

新世纪全国高等中医药院校规划教材

分析化学实验

(供中药类专业用)

主 编	黄世德	(成都中医药大学)
	梁生旺	(河南中医学院)
副主编	万 丽	(成都中医药大学)
	尹 华	(浙江中医学院)
	王淑美	(河南中医学院)
	李 锦	(天津中医学院)
	张元桐	(辽宁中医学院)
	张明昶	(贵阳中医学院)
	王新宏	(上海中医药大学)
	谢晓梅	(安徽中医学院)
主 审	陈定一	(北京中医药大学)

中国中医药出版社

· 北 京 ·

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/黄世德,梁生旺主编.—北京:中国中医药出版社,2005.9

新世纪全国高等中医药院校规划教材

ISBN 7-80156-810-9

I. 分… II. ①黄… ②梁… III. 分析化学—化学实验—中医学院—教材

IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2005)第 015153 号

中国中医药出版社出版

北京市朝阳区北三环东路 28 号易亨大厦 16 层

邮政编码:100013

传真:64405750

北京市卫顺印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 850×1168 1/16 印张 11.125 字数 264 千字

2005 年 9 月第 1 版 2005 年 9 月第 1 次印刷

书号 ISBN 7-80156-810-9/R·810 册数 5000

*

定价:13.00 元

网址 WWW.CPTCM.COM

如有质量问题请与本社出版部调换

版权专有 侵权必究

社长热线 010 64405720

购书热线:010 64065415 010 84042153

新世纪全国高等中医药院校规划教材

《分析化学实验》编委会

主 编 黄世德 (成都中医药大学)
梁生旺 (河南中医学院)

副主编 万 丽 (成都中医药大学)
尹 华 (浙江中医学院)
王淑美 (河南中医学院)
李 锦 (天津中医学院)
张元桐 (辽宁中医学院)
张明昶 (贵阳中医学院)
王新宏 (上海中医药大学)
谢晓梅 (安徽中医学院)

编 委 (以姓氏笔画为序)
王兆伦 (山东中医药大学)
叶晓雯 (云南中医学院)
江 滨 (广州中医药大学)
许腊英 (湖北中医学院)
李彦冰 (黑龙江中医药大学)
吴晓青 (西南交通大学药学院)
张 丽 (南京中医药大学)
张 洁 (长春中医学院)
张小荣 (西南交通大学药学院)
陈 丽 (福建中医学院)
侯小涛 (广西中医学院)
袁 强 (浙江中医学院)
彭晓霞 (甘肃中医学院)
彭新君 (湖南中医学院)

主 审 陈定一 (北京中医药大学)

编写说明

《分析化学实验》是根据“新世纪全国高等中医药院校规划教材”《分析化学》教学大纲要求和上版《分析化学实验》出版以来各院校使用的实际情况及意见,并根据分析化学发展需要及各院校实验设备现状编写的。全书共七十六个实验,可供全国中医药院校中药、药学类专业及相关专业的分析化学实验课使用,也可供有关专业的分析化学实验选用。

本版实验教材除保持上版实验教材的特色外,对实验内容进行了精选、调整和充实。除在实验前面增加了分析化学实验的任务和要求外,还对分析化学实验中应了解的一般知识作了介绍,包括实验室注意事项、分析用水、化学试剂及定量分析实验常用的玻璃仪器等知识的介绍。

为了激发学生学习的积极性,培养学生的独立工作及创新能力,实验内容除保证必要的基本训练及与本门学科理论教学有关内容的实验外,还着重增加了培养学生进行科学研究能力训练的应用性、试验性、设计性实验和渗透于学科间的培养学生综合能力的综合性实验。删去了醋酸的电位滴定等 10 个实验,增加了 α -氨基酸的含量测定等应用性、试验性实验及设计性、综合性实验 27 个。在书末还增加了常用的酸碱溶液、缓冲溶液、指示剂等附表。

由于编者水平有限,书中难免有错误和不当之处,敬请读者提出宝贵意见,以便再版时修订。

《分析化学实验》编委会

二〇〇五年八月

目 录

分析化学实验的任务和要求	(1)
分析化学实验的一般知识	(3)
基本实验	(14)
实验一 分析天平称量练习	(14)
实验二 葡萄糖干燥失重实验	(22)
实验三 盐酸黄连素的含量测定	(23)
实验四 生药灰分的测定	(30)
实验五 芒硝中硫酸钠的含量测定	(31)
实验六 容量器皿的使用和校准	(33)
实验七 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	(36)
实验八 酸碱溶液浓度的标定	(39)
实验九 苯甲酸的含量测定	(41)
实验十 混合碱溶液各组份含量测定	(42)
实验十一 矿物药白矾砂中氯化铵的含量测定	(44)
实验十二 高氯酸标准溶液的配制与标定	(45)
实验十三 枸橼酸钠的含量测定	(48)
实验十四 α -氨基酸含量测定	(49)
实验十五 银量法标准溶液的配制与标定	(50)
实验十六 溴化钾的含量测定	(53)
实验十七 EDTA 标准溶液的配制与标定	(54)
实验十八 水的硬度测定	(56)
实验十九 中药明矾的含量测定	(58)
实验二十 KMnO_4 标准溶液的配制与标定	(60)
实验二十一 过氧化氢的含量测定	(62)
实验二十二 水中化学耗氧量(COD)的测定	(63)
实验二十三 土壤中有机质的含量测定(重铬酸钾法)	(65)
实验二十四 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制与标定	(67)

实验二十五	胆矾中硫酸铜的含量测定	(69)
实验二十六	I ₂ 标准溶液的配制与标定	(71)
实验二十七	维生素 C 的含量测定	(73)
实验二十八	苯酚的含量测定	(75)
实验二十九	扑热息痛有效成分的含量测定	(76)
实验三十	盐酸普鲁卡因的含量测定(亚硝基化滴定法)	(78)
实验三十一	磷酸的电位滴定	(80)
实验三十二	饮用水中氟含量的测定	(87)
实验三十三	永停滴定法	(90)
实验三十四	可见分光光度计的性能检验	(92)
实验三十五	吸收曲线的绘制	(95)
实验三十六	标准曲线法测定芦丁含量	(96)
实验三十七	紫外分光光度计的性能检验	(98)
实验三十八	维生素 B ₁₂ 注射液的定性鉴别及定量分析	(102)
实验三十九	双波长分光光度法测定安钠咖注射液中咖啡因的含量	(103)
实验四十	银黄口服液中黄芩苷和绿原酸的含量测定	(106)
实验四十一	固体试样红外光谱的测定(KBr 法)	(107)
实验四十二	液体试样红外光谱的测定	(108)
实验四十三	硫酸奎宁的激发光谱与发射光谱法测定	(108)
实验四十四	荧光法测定维生素 B ₁ 的含量	(109)
实验四十五	原子吸收法试样的处理	(111)
实验四十六	原子吸收法测定感冒颗粒剂中的铜	(113)
实验四十七	柱色谱法测定氧化铝活度	(114)
实验四十八	纸色谱法分离氨基酸	(116)
实验四十九	马钱子粉的薄层色谱法鉴别	(118)
实验五十	五味子的薄层色谱法鉴别	(119)
实验五十一	对乙酰氨基酚的杂质限量检查	(120)
实验五十二	薄层扫描法测定女贞子中齐墩果酸的含量	(121)
实验五十三	薄层扫描法测定甲基红含量	(123)
实验五十四	固定液的涂渍与色谱柱的填充	(124)
实验五十五	气相色谱仪性能检查	(125)
实验五十六	气相色谱法定性分析	(127)
实验五十七	气相色谱法定量分析(外标法)	(129)
实验五十八	气相色谱法定量分析(内标法)	(130)
实验五十九	气相色谱法定量分析(归一化法)	(131)

附录..... (156)

参考文献..... (163)

分析化学实验的任务和要求

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验的任务是使学生加深对分析化学基本理论的理解,掌握分析化学实验的基本操作技能,养成严格、认真和实事求是、一丝不苟的科学作风。通过验证性实验(一般性实验)、综合性实验和设计性实验的系统性训练,培养学生观察与动手的能力、分析和解决问题的能力、创新思维和创新实践的能力;树立严格“量”的概念,学会实验数据的处理方法,为学习后续课程和将来从事实际工作打下扎实的基础。为了完成上述任务,提出以下要求:

1. 实验前的预习

预习是做好实验的基础,学生在实验之前,一定要认真阅读有关实验教材,明确本实验的目的、任务、有关原理、操作的主要步骤及注意事项,做到心中有数。并写好报告中的部分内容(如实验名称、日期、目的要求、简要原理、实验内容与步骤的简要描述),以便实验时及时、准确地进行记录。

2. 实验过程中注意事项

- (1)进行每一步操作时,都要积极思考这一步操作的目的和作用,可能出现什么现象等。
- (2)每人都必须备有专用实验记录本和报告单,随时把必要的数据和现象清楚地、正确地记录在专用的记录本上。
- (3)应严格地遵守操作规程及注意事项。实验前不应动仪器和试剂,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,不要随意进行实验,以免损坏仪器,浪费试剂,使实验失败,更重要的是预防发生意外事故。
- (4)自觉遵守实验室规则,保持实验室整洁、安静,使实验室环境清洁、卫生,仪器安置有序,节约实验用品,废液应按规定处理排放。

3. 实验完毕后注意事项

对实验所得结果和数据,按实际情况及时整理、计算和分析。重视总结实验中的经验教训,用专用实验报告单认真写好实验报告,按时交给指导老师。及时洗涤、清理仪器,切断(或关闭)电源和水阀。

记录和报告注意事项及评分标准:

(1)实验报告应包括下列内容:实验名称,日期,目的要求,实验原理,实验内容与步骤的简要描述(可用箭头流程式表示),测量所得数据,各种观察现象(包括文字与图像)与注解,数据处理和实验结果,问题和讨论。

这几项内容的取舍、繁简,应视各个实验的具体需要而定,只要符合实验报告的要求,能简化的应当简化,需保留的必须保留。

(2)记录和计算必须准确、简明(但必要的数据和现象应记全)、清楚。

(3) 记录本的篇页都应编号,不要随便撕去。严禁在小片纸上记录实验数据和现象。

(4) 记录和计算若有错误,应划掉重写,不得涂改,绝对不允许凑数据。

(5) 记录或处理分析数据应按有效数字运算规则处理。

(6) 实验结果常以多次测定的平均值表示并计算出相对平均偏差,有时还应计算出测定结果的置信区间或标准偏差。

(7) 成绩的评定包括:预习情况及对实验的态度;实验操作技能;原始记录的真实性及对实验结果的态度;实验报告的撰写是否认真和符合要求;实验结果的精密度、准确度及有效数字的表达等。

分析化学实验的一般知识

一、实验室注意事项

1. 遵守实验室各项制度。
2. 经常保持实验室的整洁和安静,注意桌面和仪器的整洁。
3. 保持水槽清洁,切勿把固体物品投入水槽中。废纸和废屑应投入废纸箱内,废酸和废碱应小心倒入废液缸内,切勿倒入水槽,以免腐蚀下水道。
4. 爱护仪器,节约试剂、水和电等。
5. 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或鞋袜上。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时,应先用大量的细水流洗涤眼睛,是碱灼伤时再用 20% 硼酸溶液淋洗,酸灼伤则用 3% 碳酸氢钠溶液淋洗。用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等溶样时,应在通风橱中进行操作。稀释浓酸时应把浓酸加入水中,而不要把水加入浓酸中。
6. 汞盐、氰化物、 As_2O_3 、钡盐、重铬酸盐等试剂有毒,使用时要特别小心。氰化物与酸作用放出剧毒的 HCN ,严禁在酸性介质中加入氰化物。
7. 使用四氯化碳、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有毒或易燃的有机溶剂时要远离火源和热源,敞口操作应在通风橱中进行,取用试剂后的试剂瓶应及时加盖,置阴凉处存放,低沸点、低闪点有机溶剂不得在明火或电炉上加热,应在水浴、油浴或可调电压电热套中加热。用过的溶剂不可倒入水槽中排放,应倒入回收瓶中集中处理。
8. 使用高压钢瓶时,要严格按操作规程操作。高压钢瓶的种类可根据其颜色加以辨认(见表 1)。

表 1 不同高压钢瓶的辨认

气 体 名 称	瓶 体 颜 色	字 样	字 样 颜 色	横 条 颜 色
氧 气	天 蓝	氧	黑	
氢 气	深 绿	氢	红	
氮 气	黑	氮	黄	棕
二氧化碳	黑	二氧化碳	黄	
压缩空气	黑	压缩空气	白	
硫化氢	白	硫化氢	红	红
二氧化硫	黑	二氧化硫	白	黄
石油气	灰	石油气体	红	
氯 气	灰	纯氯	绿	

9. 如果在实验过程中发生着火,应尽快切断电源和燃气源,并选择合适的灭火器材扑灭之。若着火面积较大,在尽力扑救的同时应及时报警。

10. 试剂切勿入口。实验器皿切勿用作餐具。离开实验室时要仔细洗手,如曾使用过有毒物品,还应漱口。

二、分析用纯水

1. 纯水的制备

根据分析的任务和要求的不同,对水的纯度要求也有所不同。一般的分析工作,采用蒸馏水或去离子水即可;超纯物质的分析,则需纯度较高的“超纯水”。在一般的分析工作中,离子选择电极法、配位滴定法和银量法所用的水纯度较高。

(1) 蒸馏法:蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质,但不能除去易溶于水的气体。同是蒸馏而得的纯水,由于蒸馏器的材料不同,所带的杂质也不同。通常使用玻璃、铜和石英等材料制成的蒸馏器。

(2) 离子交换法:这是应用离子交换树脂分离出水中的杂质离子的方法。因此用此法制得的水通常称为“去离子水”。此法的优点是容易制得大量纯度较高的水而成本较低。

(3) 电渗析法:电渗析法是在离子交换技术的基础上发展起来的方法,即是在直流电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而去除离子型杂质的方法。此法不能去除非离子型杂质,适合于要求不高的分析工作。

2. 纯水的合理选用及检验方法

(1) 纯水的规格

在分析化学实验中,应根据所做实验的水质要求,合理地选用不同规格的纯水。我国已颁布了“分析实验室用水规格和试验方法”的国家标准[GB 6682—92]。标准中规定了分析实验室用水的级别、技术指标、制备方法及检验方法。表2为实验室用水的级别及主要指标。

表2 分析实验室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 值范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)($\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$)	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
电阻率($\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$)	10	1	0.2
可氧化物质(以 O 计)/(mg/L)	—	0.08	< 0.4
蒸发残渣($105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$)/(mg/L)	—	≤ 1.0	≤ 2.0
吸光度(254nm, 1cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	
可溶性硅(以 SiO_2 计)/(mg/L)	< 0.01	< 0.02	

(2) 纯水常用的检验方法

实验所用纯水的质量,通常采用物理方法和化学方法检验其纯度来确定。检验项目主要有电导率(或电阻率)、pH、硅酸盐、氯离子及某些金属离子(如镁、铜、锌、铅、铁等)等。

① 电阻率:25℃时电阻率为 $1.0\sim 10\times 10^6\Omega\cdot\text{cm}$ 的水为纯水, $>10\times 10^6\Omega\cdot\text{cm}$ 为超纯水。

② 碱度:要求水的 pH 值在 6~7 范围内。对存放较长时间的水,因溶解空气中的 CO_2 pH 值可降至 5.6 左右。取试管两支,分别加入待检验之水 10mL,在一试管中加入甲基红指示剂 2 滴,不应显红色。在另一试管中加入 0.1%溴麝香草酚蓝(溴百里酚蓝)指示剂 5 滴,不应显蓝色。

③ 氯离子:取待检验之水 10mL,用稀 HNO_3 酸化,加 2 滴 1% AgNO_3 溶液摇匀后不应有浑浊现象。

④ 钙镁离子:取待检验之水 10mL,加氨水-氯化铵缓冲溶液($\text{pH}\approx 10$)调节溶液 pH 值至 10 左右,加入铬黑 T 指示剂 1 滴,不应显红色。

三、化学试剂的一般知识

化学试剂产品很多,门类也不少,有无机试剂和有机试剂两大类。按用途分为标准试剂、一般试剂、高纯试剂、特效试剂、仪器分析专用试剂、指示剂、生化试剂、临床试剂、电子工业或食品工业专用试剂等。世界各个国家对化学试剂的分类和分级的标准不尽相同。我国化学试剂产品有国家标准(GB)、行业标准(ZB) 和企业标准(QB)等。

1. 常用试剂的规格

化学试剂的规格是以其中所含杂质多少来划分的,一般可分为四个等级,其规格和适用范围见表 3。

表 3 试剂规格和适用范围					
等 级	名 称	英 文 名 称	符 号	适 用 范 围	标 签 标 志
一级品	优级纯 (保证试剂)	guarantee reagent	GR	纯度很高,适用于精密分析工作和科学研究工作	绿色
二级品	分析纯 (分析试剂)	analytical reagent	AR	纯度仅次于一级品,适用于多数分析工作和科学研究工作	红色
三级品	化学纯	chemical pure	CP	纯度较二级品差些,适用于一般分析工作	蓝色
四级品	实验试剂 医用试剂	laboratorial reagent	LR	纯度较低,适用作实验辅助试剂	棕色或其他颜色
	生物试剂	biological reagent	BR 或 CR		黄色或其他颜色

此外,还有一些特殊用途的“高纯”试剂,如光谱纯试剂、基准试剂、色谱纯试剂等。

光谱纯试剂(符号 SP)的杂质含量用光谱分析法已测不出或者其杂质的含量低于某一限度,这种试剂主要作为光谱分析中的标准物质。

基准试剂的纯度相当于或高于保证试剂。基准试剂用作滴定分析中的基准物是非常方便

的,可用于直接配制标准溶液。

色谱纯试剂是指在仪器最高灵敏度(10^{-10} g)条件下进行分析无杂质峰出现的试剂。

在分析工作中,选用的试剂的纯度要与所用方法相当,实验用水、操作器皿等要与试剂的等级相适应。若试剂都选用 GR 级的,则不宜使用普通的蒸馏水或去离子水,而应使用经两次蒸馏制得的重蒸馏水。所用器皿的质地也要求较高,使用过程中不应有物质溶解,以免影响测定的准确度。

选用试剂时,要注意节约原则,不要盲目追求纯度高,应根据具体要求取用。优级纯和分析纯试剂,虽然是市售试剂中的纯品,但有时由于包装或取用不慎而混入杂质,或运输过程中可能发生变化,或贮藏日久而变质,所以还应具体情况具体分析。对所用试剂的规格有所怀疑时应该进行鉴定。在特殊情况下,市售的试剂纯度不能满足要求时,分析者应自己动手精制。

常用化学试剂的检验,除经典的湿法化学分析外,已愈来愈多地使用物理方法和物理化学方法,如原子吸收分光光度法、原子发射光谱法、电化学分析法和紫外、红外、核磁共振波谱法及色谱分析法等。

2. 试剂取用及保管

分析工作者必须对化学试剂标准和性质有明确的认识,做到科学地存放和合理地使用化学试剂,既不超规格造成浪费,又不随意降低规格而影响分析结果的准确度。

①取用试剂时应注意保持清洁。瓶塞不许任意放置,取用后应立即盖好,以防试剂被其他物质沾污或变质。

②固体试剂应用洁净干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净,以免被腐蚀。

③用吸管吸取试剂溶液时,绝不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中吸取试剂。

④所有盛装试剂的瓶上都应贴有明显的标签,写明试剂的名称、规格及配制日期。切不可在试剂瓶中存放不是标签上所写的试剂。没有标签标明名称和规格的试剂,在未查明前不能随便使用。书写标签最好用绘图墨汁,以免日久褪色。

⑤一般化学试剂应保存在通风良好、干净、干燥的环境中,防止水分、灰尘和其他物质沾污。

⑥容易侵蚀玻璃而影响试剂纯度的试剂(如氢氟酸、氟化物、苛性碱等)应保存在塑料瓶或涂有石蜡的玻璃瓶中。吸水性强的试剂(如碳酸盐、苛性钠、过氧化钠等)应严格用蜡密封。

⑦见光会分解的试剂(如过氧化氢、硝酸银、焦性没食子酸、高锰酸钾等)、与空气接触易被氧化的试剂(如氯化亚锡、硫酸亚铁、亚硫酸钠等)及易挥发的试剂(如溴)应存放在棕色瓶内,置冷暗处存放。

⑧相互间易起反应的试剂(如挥发的酸与氨、氧化剂与还原剂等)应分开存放。易燃的试剂(如乙醇、乙醚、苯、丙酮等)与易爆炸的试剂(如高氯酸、过氧化物、某些硝基化合物与含氮化合物等)应分开存放在不受阳光直接照射的、阴凉通风的试剂柜中,以防止挥发出的蒸气聚集而发生危险。

⑨剧毒试剂(如氰化物、氢氟酸、汞盐、含砷化合物等)应特别妥善保管,经严格手续取用,防止发生事故。

⑩在分析工作中,试剂的浓度及用量应按要求适当使用,过浓或过多,不仅造成浪费,而且还可能产生副反应,甚至得不到正确的结果。

四、定量分析中常用的玻璃仪器

定量分析所用的仪器多为玻璃器皿,根据用途可分为盛装溶液的容器类(如烧杯、试剂瓶等)、量度溶液容积的量器类(如量筒、滴定管、移液管、容量瓶等)及特殊用途类(如干燥器、表面皿、漏斗等),图1为定量分析中常用的一些仪器。



图1 定量分析中的常用仪器

1. 玻璃仪器的洗涤与干燥

(1) 仪器的洗涤

分析化学实验所用仪器应洁净,洗净的仪器的内、外壁应被水均匀地润湿不挂水珠。实验室中常用的玻璃器皿,如烧杯、锥形瓶、量筒、量杯、表面皿、试剂瓶等可用刷子蘸去污粉或洗涤剂直接刷洗器皿内外壁,再用自来水冲洗干净。

移液管、吸量管、容量瓶、滴定管等具有精确刻度的量器内壁不宜用刷子刷洗,也不宜用强碱性洗涤剂洗涤,以免损坏量器内壁而影响量器的准确性。通常用含 0.5% 左右合成洗涤剂的水溶液浸泡或将其倒入量器中摇动几分钟后弃去,再用自来水冲洗干净。如果用这种方法仍未将污物洗净,可用重铬酸洗液浸泡量器,用过的重铬酸洗液应倒回原瓶中,用自来水冲洗量器第一次的废水应倒入废水缸中集中处理。由于重铬酸洗液中的六价铬对环境有污染,对人体有害,应少用。

用光学玻璃制成的光度分析用比色皿,不能用毛刷刷洗,应选择不同的洗涤液浸泡,再用自来水冲洗干净。洗涤剂除常用的合成洗涤剂外,还有 HCl 稀溶液、NaOH-KMnO₄ 溶液、乙醇及其与盐酸或氢氧化钠的混合溶液等。

所有玻璃器皿洗净后都应用纯水淋洗内壁。其原则是少量多次,顺壁淋洗。

(2) 仪器的干燥

在实验中需要使用干燥的器皿时,根据不同情况,可使用下述方法将洗净的仪器进行干燥。

晾干:将洗净的器皿置于实验柜或器皿架上晾干。

烘干:先将洗净的器皿的水沥干,然后放进干燥箱中烘干;也可将器皿套在“气流烘干机”的杆子上烘干,但量器不宜采用烘干的办法干燥。

其他方法:采用少量有机溶剂(如乙醇、丙酮等)润洗已洗净的器皿内壁,倾出溶剂后用电风吹干或用“气流烘干机”烘干。

2. 玻璃量器的使用方法

定量分析常用的玻璃量器可分为量入式容器(用“E”表示,如容量瓶等)和量出式容器(用“A”表示,如量筒、量杯、滴定管、吸量管、移液管等)两类,前者液面的对应刻度为量器内的容积,后者液面刻度为已放出溶液的体积。

量器按准确度和流出时间分成 A、A₂、B 三种等级。通常 A 级的准确度比 B 级高 1 倍,A₂ 级的准确度介于 A、B 之间,其流出时间与 A 级相同。量器的级别标志用“一等”、“二等”、“Ⅰ”、“Ⅱ”或“<1>”、“<2>”等表示,无上述字样符号的量器,则表示无级别(如量筒、量杯等)。

滴定分析中,准确地测量溶液的体积,是获得良好分析结果的重要因素。因此,必须了解如何正确地使用容量器皿如滴定管、容量瓶和移液管等。现分别叙述如下:

(1) 滴定管

滴定管是用来进行滴定的器皿,用于测量在滴定中所用溶液的体积。滴定管是一种细长、内径大小比较均匀而具有刻度的玻璃管,管的下端有玻璃尖嘴(图 2)。有 25、50mL 等不同的容积。如 25mL 滴定管就是把滴定管分成 25 等份,每一等分为 1mL,1mL 中再分 10 小格,每一小格为 0.1mL,读数时,在每一小格间可再估计出 0.01mL。

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(见图2)。酸式滴定管的下端有玻璃活塞,可盛放酸液及氧化剂,不能盛放碱液,因碱液常使活塞与活塞套粘合,难于转动。盛放碱液时要用碱式滴定管,它的下端连接一橡皮管,内放一玻璃珠,以控制溶液的流出,下面再连有一尖嘴玻璃管,这种滴定管不能盛放酸或氧化剂等腐蚀橡皮的溶液。

为了防止滴定管漏水,在使用酸式滴定管之前要将已洗净的滴定管活塞拔出,用细布或滤纸将活塞及活塞套擦干,在活塞粗端和活塞套的细端分别涂一薄层凡士林,把活塞插入活塞套内,来回转动数次,直到在外观察时呈透明即可。亦可在玻璃活塞孔的两端涂上一薄层凡士林,小心不要涂在塞孔处以防堵塞孔眼,然后将活塞插入活塞套内,来回旋转活塞数次直至透明为止(图3)。在活塞末端套一橡皮圈以防在使用时将活塞顶出。然后在滴定管内装入蒸馏水,置滴定管架上直立2分钟观察有无水滴下滴,缝隙中是否有水渗出,并将活塞转 180° 再观察一次,放在滴定管架上,没有漏水即可使用。

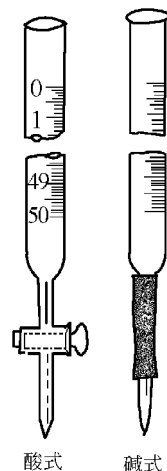


图2 滴定管

为了保证装入滴定管溶液的浓度不被稀释,要用该溶液洗滴定管3次,每次约为 $7\sim 8\text{mL}$ 。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,然后将溶液自下放出。洗好后,即可装入溶液。装溶液时要直接从试剂瓶倒入滴定管,不要再经过漏斗等其他容器。

将标准溶液充满滴定管后,应检查滴定管下部是否有气泡,如有气泡,可转动活塞,使溶液急速下流驱去气泡。如为碱式滴定管,则可将橡皮管向上弯曲,并在稍高于玻璃珠所在处用两手指挤压,使溶液从尖嘴口喷出,气泡即可除尽(图4)。

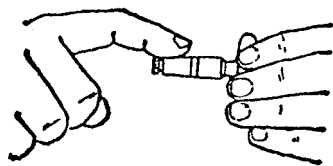


图3 涂凡士林操作

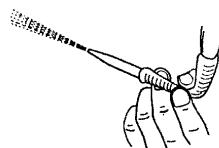


图4 碱式滴定管排气泡的方法

滴定管的读数:在读数时,应将滴定管从滴定管架上取下,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,并将管下端悬挂的液滴除去,然后再读数。滴定管内的液面呈弯月形,无色溶液的弯月面比较清晰,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,眼睛的位置不同会得出不同的读数[如图5(a)],应读取弯月面下缘实线的最低点。对于有色溶液(如 KMnO_4 溶液),其弯月面难以看清,视线应与液面两侧的最高点相切,才较易读准数字。读数应估计到 0.01mL 。

对“蓝带”滴定管,其读数方法与上相同。滴定无色溶液时,滴定管上有两个弯月面尖端相交于滴定管蓝线的某一点上[见图5(b)],其交点的位置即为蓝带滴定管读数的正确位置。读数时视线应与此点在同一水平面上。

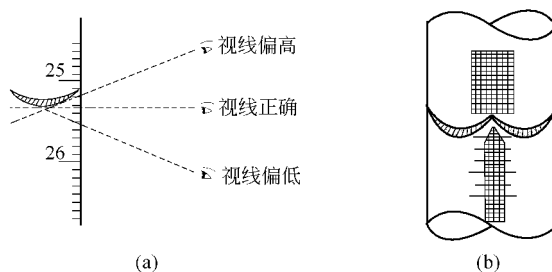


图5 滴定管的读数

(a) 滴定管读数时的视线位置 (b) 蓝带滴定管的读数

为了使读数清晰,亦可在滴定管后边衬一黑白两色的读数卡片作为背景,读数时,将读数卡衬在滴定管背后,使黑色部分上缘在弯月面下约1mm,弯月面的反射层即全部成为黑色(见图6)。读此黑色弯月面的下缘的最低点。这样做不受光线的影响,易于观察。但对有色溶液在读其两侧的最高点时,应使用白色卡片做背景。

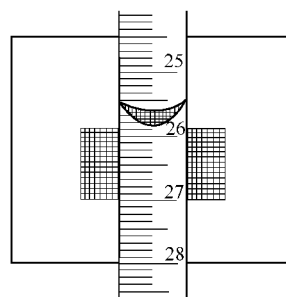


图6 滴定管后衬读数卡

由于滴定管刻度不可能非常均匀,所以在同一实验的每次滴定中,溶液的体积应该控制在滴定管刻度的同一部位,例如第一次滴定是在0~30mL的部位,那么第二次滴定也使用这个部位,这样由于刻度不准确而引起的误差可以抵消。

为了使读数准确,在滴定管装满或放出溶液后,必须等1~2分钟,使附着在滴定管内壁的溶液流下后再读数。如果放出溶液的速度较慢(如接近终点时),则可只等0.5~1分钟。注意,每次读数前,都应看看管壁是否挂有水珠,管的出口尖嘴是否悬有液滴,管嘴有无气泡等。

滴定:进行滴定时,应将滴定管垂直地夹在滴定管架上。使用酸式滴定管时,左手握滴定管,拇指在前,食指及中指在后,一起控制活塞,在转动活塞时,手指微微弯曲,轻轻向内扣住,手心不要顶住活塞小头一端,以免顶出活塞,使溶液溅漏[图7(a)]。使用碱式滴定管时,仍用左手握管,用拇指和食指捏玻璃珠所在部位稍上处的橡皮,使形成一条缝隙,溶液即可流出[图7(b)]。

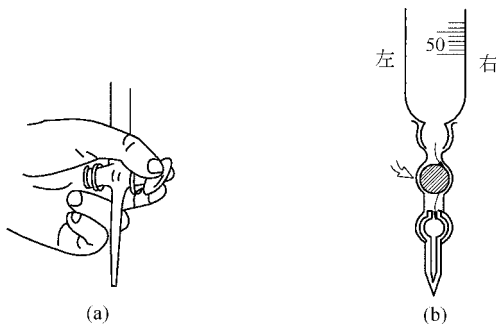


图7 滴定管的操作

(a) 酸式滴定管的操作 (b) 碱式滴定管的操作