且对人体有害,使用时应特别注意安全,不可将其倒入水池。

(2)合成洗涤剂 主要是洗衣粉、洗洁精等,适用于去除油污和某些有机物。

(3)盐酸—乙醇溶液 是化学纯盐酸和乙醇(1:2)的混合溶液,用于洗涤被有色物污染的比色皿、容量瓶和移液管等。

(4)有机溶剂洗涤液 主要是丙酮、乙醚、苯或 NaOH 的饱和乙醇溶液,

用于洗去聚合物、油脂及其他有机物。

(二) 滴定分析的仪器和基本操作

在滴定分析中,滴定管、容量瓶、移液管和吸量管是准确测量溶液体积的量器。通常体积测量相对误差比称量要大,而分析结果的准确度由误差最大的那项因素所决定。因此,必须准确测量溶液的体积以得到正确的分析结果。溶液体积测量的准确度不仅取决于所用量器是否准确,更取决于准备和使用量器是否正确。现将滴定分析常用器皿及其基本操作分述如下:

1. 滴定管的准备及操作

滴定管是滴定时用来准确测量流出标准溶液体积的量器。它的主要部分管身用细长而且内径均匀的玻璃管制成,上面刻有均匀的分度线,下端的流液口为一尖嘴,中间通过玻璃旋塞或乳胶管连接以控制滴定速度。常量分析用的滴定管标称容量为 50 mL 和 25 mL,此外,还有 10 mL 以及 10 mL 以下的半微量和微量滴定管,最小刻度为 0.1 mL,读数可估计到 0.01 mL。

滴定管一般分为两种:一种是酸式滴定管,另一种是碱式滴定管(图 1-1)。酸式滴定管的下端有玻璃活塞,可盛放酸液及氧化剂,不宜盛放碱液。碱式滴定管的下端连接一橡皮管,内放一玻璃珠,以控制溶液的流出,下面再连一尖嘴玻管,这种滴定管可盛放碱液,而不能盛放酸或氧化剂等腐蚀橡皮的溶液。

(1) 酸式滴定管(简称酸管)

① 涂油

使用前,应先检查酸管的活塞与活塞套是否密合配套,若不密合配套,将会严重漏液,不能使用。对于活塞与活塞套密合配套的酸管,为使其活塞转动灵活并且不漏液,首先需要在活塞部分涂油(凡士林或真空活塞油脂),然后检漏。操作如下:把滴定管平放在桌面上,将固定活塞的橡皮圈取下,再取出活塞(注意:活塞是固定配合该滴定管的,所以不能任意更换),用干净的纸或布将活塞和塞套内壁擦干(如果活塞孔内有旧油垢堵塞,可用金属丝轻轻剔去,如果管尖被油脂堵塞可先用水充满全管,然后将管尖置热水中,使溶化,突然打开活塞,将其冲走)。用手

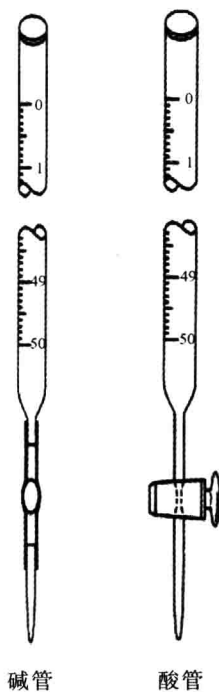


图 1-1 滴定管

指蘸少量凡士林(或真空脂)在活塞的 A 端和活塞套的 B 端涂上薄薄一层(注意凡士林不要涂得太多,否则易使活塞中的小孔或滴定管下端管尖堵塞),在紧靠活塞孔两旁不要涂凡士林,以免堵住活塞孔。涂完,把活塞放回塞套内,向同一方向转动活塞,直到从外面观察时全部透明为止(图 1-2)。然后用橡皮圈套住,将活塞固定在塞套内,防止滑出。涂好油的酸式滴定管活塞与塞套应密合不漏水,并且转动要灵活。

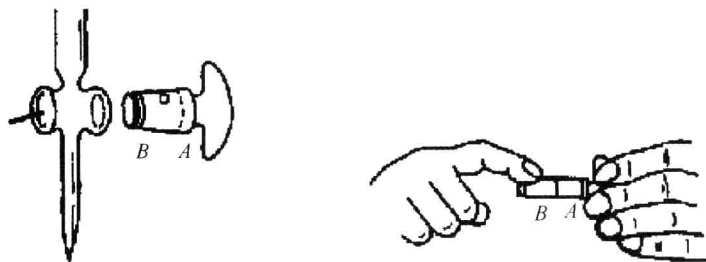


图 1-2 活塞涂油操作

②洗涤与检漏

以 50 mL 滴定管为例,当滴定管没有明显污染时,可以直接用自来水冲洗,或用滴定管刷蘸上肥皂水或洗涤剂刷洗,不能用去污粉。如果用肥皂或洗涤剂不能洗干净,则可用洗液 5~10 mL 清洗。洗涤酸管时,要预先关闭旋塞,倒入洗液后,一手拿住滴定管上端无刻度部分,另一手拿住旋塞上部无刻度部分,边转动边将管口倾斜,使洗液流经全管内壁,然后将滴定管竖起,打开旋塞使洗液从下端放回原洗液瓶中。用肥皂、洗涤剂或洗液洗涤后都需用自来水充分洗涤,然后检查滴定管是否洗净。滴定管的外壁亦应保持清洁。检查滴定管是否漏水,对于酸管,先关闭旋塞,装水至“0”线以上,直立约 2 min,仔细观察有无水滴滴下,然后将旋塞转 180°,再直立 2 min,观察有无水滴滴下。如发现有漏水或酸管旋塞转动不灵活的现象,则需将旋塞拆下重涂凡士林。

用自来水冲洗以后,再用少量蒸馏水淋洗 2~3 次,每次 10 mL。每次加入纯水后,要边转动边将管口倾斜,使水布满全管内壁,然后将酸管竖起,打开旋塞,使水流出一部分以冲洗滴定管的下端,关闭旋塞,将其余的水从管口倒出。最后用操作溶液洗涤 3 次,每次用量为 10 mL,其洗法同纯水荡洗,洗净后,管壁上不应附着有液滴。最后用少量滴定用的待装溶液洗涤两次,以免加入滴定管的待装溶液被蒸馏水稀释。

(2)碱式滴定管(简称碱管)

碱式滴定管用于盛放碱类溶液,其下端连接一段橡皮管,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。

使用碱管前应检查其橡皮管是否老化,玻璃珠大小是否合适,否则应予更换。

碱管的洗涤方法基本上同酸管。需要用铬酸洗液洗涤时,可拔掉管下端的橡皮管,套上橡皮滴头堵塞下口进行洗涤。如果需用洗液浸泡,可于套好橡皮滴头的管内装满洗液,夹在滴定管架上静置,管下放一烧杯,以防洗液漏出。也可将管身倒过来夹好,管口插入铬酸洗液中,管尖连接抽气泵,挤宽玻璃珠处橡皮管,吸入洗液至充满全管,停止挤宽橡皮管,脱开抽气泵。浸泡之后,再挤宽玻璃珠处橡皮管,放回洗液,取下管子用水冲洗,也可更换一根内塞玻璃珠的橡皮管,将其中玻璃珠往上捏,使其紧贴碱管下口,直接倒入洗液浸泡。

在用自来水冲洗或用蒸馏水及被装碱液润洗碱管时,应特别注意玻璃珠下方“死角”处的清洗。为此,在挤宽橡皮管放液时,要不断改变挤的方位,使玻璃珠周围都能洗到。

2. 操作溶液的装入

滴定管装溶液应该将瓶中标准溶液直接倒入滴定管中,不得用其他容器(如烧杯、漏斗等)作传递。倒入溶液时,首先将试剂瓶中的操作溶液摇匀,使凝结在瓶内壁的水珠混入溶液。然后,左手前三指持滴定管上端无刻度处,稍倾斜管身或让管至自然垂直,右手拿试剂瓶倾斜(标签向上),让溶液缓缓地沿滴定管内壁流下。装溶液前,要用该液润洗滴定管,每次用约 10 mL,从下口放出约 1/3 以洗涤尖嘴部分,然后关闭活塞横持滴定管并慢慢转动,使溶液与管内壁处处接触,最后将溶液从管口倒出,但不要打开活塞,以防活塞上的油脂冲入管内,尽量倒空后再洗第二次,每次都要冲洗尖嘴部分,如此洗 2~3 次,即可除去滴定管内残留的水分,确保标准溶液浓度不变。装液时要直接从试剂瓶注入滴定管,不要再经过漏斗等其他容器。当标准溶液装入滴定管时,出口管还没有充满溶液,此时将酸式滴定管倾斜约 30° ,左手迅速打开活塞使溶液冲出,就能充满全部出口管,一次赶不掉时,可重复操作。气泡排除后,加入标准溶液至“0”刻度以上,等待 30 s,再转动活塞,把液面调节在 0.00 mL 刻度处,即可进行滴定。对于碱管,则弯曲下端橡皮管,使出口管管尖向上翘,并挤宽玻璃珠一侧的橡皮管,让溶液从尖嘴口喷出,气泡即可除尽(图 1-3),赶尽气泡后,边放出溶液,边放直橡皮管。最后,将滴定管外壁擦干,滴定管架

上夹好待用。

3. 滴定管读数

(1) 每次滴定需从刻度零开始, 以使每次测定结果能抵消滴定管的刻度误差。

(2) 滴定管读数可垂直夹在滴定管架上或手持滴定管上端使自由地垂直读取刻度, 读数时还应该注意眼睛的位置与液面处在同一水平面上, 否则将会引起误差。



图 1-3 碱管赶气泡

(3) 常用滴定管的容量为 50 mL, 每一大格为 1 mL, 每一小格为 0.1 mL, 读数可读到小数点后两位。读数时, 滴定管应保持垂直。视线应与管内液体凹面的最低处保持水平, 偏低偏高都会带来误差(图 1-4)。

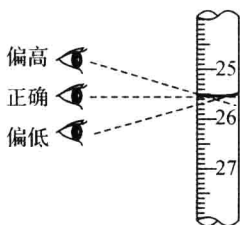


图 1-4 读数视线位置

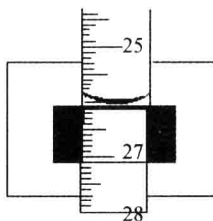


图 1-5 用读数卡读数

(4) 读数应该在弯月面下缘最低点, 但遇滴定液颜色太深, 不能观察下缘时, 可以读液面两侧最高点, “初读”与“终读”应用同一标准。

(5) 为了便于读数, 可采用一张中部有黑色长方块的白色读数卡。读数时, 将在滴定管后面衬一“读数卡”(涂有一黑长方形的约 $4\text{ cm} \times 1.5\text{ cm}$ 白纸) 或用一张黑纸绕滴定管一圈, 拉紧, 置液面下刻度 1 分格 (0.1 mL) 处使纸的上缘前后在一水平上。此时, 由于反射完全消失, 弯月面的液面呈黑色, 明显露出来, 读此黑色弯月面下缘最低点。滴定液颜色深而需读两侧最高点时, 就可用白纸为“读数卡”。若所用白背蓝线滴定管, 其弯月面能使色条变形而成两个相遇一点的尖点, 可直接读取尖头所在处的刻度(图 1-5)。

(6) 一种蓝线衬背的滴定管, 它的读数方法(对无色溶液)与上述不同, 无色溶液有两个弯月面, 相交于滴定管蓝线的某一点。读数时视线应与此点在同一水平面上, 对有色溶液读数方法与上述普通滴定管相同。

(7)读初读数时,应同时将管尖悬挂着的液滴除去,读终读数时,管尖也不应挂液滴。如果挂液滴,则此液滴已计入滴定体积之内了,该使之进入被滴溶液中。如滴入后过量了,则需重做。

4. 滴定管的操作

滴定管应垂直地夹在滴定管架上进行滴定。

滴定操作一般是左手握塞,右手持瓶;左手滴液,右手摇动。

滴定最好在锥形瓶中进行,必要时也可在烧杯中进行。使用酸式滴定管的操作是左手的拇指在管前,食指和中指在管后,手指略微弯曲,轻轻向内扣住活塞(图 1-6)。手心空握,以免活塞松动或可能顶出活塞使溶液从活塞隙缝中渗出。滴定时转动活塞,控制溶液流出速度,要求做到能:①逐滴放出;②只放出 1 滴;③使溶液成悬而未滴的状态,即练习加半滴溶液的技术。

使用碱式滴定管的操作是左手的拇指在前,食指在后,捏住胶管中玻璃珠所在部位稍上处,捏挤胶管使其与玻璃珠之间形成一条缝隙,溶液即可流出(图 1-7)。但注意不能捏挤玻璃珠下方的胶管,否则空气进入而形成气泡。

滴定前,先记下滴定管液面的初读数,如果是 0.00 mL,当然可以不记。用小烧杯内壁碰一下悬在滴定管尖端的液滴。

滴定时,应使滴定管尖嘴部分插入锥形瓶口(或烧杯口)下 1~2 cm 处。滴定速度不能太快,以每秒 3~4 滴为宜,切不可成液柱流下。边滴边摇(或用玻棒搅拌烧杯中溶液),向同一方向作圆周旋转而不应前后振动,因那样会溅出溶液。临近终点时,应 1 滴或半滴地加入,并用洗瓶吹入少量水冲洗锥形瓶内壁,使附着的溶液全部流下,然后摇动锥形瓶,观察终点是否已达到(为便于观察,可在锥形瓶下放一块白瓷板),如终点未到,继续滴定,直至准确到达终点为止。在滴定过程中,如果滴定液留在容器壁上时,需用蒸馏水冲洗下去,以使反应进行完全。当锥形瓶内指示剂指示终点时,立刻关闭活塞停止滴定,用洗瓶淋洗锥形瓶内壁。取下滴定管,右手执管上部无液部分,使管垂直,目光与液面平齐,读出读数。读数时应估读一位。

液体流速由快到慢,起初可以“连滴成线”,之后逐滴滴下,快到终点时则要半滴半滴加入。半滴的加入方法是:小心放下半滴滴定液悬于管口,用锥形瓶内壁靠下,然后用洗瓶冲下。

在烧杯中滴定时,烧杯放在白瓷板上,滴定管下端处于烧杯中心的左后方处,但不要离壁过近。管尖深入杯内约 1 cm。右手持玻璃棒在右前方搅拌,



图 1-6 酸管滴定操作



图 1-7 碱管滴定操作

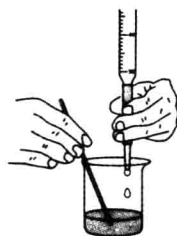


图 1-8 在烧杯中滴定操作

左手操纵滴定管加液(图 1-8)。玻璃棒搅拌应作圆形搅动,不得擦碰烧杯底和壁以及滴定管尖。滴加半滴溶液时,用玻璃棒引下,放入溶液中搅拌。引接时,要注意玻璃棒不要接触管尖。

滴定结束,滴定管内剩余溶液应弃去,不得倒回原瓶,以免沾污瓶内操作溶液。随即洗净滴定管,夹在夹上备用。

(三)移液管和吸量管及其使用方法

准确地将一定体积的溶液由一个容器至另一容器中,要用移液管或吸量管。移液管是一种量出式仪器,只用来测量它所放出溶液的体积。它是一根中间有一膨大部分的细长玻璃管。其下端为尖嘴状,上端管颈处刻有一条标线,是所移取准确体积的标志。常用的移液管有 5、10、25 和 50 mL 等规格。吸量管是直形的玻璃管,管上有分刻度。常用的吸量管有 1、2、5 和 10 mL 等规格。移液管和吸量管所移取的体积通常可准确到 0.01 mL。

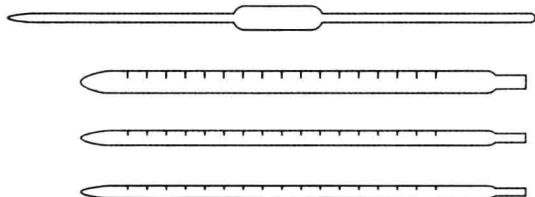


图 1-9 移液管和吸量管

使用前:使用移液管,首先要看一下移液管标记、准确度等级、刻度标线位置等。用洗液洗净,并用蒸馏水润洗 3 遍。使用时,洗净的移液管要用被吸取的溶液润洗 3 遍,以除去管内残留的水分。吸取溶液时,一般用左手拿洗耳球,右手把移液管插入溶液中吸取。

移液时:用右手的拇指和中指捏住移液管的上端,将管的下口插入欲吸取的溶液中,插入不要太浅或太深,一般为1~2 cm处,太浅会产生吸空,把溶液吸到洗耳球内弄脏溶液,太深又会在管外沾附溶液过多。左手拿洗耳球,接在管的上口把溶液慢慢吸入,先吸入该管容量的1/3左右,用右手的食指按住管口,取出,横持,并转动管子使溶液接触到刻度以上部位,以置换内壁的水分,然后将溶液从管的下口放出并弃去,如此用反复洗3次后,即可吸取溶液至刻度以上,立即用右手的食指按住管口。

当溶液吸至标线以上时,马上用右手食指按住管口,取出,微微移动食指或用大拇指和中指轻轻转动移液管,使管内液体的弯月面慢慢下降到标线处,立即压紧管口;把移液管移入另一容器(如锥形瓶)中,并使管尖与容器壁接触,放开食指让液体自由流出,流完后再等15 s左右。残留于管尖内的液体是否吹出,取决于移液管上是否有“吹”的标记。

使用刻度吸管时,应将溶液吸至最上刻度处,然后将溶液放出至适当刻度,两刻度之差即为放出溶液的体积。

液面调整:将移液管向上提升离开液面,管的末端仍靠在盛溶液器皿的内壁上,管身保持直立,略为放松食指(有时可微微转动吸管)使管内溶液慢慢从下口流出,直至溶液的弯月面底部与标线相切为止(看刻度时,应将移液管的刻度与眼睛平行,以最下面的弯月面为准),立即用食指压紧管口。将尖端的液滴靠壁去掉,移出移液管(移液管提出液面后,应用滤纸将沾在移液管外壁的液体擦掉),插入承接溶液的器皿中。

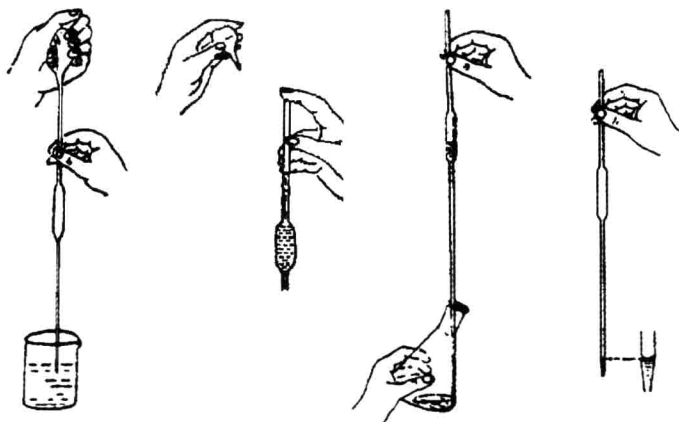


图 1-10 移液管操作