

新世纪普通高校应用化学专业系列教材

分析实验技术

FENXI SHIYAN JISHU

包晓玉 张廉奉 主编

 河南大学出版社
HENAN UNIVERSITY PRESS

分析实验技术

FENXI SHIYAN JISHU

0652.1
ZB3

ISBN 978-7-5649-3197-1



9 787564 931971 >

定价: 38.00 元

2015 年度河南省高等学校精品资源共享课——分析化学；

2016 年南阳师范学院应用化学专业“产学研用”一体化实习实训中心和分析化学实验校级实践教学精品课程

分析实验技术

FENXI SHIYAN JISHU

主 编 包晓玉 张廉奉

副主编 杨 研 张叶臻 陈新峰

河南大学出版社

· 郑州 ·

图书在版编目(CIP)数据

分析实验技术/包晓玉,张廉奉主编.—郑州:河南大学出版社,2018.1

ISBN 978-7-5649-3197-1

I.分… II.①包… ②张… III.分析化学—化学实验 IV.①O652.1

中国版本图书馆CIP数据核字(2018)第007526号

责任编辑 张雪彩 付会娟

责任校对 阮林要

助理校对 赵方超

封面设计 郭 灿

出版发行 河南大学出版社

地址:郑州市郑东新区商务外环中华大厦2401号 邮编:450046

电话:0371-86059713(营销部) 网址:www.hupress.com

排 版 郑州市今日文教印刷有限公司

印 刷 开封智圣印务有限公司

版 次 2018年3月第1版 印 次 2018年3月第1次印刷

开 本 787mm×1092mm 1/16 印 张 15.5

字 数 339千字 定 价 38.00元

(本书如有印装质量问题请与河南大学出版社营销部联系调换)

前 言

分析化学是人们获得物质组成和结构信息的科学,是化学学科的一个重要分支。分析实验技术是分析化学基础课程和应用化学质检方向专业课程的主要组成部分。通过分析化学实验技术的教学,其目的是对学生进行分析实验技能的严格训练,加深对分析化学及相关专业课程基本理论的理解,培养学生运用理论知识解决实际问题的能力。

为了适应应用型本科人才培养方案的需要,我校对应用化学质量检测方向的专业实验提出了新的要求。在原有分析化学实验(90学时)、药物分析实验(36学时)、工业分析实验(36学时)和食品分析实验(36学时)的基础上再开设综合实训实验(108学时),这些实验内容都需要体现在分析实验技术教学的各个环节中,而目前尚无一本真正符合新培养方案的实验教材。因此,我们着手编写了本教材。

本教材不仅包括化学及相关专业分析化学实验中的化学分析实验和仪器分析实验,还包括应用化学专业质量检测方向的药物分析实验、工业分析实验、食品分析实验等专业实验和综合实训实验。实验内容涉及滴定分析、重量分析、分离方法、紫外-可见分光光度法、红外吸光光谱法、原子吸收光谱法、分子荧光分析法、电位分析法、伏安和极谱分析法、气相色谱法、液相色谱法和气质联用以及一些常用仪器的使用和校准等。

本教材在编写的过程中遵循以下原则:(1)实验内容紧密联系分析实验基本原理,通过实验进一步巩固所学的基本原理和基本知识。(2)注意分析实验实际应用的基本操作技术和仪器设备的正确使用方法和仪器正常的工作条件。(3)将分析化学实验、药物分析实验、工业分析实验、食品分析实验和综合实训实验有机结合,形成综合性的分析实验技术,实现“一本制”,避免各专业分析化学实验和后续应用化学质量检测方向专业实验内容的脱节和不必要的重复。(4)将各部分实验按照由浅入深,由易到难,循序渐进的原则进行编排,既保证了适应不同专业不同层次对分析化学实验内容的要求,又保证了应用化学质量检测方向的学生都能够接受专业实验的系统训练。(5)全部实验项目的内容,尽可能采用国家标准的基本内容,使学生学有所用,为未来从事职业工作打下良好的基础。

本教材的指导思想和教学体系是在多年教学改革中形成的,是我校分析化学教研室全体教师长期教学经验的积累,并在历届学生实践中逐步完善。本书由包晓玉、张廉奉主编,第一部分和附录由郭永明编写,第二、四部分由杨妍和张叶臻编写,第三部分由邢小静、孟召辉和熊燕编写,分析化学教研室的其他老师也参与了部分编写工作,全书由包晓玉和张廉奉通稿。

本教材在编写过程中,得到了2015年度河南省高等学校精品资源共享课—分析化学、2016年南阳师范学院应用化学专业“产学研用”一体化实习实训中心和分析化学实验

校级实践教学精品课程等项目的资助,再次深表感谢。

本教材在编写的过程中引用了一些文献,再次谨向著作权作者表示诚挚的感谢。限于编者水平有限,疏漏和不妥之处在所难免,诚恳希望广大师生和读者批评指正。

编者

2017年11月

目 录

第一部分 分析实验技术基本知识	(1)
第一节 分析实验技术的基本要求	(1)
第二节 分析实验技术基础知识	(2)
第三节 分析实验技术的基本操作	(6)
第四节 常用分析仪器的使用方法	(17)
第二部分 分析化学实验	(31)
化学分析实验	(31)
实验 1 分析天平的称量练习	(31)
实验 2 滴定分析操作练习	(33)
实验 3 氢氧化钠标准溶液的配制和标定	(36)
实验 4 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	(37)
实验 5 盐酸标准溶液的配制和标定	(39)
实验 6 双指示剂法测定混合碱的组成和含量	(41)
实验 7 EDTA 标准溶液的配制和标定	(44)
实验 8 井水总硬度的测定	(46)
实验 9 铅、铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续滴定	(48)
实验 10 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	(50)
实验 11 双氧水中过氧化氢含量的测定	(53)
实验 12 铁矿石中全铁含量的测定	(54)
实验 13 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	(56)
实验 14 铜盐中铜含量的测定	(59)
实验 15 $HCl-NH_4Cl$ 混合液中各组分含量测定	(61)
实验 16 $NaOH-Na_3PO_4$ 混合溶液中各组分的含量测定	(63)
实验 17 胃舒平药片中铝和镁含量的测定	(66)
实验 18 钡盐中钡含量的测定	(69)
仪器分析实验	(72)
实验 1 邻二氮菲分光光度法测定铁	(72)
实验 2 分光光度法测定混合物中的铬、锰含量	(74)
实验 3 紫外光谱法测定水杨酸的含量	(76)
实验 4 紫外分光光度法测定苯酚的含量	(79)
实验 5 红外光谱测定有机化合物的结构	(81)

实验 6	红外光谱法对果糖和葡萄糖的定性分析	(82)
实验 7	分子荧光法测定奎宁的含量	(84)
实验 8	分子荧光法测定维生素 B ₂ 含量	(85)
实验 9	火焰原子吸收光谱法灵敏度和自来水中镁的测定	(87)
实验 10	原子吸收光谱法测定食品中铜的含量	(89)
实验 11	玻璃电极响应斜率和溶液 pH 的测定	(91)
实验 12	自来水中含氟量的测定——标准曲线法和标准加入法	(93)
实验 13	循环伏安法判断电极过程	(96)
实验 14	阳极溶出伏安法测定水中微量的铬和镉	(100)
实验 15	气相色谱法测定混合物中乙酸乙酯、乙酸丁酯、乙酸戊酯的含量	(102)
实验 16	气相色谱-质谱联用测定菜籽油的脂肪酸成分	(104)
实验 17	高效液相色谱法测定饮料中的咖啡因	(105)
实验 18	高效液相色谱法分离芳香烃	(108)
第三部分	质检专业实验	(111)
	食品分析实验	(111)
实验 1	食品中总灰分含量的测定	(111)
实验 2	食品中粗脂肪含量的测定	(113)
实验 3	食品中蛋白质含量的测定	(116)
实验 4	食品中总酸度的测定	(119)
实验 5	食品中抗坏血酸含量的测定	(121)
实验 6	食品中亚硝酸盐含量的测定	(123)
实验 7	食品中二氧化硫含量的测定	(125)
实验 8	食品中镉含量的测定	(128)
实验 9	食品中氯化物含量的测定	(129)
实验 10	食品中防腐添加剂苯甲酸的测定	(132)
	工业分析实验	(135)
实验 1	水中硫酸盐的测定	(135)
实验 2	水中可溶性硅酸的测定	(136)
实验 3	水中矿化度的测定	(138)
实验 4	水中化学需氧量的测定——重铬酸钾法	(139)
实验 5	二氧化硅含量的测定	(141)
实验 6	工业用尿素中铁含量的测定	(143)
实验 7	多种金属元素的测定	(144)
实验 8	钢中铬和锰含量的同时测定	(146)

实验 9 水中铬的测定	(149)
实验 10 总硒的测定	(151)
药物分析实验	(154)
实验 1 葡萄糖中一般杂质的检查	(154)
附录	(159)
实验 2 葡萄糖注射液分析	(166)
附录	(168)
实验 3 盐酸普鲁卡因注射液的质量分析	(169)
实验 4 氯霉素眼药水的质量分析	(174)
实验 5 维生素 AD 胶丸的质量分析	(177)
实验 6 异烟肼片的质量分析	(179)
实验 7 双波长分光光度法测定复方制剂含量	(181)
实验 8 六味地黄丸的质量分析	(183)
实验 9 复方对乙酰氨基酚片的质量分析	(185)
实验 10 维生素 B ₁ 片剂的质量分析	(191)
第四部分 综合实训实验	(197)
实验 1 食用纯碱质量分析	(197)
实验 2 水中硫酸盐和氯化物含量的测定	(199)
实验 3 硅酸盐水泥中 SiO ₂ 、Fe ₂ O ₃ 、Al ₂ O ₃ 、CaO、MgO 的含量的测定	(202)
实验 4 蔬菜和水果中苯并咪唑类农药残留量的测定	(207)
实验 5 食用植物油脂品质检验	(209)
实验 6 肉的新鲜度检验	(215)
实验 7 洗衣粉中螯合剂和活性氧含量的测定	(222)
实验 8 铝合金中铝、锌、镁含量的测定	(226)
附 录	(231)
参考文献	(239)

第一部分 分析实验技术基本知识

第一节 分析实验技术的基本要求

一、分析实验技术教学目的

分析化学是实践性很强的一门学科,分析实验技术是独立设课,和理论课具有一样的课时要求,要求学生通过实验达到下述目的。

- (1) 充分运用所学分析化学理论知识指导实验,提高实验能力;
- (2) 正确、熟练地掌握分析实验的基本操作技术,学习、掌握典型的分析方法;
- (3) 确立“量”的概念,了解并掌握影响分析结果的关键环节,学会正确、合理地选择实验条件和实验仪器,以保证实验结果的可靠性;
- (4) 通过自拟方案实验,训练和考查独立分析、解决问题的能力;
- (5) 培养严谨的科学态度和实事求是、一丝不苟的科学作风。

二、分析实验技术学习方法

要想掌握好分析化学实验技能,不但要学习目的明确、学习态度端正,还要有正确的学习方法。

1. 实验前——预习

仔细钻研理论教材和实验教材,明确实验目的、了解实验原理,知道实验的注意事项,合理安排实验,将要做的实验内容条理化,并写出预习报告。

2. 实验中——掌握技能技巧

- (1) 清洁整齐,有条不紊,注意节约试剂、水、电,爱护仪器;
- (2) 严格操作,细心观察;
- (3) 准确记录,深入思考;
- (4) 严格遵守实验室规则。

3. 实验后——做好结束工作

- (1) 清理、整理仪器药品;
- (2) 清理环境,检查安全;

(3) 及时送交实验报告。

4. 实验数据记录与处理

(1) 记录数据时,要注意有效数字位数的保留;

(2) 尊重客观事实,不能随意涂改和拼凑数据;

(3) 定量分析实验一般要平行测定三次,求出平均值和相对平均偏差。

4. 实验报告格式(必须包括以下内容)

(1) 实验名称;

(2) 实验目的;

(3) 实验原理;

(4) 实验内容和步骤(不能全盘抄书);

(5) 实验数据记录和处理(如实记录,保留正确的有效数字,实验数据采用表格的形式,分析数据要有相应的计算公式为依据,计算结果要正确,并真实可信);

(6) 注意事项;

(7) 思考题。

第二节 分析实验技术基础知识

一、玻璃器皿的洗涤

1. 洗涤方法

分析化学实验室经常使用玻璃容器和瓷器,用不干净的容器进行实验时,往往由于污物和杂质的存在而得不到准确的结果,所以容器应该保证洁净。

(1) 分析实验中使用的普通玻璃器皿(烧杯、锥形瓶、量筒等)应洁净、透明,其内壁能被水均匀地润湿且不挂水珠。一般洗涤程序:自来水洗—毛刷刷洗—去污粉洗—自来水洗—蒸馏水淋洗 2~3 次。

(2) 滴定管、移液管、吸量管等具有精密刻度的玻璃器皿,不宜用刷子刷洗,可以用合成洗涤剂刷洗,必要时,可用铬酸洗液洗涤,后用自来水和蒸馏水洗干净。

(3) 比色皿等特殊玻璃仪器,易被有色物质污染,可用热的合成洗涤剂或者盐酸-乙醇混合液浸泡,后用自来水和蒸馏水洗干净。

(4) 在洗涤过程中,要节约用水,遵循少量多次的原则,每次用水量约为总容量的 10%~20%。一般用去污粉、洗衣粉、洗洁精就可以洗干净,特殊情况采用专用洗液清洗。

2. 常用洗液

(1) 铬酸洗涤液。

铬有致癌作用,因此配制和使用洗液时要极为小心,常用两种配制方法。

方法 1. 取 100 mL 工业浓硫酸置于烧杯内,小心加热,然后慢慢加入 5 g 重铬酸钾粉末,边加边搅拌,待全部溶解并缓慢冷却后,贮存在磨口玻璃塞的细口瓶内。

方法 2. 称取 5 g 重铬酸钾粉末,置于 250 mL 烧杯中,加 5 mL 水使其溶解,然后慢慢加入 100 mL 浓硫酸,溶液温度将达 80 °C,待其冷却后贮存于磨口玻璃瓶内。

特点:去除有机物特别有效,可以反复使用,变成绿色就不能使用了。

(2) 酸性高锰酸钾洗涤液。

将 4 g KMnO_4 溶于少量水中,慢慢加入 100 mL 100 g/L 的 NaOH 溶液即可。常用于洗涤油污和有机物质。

(3) 酸性草酸和盐酸羟胺洗涤液。

取 10 g 草酸或者 1 g 盐酸羟胺溶于 100 mL 1:1 HCl 溶液即可。前者较为经济,适用于洗涤氧化性物质。

(4) 盐酸-乙醇溶液。

化学纯盐酸和乙醇按 1:2 的体积比混合即可。适用于洗涤被有色物污染的比色皿、表面皿和吸量管等。

二、实验室纯水制备

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。根据分析任务和要求的不同,对水的纯度要求也不同。一般的分析工作采用蒸馏水或去离子水即可。分析实验室用水分为三级。电导率是纯水质量的综合指标,一、二、三级水的电导率分别小于或等于 0.01 mS/m、0.10 mS/m、0.50 mS/m。三级水用于一般分析实验。制备纯水常用以下四种方法。

1. 蒸馏法

采用加热汽化,水蒸气冷凝即得蒸馏水。能有效去除非挥发性杂质,不能去除易溶于水的气体。

2. 离子交换法

采用离子交换树脂分离水中杂质的方法,即去离子水。目前多采用阴阳离子交换树脂混合床来制备。制备水的量大、成本低、去离子能力强,但是不能除去水中非离子型杂质,而且设备比较复杂。

3. 电渗析法

在外电场的作用下,利用阴阳离子交换膜对溶液中的离子选择性通过,使杂质离子从水中分离出来。

4. 反渗透法

水渗透时,水分子是通过具有选择性的半透膜从低浓度流向高浓度,反渗透法是利用高压泵使水分子透过半透膜由高浓度流向低浓度。

三、常用化学试剂

1. 化学试剂分类和规格

(1) 一般试剂。

一般试剂指实验室常用的试剂,按其杂质含量的多少,国内将化学试剂分为四级。

一级试剂(优级纯,绿色标签)通常用 G. R 表示,用于精密分析和科研。

二级试剂(分析纯,红色标签)通常用 A. R 表示,用于一般分析和科研。

三级试剂(化学纯,蓝色标签)通常用 C. P 表示,用于一般化学制备。

生化试剂(生物试剂,咖啡色标签)通常用 B. R 或 C. R 表示,用于生化实验。

(2) 基准试剂。

主体含量高、杂质少、稳定性好、化学组成恒定,用来恒定其他化学物质的含量,可用作标定标准溶液。

(3) 高纯试剂。

为专门的目的而采用特殊的方法生产的纯度最高的试剂,主要用于微量和痕量分析。

(4) 专用试剂。

具有专门用途的试剂。如色谱分析标准试剂、紫外和红外光谱纯试剂等。

2. 试剂的存放和使用

(1) 化学试剂的选择。

化学分析实验一般选用分析纯;仪器分析实验一般使用优级纯、分析纯或者专用试剂;实验对主体含量要求高要选用分析纯;对杂质含量要求比较高,则要选用优级纯和专用试剂。

(2) 化学试剂的存放。

根据自身的性质,按照安全操作规程和安全管理规程使用和存放。氧化剂和还原剂应避光保存,易挥发的要低温保存,易燃易爆的要避光、阴凉保存,剧毒物质要专人专柜保存。所有试剂要贴上标签完好保存。

(3) 化学试剂的取用。

三不:不用手接触,不可直接闻气味,不可品尝。固体粉末试剂可用洁净的牛角勺取用。液体试剂常用量筒量取。

为了达到准确的实验结果,取用试剂时应遵守以下规则,以保证试剂不受污染和不变质:① 试剂不能与手接触。② 要用洁净的药勺、量筒或滴管取用试剂,绝对不准用同一种工具同时连续取用多种试剂。取完一种试剂后,应将工具洗净(药勺要擦干)后,方可取用另一种试剂。③ 试剂取用后一定要将瓶塞盖紧,不可放错瓶盖和滴管,绝不允许张冠李戴,用完后将瓶放回原处。④ 已取出的试剂不能再放回原试剂瓶内。

四、标准物质和标准溶液

1. 标准物质

用来直接配制标准溶液或标定溶液浓度的物质称为基准物质。作为基准物质应符合下列要求。

(1) 物质的组成应与化学式完全相符。若含结晶水,其结晶水的含量也应与化学式相符。如草酸 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、硼砂 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 等。

(2) 试剂的纯度要足够高,一般要求其纯度应在 99.9% 以上,而杂质含量应少到不至于影响分析的准确度。

(3) 试剂在一般情况下应该很稳定。如不易吸收空气中的水和 CO_2 ,也不易被空气所氧化等。

(4) 试剂最好有比较大的摩尔质量。这样对相同摩尔数而言,称量时取量较大,而使称量相对误差减小。

(5) 试剂参加反应时,应按反应方程式定量进行。

2. 标准溶液及其配制

标准溶液是具有准确浓度的溶液,用于滴定待测试样。其配制方法有直接法和间接法(标定法)两种。

(1) 直接法。

准确称取一定量基准物质,溶解后定量转入容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度。根据称取物质的质量和容量瓶的体积,计算出该溶液的准确浓度。

(2) 间接法(标定法)。

有些物质不具备作为基准物质的条件,不能直接用来配制标准溶液,这时可采用标定法。将该物质先配成一种近似于所需浓度的溶液,然后用基准物质(或已知准确浓度的另一份溶液)来标定它的准确浓度。例如, HCl 试剂易挥发,欲配制浓度为 0.1 mol/L 的 HCl 标准溶液时,就不能直接配制,而是先将浓 HCl 配制成浓度大约为 0.1 mol/L 的稀溶液,然后称取一定量的基准物质如硼砂对其进行标定,或者用已知准确浓度的 NaOH 标准溶液来进行标定,从而求出 HCl 溶液的准确浓度。

五、实验室安全知识

实验室安全包括人身安全及实验室、仪器、设备的安全。

分析化学实验室主要应预防化学药品中毒、操作过程中的烫伤、割伤、腐蚀等人身安全和燃气、高压气体、高压电源、易燃易爆化学品可能产生的火灾、爆炸及跑水等事故。

(1) 实验室内禁止饮食、吸烟,切勿以实验用容器代替水杯、餐具使用,防止化学试剂入口,实验结束后要洗手。

(2) 使用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性的试剂时,操作要小心,防止受伤和腐蚀

皮肤、衣物等。易挥发的有毒或有强烈腐蚀性的液体和气体,要在通风柜中操作(尤其是用它们热分解试样时)。浓酸、浓碱如果溅到身上应立即用水冲洗,溅到实验台上或地面上时要用水稀释后擦掉。

(3) 使用自来水后要及时关闭截门,遇停水时要立即关闭。

(4) 如果发生烫伤或割伤,可先利用实验室的小药箱进行简单处理,然后尽快去医院进行医治。

(5) 实验过程中万一发生着火,不要惊慌,应尽快切断电源或燃气源,用石棉布或湿抹布熄灭(盖住)火焰。密度小于水的非水溶性有机溶剂着火时,不可用水浇,以防止火势蔓延。电器着火时,不可用水冲,以防触电,应使用干冰或干粉灭火器。着火范围较大时,应立即用灭火器灭火,并根据火情决定是否要报告消防部门。

(6) 使用汞时应避免泼洒在实验台或地面上,使用后的汞应收集在专用的回收容器中,切不可倒入下水道或污物箱内。万一发生少量汞洒落,应尽量收集干净,然后在可能洒落的地区洒一些硫黄粉,最后清扫干净,并集中作固体废物处理。

第三节 分析实验技术的基本操作

一、移液管的使用

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,是所移取的准确体积的标志,常用的移液管有 5、10、25 和 50 mL 等规格。通常又把具有刻度的直形玻璃管称为吸量管,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。

1. 使用方法

(1) 使用前。

移液管在洗涤前应检查其管口和尖嘴有无破损,如有不能使用。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。使用移液管前,应先用铬酸洗液润洗,以除去管内壁的油污。然后用自来水冲洗残留的洗液,再用蒸馏水洗净。洗净后的移液管内壁应不挂水珠。移取溶液前,应先用滤纸将移液管末端内外的水吸干,然后用欲移取的溶液涮洗管壁 2~3 次,以确保所移取溶液的浓度不变。

(2) 吸液。

如图 1(a)所示,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 10~20 mm,太浅会产生吸空、把溶液吸到洗耳球内弄脏溶液,太深又会使管外黏附溶液过多。左手拿洗耳球,先把球中空气压出,再将球的尖嘴接在移液管上口,慢慢松开压扁的洗耳球使溶液吸入管内,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,如此反复洗 3 次后,即可吸取溶液至刻度以上,然后立即用右手的食指按住管口。

(3) 调节液面。

左手端起试剂瓶,右手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,略有放松食指(有时可微微转动吸管)使管内溶液慢慢从下口流出,视线与移液管的标线相平,直至溶液的弯月面底部与标线相切为止,立即用食指压紧管口。将尖端的液滴靠壁去掉,移出移液管,插入承接溶液的器皿中。

(4) 放出溶液。

如图 1(b)所示,承接溶液的器皿如是锥形瓶,应使锥形瓶倾斜 30° ,移液管直立,管下端紧靠锥形瓶内壁,稍松开食指,让溶液沿瓶壁慢慢流下,全部溶液流完后需等 15 s 后再拿出移液管,以便使附着在管壁的部分溶液得以流出。如果移液管未标明“吹”字,则残留在管尖末端内的溶液不可吹出,因为移液管所标定的量出容积中并未包括这部分残留溶液。

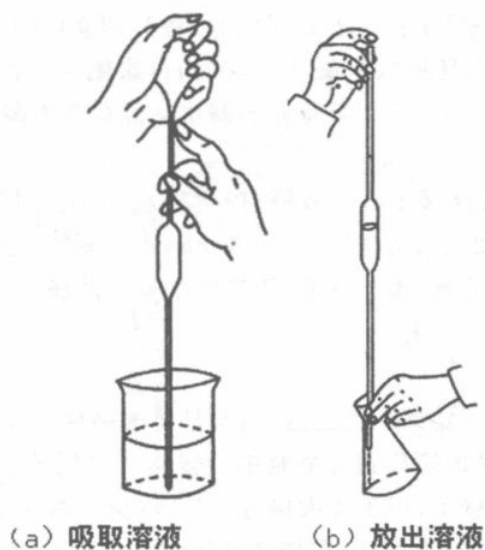


图 1 移液管的正确使用方法

2. 注意事项

(1) 在调整零点和排放溶液过程中,移液管都要保持垂直,其流液口要接触倾斜的器皿(不可接触下面的溶液)并保持不动;等待 15 s 后,如果移液管未标明“吹”字,流液口内残留的一点溶液绝对不可用外力使其被震出或吹出;移液管用完后应放在管架上,不要随便放在实验台上,尤其要防止管颈下端被污染。

(2) 吸量管的全称是“分度吸量管”,它是带有分度的量出式量器,用于移取非固定量的溶液。吸量管的使用方法与移液管大致相同,这里只强调几点:① 由于吸量管的容量精度低于移液管,所以在移取 2 mL 以上固定量溶液时,应尽可能使用移液管。② 使用吸

量管时,尽量在最高标线调整零点。③ 吸量管的种类较多,要根据所做实验的具体情况,合理地选用吸量管,由于种种原因,目前市场上的产品不一定都符合标准,有些产品标志不全,有的产品质量不合格,使得用户无法分辨其类型和级别,如果实验精度要求很高,最好经容量校准后再使用。

二、容量瓶的使用

容量瓶主要用于准确地配制一定浓度的溶液。它是一种细长颈、梨形的平底玻璃瓶,配有磨口塞。瓶颈上刻有标线,当瓶内液体在所指定温度下达到标线处时,其体积即为瓶上所注明的容积数。一种规格的容量瓶只能量取一个量。常用的容量瓶有 100、250、500 mL 等多种规格。

1. 使用方法(见图 2)

(1) 检漏。

使用前检查瓶塞处是否漏水。具体操作方法是:在容量瓶内装入半瓶水,塞紧瓶塞,用右手食指顶住瓶塞,另一只手托住容量瓶瓶底,将其倒立(瓶口朝下),观察容量瓶是否漏水。若不漏水,将瓶正立且将瓶塞旋转 180° 后,再次倒立,检查是否漏水,若两次操作容量瓶瓶塞周围皆无水漏出,即表明容量瓶不漏水。经检查不漏水的容量瓶才能使用。

(2) 洗涤。

① 容量瓶经自来水洗涤若干次后较脏(内壁挂水珠)时,可用铬酸洗液洗涤,洗涤时将瓶内水尽量倒空,然后倒入铬酸洗液 10~20 mL,盖上瓶塞,边转动边向瓶口倾斜,至洗液布满全部内壁。放置数分钟,倒出洗液,用自来水充分洗涤。

② 实验室用水润洗 2~3 次。

(3) 转移。

若要将固体物质配制一定体积的溶液,通常是将准确称量好的固体物质放在烧杯中,用少量溶剂溶解后,再定量地转移到容量瓶中。转移时要用玻璃棒引流。方法是将玻璃棒一端紧靠在容量瓶颈内壁上,但不要太接近瓶口,以免有溶液溢出。待烧杯中的溶液倒尽后,烧杯不要直接离开玻璃棒,而应在烧杯扶正的同时使杯嘴沿玻璃棒上提 1~2 cm,同时直立,使附着在烧杯嘴上的溶液流回烧杯中。为保证溶质能全部转移到容量瓶中,用少量水(或其他溶剂)涮洗烧杯 3~4 次,每次用洗瓶或滴管冲洗杯壁和玻璃棒,按同样的方法移入瓶中。

如果固体溶质是易溶的,而且溶解时又没有很大的热效应发生,也可将称取的固体溶质小心地通过干净漏斗放入容量瓶中,用水冲洗漏斗并使溶质直接在容量瓶中溶解。

如果是浓溶液稀释,则用移液管吸取一定体积的浓溶液,放入容量瓶中,再按下述方法稀释并定容。

(4) 定容。

溶液转入容量瓶后,加溶剂,稀释至 $3/4$ 体积时,将容量瓶平摇几次(切勿倒转摇动),