

基础化学实验

昆明医学院 编

云南大学出版社

图书在版编目(CIP)数据
基础化学实验 / 宋一林等编著. — 昆明 : 云南大学出版社, 2009
陈一林等编著. — 昆明 : 云南大学出版社, 2009
I. ①基... II. ①宋... III. ①化学实验—高等学校—教材 IV. ①O6-43
中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 000000 号

基础化学实验
主 编 宋一林

策划编辑 周永坤
责任编辑 张丽华 朱光辉
责任校对 朱光辉
封面设计 丁群亚
出版发行 云南大学出版社(云南大学校内)
印 装 昆明银河印刷厂
开 本 787mm×1092mm 1/16
印 张 12
字 数 300千字
版 次 2009年 12月第 1版
印 次 2009年 12月第 1次印刷
书 号 ISBN 7-5489-0000-0
定 价 15.00元

地 址 云南省昆明市翠湖北路 2号 云南大学英华园内
(邮编 650091)
发行电话 0871-65031000
网 址 云南大学出版社 昆明银河印刷厂 昆明银河印刷厂 昆明银河印刷厂

前 言

《基础化学实验》一书的编写是根据培养跨世纪高素质医学专门人才的要求和现代医学对基础化学的需要,在总结多年来基础化学实验教学改革的基础上,我校加强自身教材建设的一次尝试,目的是以教材建设来推动基础课教学内容和课程体系的整体改革。从课程本身的完整性、科学性和系统性考虑,对原《基础医学化学实验》中陈旧或重复内容,进行了精减和修改。增加了部分实用性强,与现代医学结合紧密的内容及实验方法和实验技术。特别是为逐步适应 21 世纪高等教育发展的需要,结合我院双语教学的开展,选编了一定数量的英文实验内容。为探索和推动实验教学改革,本书编写了一定数量的微型实验。在学生系统地完成基本操作、基本实验方法训练之后,还适当安排一些综合性、设计性实验。这对于全面提高学生独立分析问题、解决实际问题的能力及创新能力是十分有益的。编写的内容力图注重学生基本科学研究能力的培养,旨在使学生养成严肃认真、实事求是的科学态度和严谨的工作作风,为医学后续课程打好必要的基础。

本书分为化学实验基本知识、常用精密仪器简介、基础化学实验、英文实验和附录五个部分。在编写中注意贯彻执行国家法定计量单位的最新规定,注重实验内容与理论的紧密结合。对现代医学学生必须掌握的分析天平、酸度计、分光光度计等常用仪器作了重点介绍。编写中力求原理表述清楚,操作内容部分阐述得准确规范,文字叙述通俗易懂,结构安排合理。

本教材供高等医学院校本科临床医学、口腔医学、预防医学、法医学、麻醉医学、影像医学及药学、检验等专业使用,也可供高等医学院校专科各专业使用。

本教材的编写情况如下:宋一林:第一章、第二章(部分)、实验二十五、二十六、二十七、三十三、三十六、~~基础化学实验~~ 付继军:第二章(部分)、实验二、三、四、十九、二十、二十八;吉玲:实验一、二十一、二十二、二十三、二十四;邱开雄:实验五、八、九、~~基础化学实验~~ 喻芳:实验六、七、十三、十五、十七、~~基础化学实验~~ 王伟:实验十、十六、三十五、~~基础化学实验~~ 简虹:实验十一、十二、十四、十八、三十二;章小丽:实验二十九、三十、三十一、三十四、三十七、~~基础化学实验~~ 英文部分由昆明医学院外语部姚畅宜副教授审定,插图由喻芳老师完成。

教材中不妥与错误之处,恳请批评指正。

在本书出版之际,谨对本教材的出版给予支持的昆明医学院各级领导及云南大学出版社表示衷心感谢。

编者

昆明医学院 2000 年 9 月

目 录

前 言	编者
第一章 化学实验基本知识	(员)
第一节 化学实验课的任务和要求	(员)
第二节 实验室常识	(员)
一、实验室规则	(员)
二、实验室安全知识	(圆)
三、化学试剂和实验用水的常识	(圆)
第三节 基础化学实验基本操作	(圆)
一、玻璃仪器的洗涤	(圆)
二、玻璃仪器的干燥	(猿)
三、加热	(猿)
四、溶解和结晶	(猿)
五、沉淀的过滤	(源)
六、天平与称量	(源)
七、液体体积的度量仪器及使用	(苑)
第二章 常用精密仪器简介	(圆)
第一节 滴定计	(圆)
一、滴定管	(猿)
二、容量瓶	(猿)
第二节 电导率仪	(猿)
一、电导率仪	(猿)
二、电导率仪	(猿)
第三节 紫外-可见分光光度计	(猿)
一、紫外-可见分光光度计	(猿)
二、紫外-可见分光光度计	(猿)
三、紫外-可见分光光度计	(猿)
四、紫外-可见分光光度计简介	(圆)
第四节 荧光光度计	(圆)
第三章 基础化学实验	(圆)
第一节 基础实验	(圆)
实验一 分析天平的使用	(圆)
实验二 氯化钠的精制	(猿)
第二节 化学原理与常数测定	(圆)
实验三 微型实验法测定镁的摩尔质量(置换法)	(圆)

实验四	葡萄糖摩尔质量的测定(凝固点降低法)	(圆)
实验五	缓冲溶液的配制和性质	(猿)
实验六	醋酸电离平衡常数和电离度的测定(电位法)	(猿)
实验七	醋酸电离平衡常数和电离度的测定(电导法)	(猿)
实验八	过氧化氢分解反应速率的测定	(猿)
实验九	过二硫酸铵与碘化钾反应速率及活化能的测定	(猿)
实验十	萘的燃烧焓的测定	(源)
实验十一	氯化铅溶度积的测定(离子交换法)	(源)
实验十二	银氨配离子配位数的测定	(源)
实验十三	溶胶的制备和性质	(源)
第三节	化学分析	(缘)
实验十四	氯化钡中结晶水含量的测定(重量法)	(缘)
实验十五	酸碱标准溶液的配制和标定(酸碱滴定法)	(缘)
实验十六	药用硼砂含量的测定(酸碱滴定法)	(缘)
实验十七	小苏打中 Na_2CO_3 含量的测定(酸碱滴定法)	(缘)
实验十八	药用氢氧化钠含量的测定(酸碱滴定法)	(缘)
实验十九	亚铁标准溶液的配制和标定(氧化还原滴定法)	(缘)
实验二十	双氧水中 H_2O_2 含量的测定(氧化还原滴定法)	(缘)
实验二十一	硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定(氧化还原滴定法)	(缘)
实验二十二	漂白粉中有效氯含量的测定(氧化还原滴定法)	(远)
实验二十三	微型实验法测定优氯净中有效氯的含量(氧化还原滴定法)	(远)
实验二十四	维生素 C 含量的测定(氧化还原滴定法)	(远)
实验二十五	生活用水总硬度的测定(螯合滴定法)	(远)
实验二十六	葡萄糖酸钙含量的测定(螯合滴定法)	(远)
实验二十七	氯化铵含量的测定(沉淀滴定法)	(远)
第四节	仪器分析	(远)
实验二十八	微量铁的测定(可见分光光度法)	(远)
实验二十九	盐酸普鲁卡因注射液含量的测定(可见分光光度法)	(苑)
实验三十	磺基水杨酸合铜(II)配合物的组成和稳定常数的测定 (可见分光光度法)	(苑)
实验三十一	维生素 B_{12} (核黄素)含量的测定(可见分光光度法)	(苑)
实验三十二	混合组分中钴和铬含量的测定(可见分光光度法)	(苑)
实验三十三	维生素 B_{12} 注射液的含量测定(紫外分光光度法)	(苑)
实验三十四	维生素 B_{12} (核黄素)含量的测定(荧光光度法)	(愿)
实验三十五	紫菜样品中碘含量的测定(离子选择电极法)	(愿)
第五节	综合性、设计性实验	(愿)
实验三十六	海带中碘的提取及含量测定(综合性实验)	(愿)
实验三十七	鸡蛋壳中钙含量的测定(设计性实验)	(愿)

第一章 化学实验基本知识

第一节 化学实验课的任务和要求

通过本课程的学习，使学生加深对基础化学的基础理论和基本概念的理解；了解无机物提纯及制备方法、物质组成含量的各种分析方法；正确和熟练地掌握常用仪器的使用、基本操作和技能；学会正确获取实验数据、正确处理数据和表达实验结果；培养独立思考、独立解决问题的能力及良好的实验素养，为后续课程的学习，参加科学研究及实际工作打下坚实的基础。

为学好实验课内容，学生应做到：

(员) 实验课前应认真预习，明确实验目的和要求，了解实验原理、方法及实验步骤和注意事项。预先写好预习报告，列好表格，查好有关数据。

(圆) 实验时严格按照操作规程进行，仔细观察实验现象，认真思考，学会运用所学理论知识解释实验现象，解决实验中出现的問題。

(猿) 养成严谨的科学态度和实事求是的科学作风，如实记录原始数据，切不可弄虚作假，随意修改数据。如遇实验失败或产生的误差较大时，应找出原因，经教师同意后重做实验。

(源) 实验报告是实验的记录和总结，实验完毕，应认真写好实验报告。实验报告格式应规范，字迹应端正、整齐、清洁。

(缘) 严格遵守实验室规则，注意安全操作。要随时保持实验台面及整个实验室的清洁整齐。

第二节 实验室常识

一、实验室规则

(员) 实验前要清点仪器，损坏仪器要及时报告教师并补领。爱护仪器设备，注意节约试剂、水、电等。取用药品后，及时盖好瓶盖，放回原处。

(圆) 使用精密仪器时，应严格遵守操作规程，不得任意拆装和搬动。用毕应登记，并请教师检查。

(猿) 实验室要保持安静，不得嬉戏喧哗。实验台面要保持清洁。实验完毕，应及时洗净所用仪器，实验柜内的仪器要摆放整齐。

(源) 保持水槽干净，切勿往水槽中乱抛杂物。用过的火柴、废纸、碎玻璃等应投入废物箱，废酸和废碱应小心倒入废液缸内。

(缘) 保持实验室清洁，学生轮流值日，负责打扫和整理实验室。最后应检查自来水开关是否关紧，电源是否切断，并关闭窗口。

二、实验室安全知识

(员) 使用易燃、易爆、腐蚀和有毒的化学药品及电器设备等时，应严格遵守操作规程。使用电器设备应特别细心，切不可用湿润的手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不要使用，以防触电。电器使用完毕应切断电源。

(圆) 实验室严禁饮食、吸烟，一切化学药品禁止入口。实验完毕应洗手。

(猿) 使用铬酸洗液、浓酸、浓碱等具有强腐蚀性的试剂时，切勿溅在皮肤和衣服上。实验中碰到有浓酸、有毒或有刺激性的气、液体等情况时，应在通风橱内操作。用试管加热液体时，试管口不能对人。不可俯视正加热的容器。

(源) 熟悉消防器材的存放地点和使用方法。遇到意外事故，应立即报告教师，并采取相应措施处理。

三、化学试剂和实验用水的常识

实验室最普遍使用的试剂为一般试剂，可分为四个等级，其规格及适用范围见表员原员。实际应用中要根据实验的要求，本着节约的原则，合理选用不同级别的试剂。在能满足实验要求的前提下，尽量选用低价位的试剂。

表 员原员 化学试剂等级对照表

级 别	英文标志	标签颜色	主 要 用 途
一级（优级纯）	员圆圆	绿	精密分析实验
二级（分析纯）	粤圆圆	红	一般分析实验
三级（化学纯）	悦圆孕	蓝	一般化学实验
生物化学试剂	月圆	咖啡	生物化学及医学化学实验

纯水是最常用的纯净溶剂和洗涤剂。化学实验对水的质量有一定的要求，按水的质量可将其分为一级、二级、三级（缘益时，电导率分别约为园圆、员圆、员圆）。其中三级水是最普遍使用的纯水，常采用蒸馏、离子交换等方法制备。制备方法查阅有关化学手册。

第三节 基础化学实验基本操作

一、玻璃仪器的洗涤

化学实验中经常使用各种玻璃器皿，洗净的玻璃器皿应透明，其内壁应能被水均匀地润湿而不挂水珠。一般的器皿如烧杯、试剂瓶、锥形瓶等可先用自来水洗，然后用洗衣粉、去污粉等配制的普通洗涤剂涮洗，污染严重时可用热的洗涤剂或专用洗涤剂涮洗，然后用自来水冲洗，最后用少量去离子水涮洗内壁 圆-猿次。滴定管、容量瓶、移液管等，由于其容量精确、形状特殊，不宜用刷子机械地擦其内壁。通常是用专用洗液浸泡内壁，然后依次用自来水和去离子水冲洗。

专用洗涤剂有盐酸溶液、铬酸洗液等。铬酸洗液具有强腐蚀性、强氧化性和强酸性，使用时应特别小心。此外盐酸—乙醇溶液（员圆）常用于洗涤被有色溶液或有机试剂染色后的吸收池、比色管、吸量管等。

二、玻璃仪器的干燥

洗净的玻璃仪器可自然倒置晾干，或放在电热干燥箱中在 105°C 左右烘干。对于不能用高温加热方法干燥的带有刻度的容量仪器，如移液管、吸量管、容量瓶、滴定管等，可用少量丙酮或乙醇等有机溶剂淋洗一遍后，倾出含水混合液，晾干或用电吹风热风吹干。

三、加热

(一) 热源

实验室中常用热源有酒精灯、电炉、电热套、马弗炉等。

酒精灯所用的燃料为酒精。酒精灯的火焰温度为 $400^{\circ}\text{C} \sim 600^{\circ}\text{C}$ 。使用时应注意：灯内的酒精不应超过容积的 $\frac{2}{3}$ ；用火柴点燃酒精灯，不得用燃着的酒精灯引燃；熄灭酒精灯时应用灯罩盖熄，不得用嘴吹灭；酒精灯不得连续长时间使用，以免火焰使酒精灯本身灼热，灯内酒精大量汽化形成爆炸混合物。

用电炉加热时，容器与电炉之间应隔一块石棉网，使容器受热均匀，以免炸裂。电热板的加热面积比电炉大，可用于加热体积较大或数量较多的试样。

电热套是包有电热丝的半球形玻璃纤维织物夹套，由于是非明火加热，且温度可用调压器控制，因此较为方便、安全。

马弗炉也叫高温炉，温度可达 1000°C 以上，用电热丝或碳棒加热。炉膛为长方体，从炉门放入待加热的坩埚或其他耐高温的容器。

(二) 加热方式

实验室加热有直接加热和间接加热两种方式：

直接加热试管中的液体时，要把试管外壁擦干，用试管夹夹住试管中上部，管口向上倾斜，不得对人，以防液体沸腾时溅出烫伤人。液体加入量应低于试管长度的 $\frac{1}{3}$ 。加热时先加热液体的中上部，然后不时上下移动，以使试管受热均匀。

直接加热烧杯、烧瓶等容器中的液体时，应把容器放在石棉网上，防止容器受热不均匀而导致破裂。烧杯和烧瓶中液体体积分别不得超过其容量的 $\frac{2}{3}$ 和 $\frac{1}{2}$ 。加热时应适当搅动溶液，使其受热均匀。

间接加热液体可获得均匀的加热效果。常使用水浴、油浴、沙浴等方式。若被加热的液体要求受热均匀，且温度不能超过 100°C 时，可采用水浴加热。若温度要求高于 100°C 时，可采用油浴或沙浴加热。油浴根据温度要求不同，可采用甘油浴（ $100^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ ）、液体石蜡浴（ 200°C ）和硅油浴（ 200°C ）等。

四、溶解和结晶

(一) 溶解

溶解固体物质时，一般是将其放在烧杯内，选用合适的溶剂，采用加热、搅拌等方法使其溶解。

(二) 结晶

结晶是分离提纯物质的重要手段之一。通常是通过蒸发浓缩，使溶剂部分逸出，溶液过饱和而析出晶体。蒸发浓缩常在水浴上进行。如果溶液很稀且物质对热的稳定性较好，可以在石棉网上用火直接加热蒸发，然后再改用小火或放在水浴上加热。蒸发皿为常用的蒸发容器，内盛液体不得超过其容量的 $\frac{2}{3}$ 。加热过程中，水分不断蒸发，溶液不断浓缩，应不断搅拌，以防溶液溅出。蒸发至液面出现晶膜时停止加热，冷却使晶体析出。

若第一次得到的物质纯度不符合要求时，再进行重结晶。

五、沉淀的过滤

(一) 常压过滤

常压过滤法是在常压下用普通漏斗过滤，见图 I 原图。此法适用于过滤胶体沉淀或细小的晶体沉淀，但过滤速度比较慢。方法是将圆形滤纸对折，然后再对折，展开后成 120° 的圆锥体，一边为一层，另一边为三层。展开前可把滤纸三层外面两层撕下一角，将其放入漏斗，滤纸应在漏斗边缘下约 5mm 。滤纸放好后，手按滤纸三层的一边，从洗瓶吹出少量去离子水润湿滤纸，轻压滤纸，赶出气泡，使滤纸锥体上部与漏斗壁刚好紧密贴合。加去离子水至滤纸边缘，漏斗颈内应全部充满水形成水柱，以使过滤速度较快。漏斗放在漏斗架或铁环上，漏斗颈下口靠于接受器内壁，玻棒对着三层滤纸一边，用倾泻法将上层清液沿玻棒倾倒入漏斗中。过滤时漏斗中液面应低于滤纸边缘 5mm 。清液流完后用少量洗涤液洗涤烧杯和沉淀，加入少量洗涤液，用玻棒轻轻搅起沉淀，再将洗涤液和沉淀沿玻棒倾入漏斗中，反复几次，尽可能把沉淀转移到滤纸上。

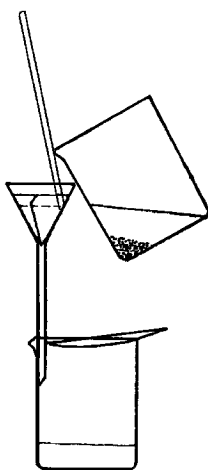


图 I 原图 过滤

若沉淀要留待下一步实验用，则需认真洗涤。每次加入少量洗涤液，用玻棒搅起沉淀，充分洗涤，待沉淀下沉后再转移上层清液。反复数次后，再进行沉淀的转移，并用洗瓶冲洗玻棒和烧杯，最后检验沉淀是否洗干净。

(二) 减压过滤（真空过滤或抽滤）

减压过滤能得到比较干燥的沉淀，而且使过滤速度更快。但不适用于颗粒太小的沉淀或胶体沉淀。减压过滤的原理是利用水泵冲出的水流带走空气，使吸滤瓶内的压力减小。由于所使用的布氏漏斗的液面上与吸滤瓶内形成压差，使过滤速度加快。水泵与吸滤瓶之间须装一个安全瓶，防止关水龙头后，由于吸滤瓶内压力低于外界压力而使自来水倒吸。减压过滤装置见图 I 原图。操作时将滤纸放入漏斗内，铺平，用洗瓶压出少量去离子水将其润湿，把吸滤装置连接好。漏斗插入吸滤瓶中时，其下端的斜面应对着吸滤瓶侧面的支管。微开水龙头，滤纸即紧贴在漏斗上。将上层清液沿玻棒倒入漏斗，每次倒入量不应超过漏斗容量的 $2/3$ 。然后开大水龙头。待上层清液滤下后，再转移沉淀，把沉淀平铺在漏斗上抽吸至干。过滤完毕先拔下连接在吸滤瓶上的橡皮管，再关水龙头，防止倒吸。然后加入洗涤液润湿沉淀，接好橡皮管，将水龙头由小开大，使洗涤液透过沉淀。经 $2\sim 3$ 次洗涤后，沉淀变得纯净。

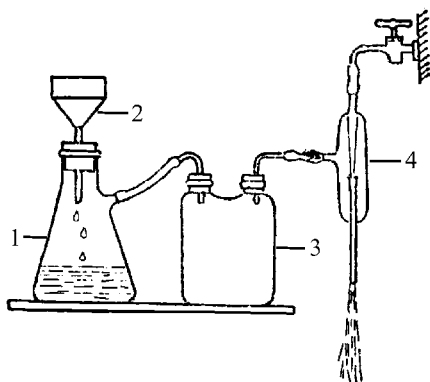


图 I 原图 减压过滤
1. 吸滤瓶 2. 布氏漏斗
3. 安全瓶 4. 水泵

六、天平与称量

常用的托盘天平和分析天平都是根据杆杠原理设计制造的。

(一) 托盘天平 (台秤)

托盘天平用于准确度不高的称量,可称准至 0.1g 。称量前,检查指针是否指在刻度盘正中刻度处。若不在零点,可用平衡螺丝调节。称量时将称量物放在左盘,砝码放在右盘。添加砝码处于平衡时(指针与零点重合或偏差一小格)即为停点。此时砝码与游码质量之和即为被称物的质量。

台秤不能超载。所称物品不能直接放在托盘上,而应根据称量物的不同,选用等重的纸片、洁净干燥的称量瓶、表面皿等盛放被称物。砝码应用镊子取用,且不能与分析天平的砝码混用。

(二) 分析天平

分析天平是定量分析中最常用的精密仪器。常用的半自动光电分析天平精度可达 0.0001g 。按其结构特点,可分为等臂和不等臂两类。等臂天平较为常用,又可分为等臂单盘、双盘天平。就等臂天平而言,当其达平衡时,砝码的质量就等于被称物的质量。不等臂天平有单盘天平等。

半自动光电天平

属等臂天平(图 I 原稿,构造如下:

①横梁部分 横梁是天平最重要的部件。在梁的中下方装有细长而垂直的指针,指针下装有微缩标尺。梁的中间和等距离的两端装有三个玛瑙刀。位于正中的一个为支点刀,其后上方装有调节天平灵敏度的重心螺丝。梁的两边装有调节横梁平衡位置的两个平衡螺丝。

②立柱 垂直固定于底板上,上部装有可升降的托梁架。关闭天平时,用它托住天平梁,以保护玛瑙刀,柱的中部装有空气阻尼器外筒。在立柱后上方装有气泡水平仪。

③悬挂系统 由吊耳、阻尼器和秤盘组成。吊耳中面向下部的底盘下嵌有光面玛瑙,与支点刀相接触,使吊钩、秤盘、阻尼器内筒能自由摆动。空气阻尼筒由两个特制的铝合金圆筒组成。外筒固定于立柱上,内筒固定在吊耳上,两筒间隙均匀,无摩擦。当天平摆动时,筒内外空气运动产生的阻力使天平很快停止摆动。吊耳上还挂有秤盘。

④读数系统 指针下端装有微缩标尺,标尺上有 0.01g 的刻度,将微缩标尺上的分度放大后,再反射到光屏上(图 I 原稿)。从光屏上可以看到标尺的投影。屏中央有一条刻线,标尺投影“0”刻度线与该线重合处即为天平的平衡位置。天平箱下有一拉杆,可将光屏在小范围内左右移动,以调节天平零点。

⑤制动系统(升降枢纽) 作用是控制天平的工作状态和休止状态。位于天平底板正中,连接托梁架、托盘、光源。

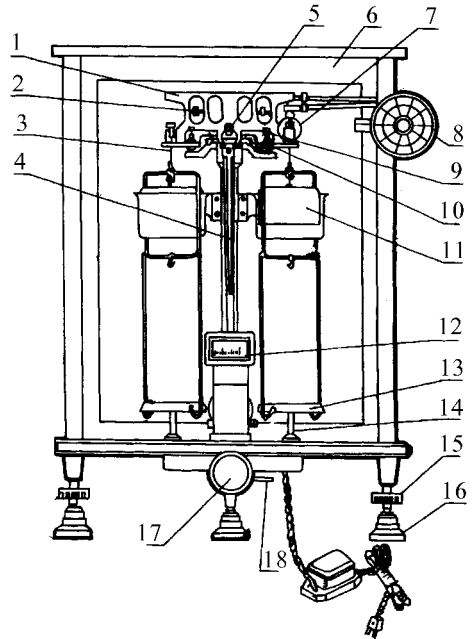


图 I 原稿 半自动光电分析天平的构造

1. 横梁 2. 玛瑙刀 3. 吊耳 4. 光源 5. 指针 6. 微缩标尺
7. 托梁架 8. 圆形砝码 9. 指数盘 10. 承重刀
11. 底座 12. 阻尼器筒 13. 投影屏 14. 秤盘
15. 托架 16. 螺旋脚 17. 垫脚 18. 平衡旋钮
(升降枢) 19. 手动调节杆

⑥框罩部分 框罩用于保护天平。天平前门可以向上开启，供安装、清洁和修理天平用。左门用于取放称量物，右门用于取放砝码。底板下装有三个调节水平用的螺丝。

⑦机械加码系统 圈码又称为环码。转动圈码指数盘（图 I 原缘），可组合成所需范围内的任意数值，使天平梁吊耳上加 所需范围内的圈码。

⑧砝码 每台天平都配有一盒配套砝码。盒内装有 1mg 2mg 5mg 10mg 20mg 50mg 100mg 200mg 500mg 共九个砝码。取用砝码必须使用镊子，用完及时放回盒内。

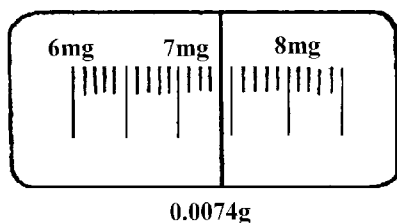


图 I 原原 光屏标尺读数

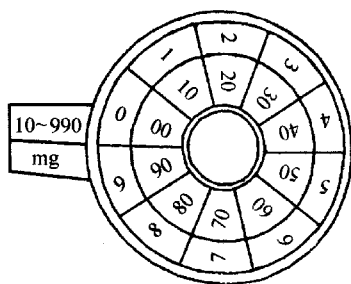


图 I 原缘 圈码指数盘

圆缘双盘全自动光电天平

其构造与半自动光电分析天平基本相同，区别是所有砝码都是用机械加码装置来加减。

猿援单盘天平

猿援型天平是一种常用的不等臂单盘天平。最大载荷为 200g，最小分度值为 0.1mg（图 I 原远）。

（三）分析天平的使用

以下介绍半自动光电分析天平的使用方法。

猿援称量方法

用分析天平称量时，可采取直接法和差减法两种方式。

①直接法 用于称量在空气中性质稳定的物质。称量时先将称物放在天平盘中央，然后调整砝码至天平平衡为止。或先称出盛放试样的容器的质量，然后加上固定质量的砝码，再用角勺将试样加入容器内。注意此时天平应处于休止或半休止状态。当所加试样与所需质量相差 0.1mg 以内时，用食指轻弹角勺，将试样小心抖入容器中，直至天平平衡为止。

②差减法 一些易吸水或在空气中不稳定的物质可用差减法来称量。即在分析天平上准确称量出装有适量试样的称量瓶的质量，然后从称量瓶中倾倒出一部分试样于容器内，再称出装有剩余试样的称量瓶的质量，两次称量的质量之差即为倒出的试样的质量。连续递减可称取多份试样。

称量瓶平时应保存于干燥器中。取称量瓶应带细纱手套，或用纸条套住瓶身。倒取试

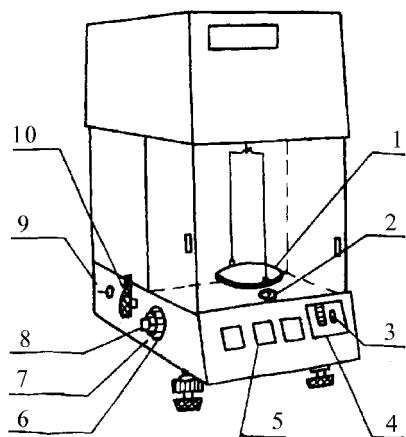


图 I 原远 猿援型单盘天平
（仪器右侧也有一个停动手钮，并有调微读手钮）

猿援盘 圆缘水准器 猿援读数字窗口
源援影屏 缘援数字窗口
远援减码手轮 怨援减码手轮
怨援减码手轮 怨援减码手轮
怨援源开关 怨援停动手钮

样应按图 I 原苑所示操作。称量瓶放在烧杯上方，用瓶盖轻轻敲击瓶口，逐渐倾出试样。当估计倾出试样已满足需要时，在轻击瓶口的同时慢慢竖起称量瓶，盖好瓶盖，放回天平盘上称量，重复操作至满足称量要求为止。

图 I 原苑 称量步骤

①称量前检查天平是否水平；机械加码装置是否指示“**0000**”位置；圈码是否齐全，有无跳落；秤盘不洁净时用 small 毛刷将天平盘清扫干净。然后检查零点：左手慢慢打开升降枢，可以看到缩微标尺的投影在光屏上移动。当标尺投影稳定后，若光屏上的刻线不与标尺“**00**”线重合，可拨动调屏拉杆，移动光屏位置使之重合。若调不到零点应报告指导教师处理。

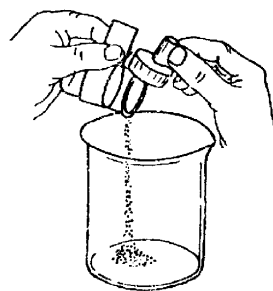


图 I 原苑 样品的转移

②称量：先在台秤上称出空称量瓶的质量，然后装入比预计称量质量略多的样品，打开天平侧门，把在台秤上粗称过并装有试样的称量瓶放到左天平盘中央，按粗称质量从右侧门将相应的砝码加到右盘中央，关好天平门。用左手慢慢开启升降枢，观察指针偏转情况或光屏标尺移动方向，正确判断是砝码重还是被称物重，判断的原则是：光标总是向重的一方移动。然后轻轻关闭升降枢，酌情加减砝码。加减砝码的顺序是由大到小，折半加码，逐渐缩小范围。直到光标移动速度缓慢时，全开启升降枢，到光屏刻线与标尺上某一数字重合且稳定时，即可读数。

称量物质量(早)越砝码质量(早)垣圈码质量(早)垣光屏读数(早)

③称量毕，取出称量物，克砝码放回砝码盒原位，圈码指数盘恢复到“**0000**”位，再次检查零点。切断电源，罩好天平罩，填写仪器使用情况登记册，教师检查后，方可离开天平室。

七、液体体积的度量仪器及使用

(一) 量筒和量杯

量筒和量杯是精度最低的一种液体体积量器。按容量分为 **100 mL**、**50 mL**、**25 mL**、**10 mL**、**5 mL** 等多种规格，实验中可根据所取液体体积来选用。量筒不能直接加热，也不能在量筒内配制溶液。

(二) 移液管和吸量管 (图 I 原苑)

图 I 原苑 移液管

用于准确移取一定体积溶液的量器。它的中间有一膨大部分，管颈上部刻有一标线。在标明的温度下，用洗耳球吸取溶液，使溶液弯月面与标线相齐，放出溶液的体积与管上标明的体积相同。常用移液管有 **25 mL**、**10 mL**、**5 mL** 和 **1 mL** 等规格。

图 I 原苑 吸量管

吸量管是带有分度的准确体积量器，用于量取非固定量的溶液。常用吸量管有 **10 mL**、**5 mL**、**2 mL** 和 **1 mL** 等规格。吸量管的精度低于移液管。移液管和吸量管通称为吸管。

图 I 原苑 移液管和吸量管的洗涤和使用

洁净的移液管和吸量管内壁及下端均不应挂水珠。洗涤时可先用自来水冲洗，再用蒸馏水涮洗，较脏时可用铬酸洗液洗涤。洗涤时应将吸入少量洗液的仪器横放，转动以使洗液布满全管，将洗液放出后，再用自来水及去离子水洗涤。

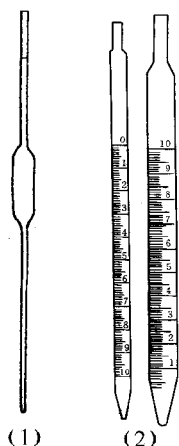


图 1 原图



图 1 原图 吸取溶液

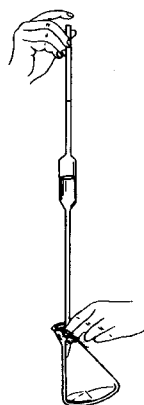


图 1 原图 放出溶液

(员) 移液管 (圆) 吸量管

移取溶液时，应先用滤纸将管外壁水吸干，再吸取少量待吸溶液润洗 圆- 猿次，以免待吸溶液被残留在管内的水分稀释。然后用右手大拇指和中指拿住管颈标线以上部分，将移液管插入溶液中，左手握住洗耳球，排出空气，将其尖端紧按在移液管口（图 1 原图）。将溶液吸至稍高于刻度处移去洗耳球，立即用右手的食指按紧管口，提离液面，管的末端仍靠在盛溶液器皿的内壁上，略微放松食指，用拇指和中指转动管身，使液面平稳下降，直至溶液的弯月面与标线相切，立即用食指压紧管口，取出移液管，插入接受器中，管的末端靠在接受器内壁上，管应垂直而接受器稍稍倾斜，松开食指，让管内溶液自然地沿器壁流下，至溶液不能再流出后再等 员秒 ~ 猿秒取出移液管（图 1 原图）。使用非吹出式吸管时，残留在移液管末端的溶液不可吹入接受器内，因校准移液管时已考虑了末端残留溶液的体积。吸管用完后应立即洗净，放在管架上。

上述四种体积量器都不能在烘箱中烘干。

滴定管、容量瓶和吸管在准确度要求较高的分析中，必须精确地校正。

(三) 滴定管

滴定管是准确测量放出液体体积的仪器，常量滴定管中最常用的容积是 缘皂皂和 圆皂皂，其刻度精确至 园皂皂，可读数至小数点后第二位，即要求记录到 园皂皂。一般分为两种：一种是下端带有玻璃旋塞的酸式滴定管，用于盛装酸性或氧化性溶液。另一种是碱式滴定管（图 1 原图），用于盛装碱性溶液，它的下端连接软橡皮管，管内装有玻璃珠以控制溶液的流出，橡皮管下面再接一尖嘴玻璃管。酸式滴定管不能盛装碱性溶液，因为碱类物质会腐蚀磨口玻璃活塞。碱式滴定管不能盛装与乳胶管起反应的氧化性物质，如 运水、粤、粤、粤等的溶液。

员援滴定管使用前的准备

滴定管在使用前必须洗净。无明显油污的滴定管，可直接用自来水冲洗，再用去离子愿。

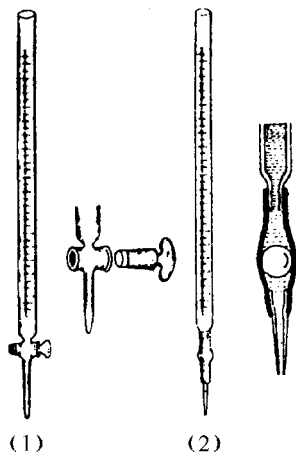


图 1 原图 滴定管

(员) 酸式 (圆) 碱式

水涮洗；若有油污，可用普通洗涤剂洗涤；若不易洗净时，则用铬酸洗液洗涤；若油污严重，可先倒入事先温热的洗液浸泡一段时间，然后打开旋塞，将洗液放回原瓶。洗涤后要检查是否漏水，玻璃塞是否可灵活转动。若检漏时发现活塞处有水渗出或漏水，则要在活塞处涂上凡士林油。涂油的方法是将活塞取下，用干净的纸或布把活塞和内套壁擦干，用手指粘少许凡士林，在活塞的大头一端涂一圈，再用火柴棍粘少量凡士林，在塞套内小头的一端涂上一圈，然后将活塞插入平放的滴定管的活塞套内，然后拿起滴定管，向同一方向旋转活塞，使凡士林分布均匀，呈透明状态，且活塞转动灵活（图 1-1-10）。涂油后再检查是否漏水，若不漏则可使用，否则要重新涂油。对碱式滴定管，若胶管老化变硬，玻璃珠太小或橡皮管内径不合适引起漏水，则应更换。经检查不漏水的滴定管，用蒸馏水涮洗 2~3 次，再用所装的滴定剂润洗，以免装入的溶液被稀释，润洗液应从管口及滴定管下端放出，以润洗该两部分。洗涤完毕，滴定剂应装至“0”刻度以上。对酸式滴定管应转动活塞使溶液迅速冲下，排出下端气泡。对碱式滴定管，可将胶管向上弯曲，用力捏挤玻璃珠的右上侧，使溶液从尖咀喷出，以排除气泡（图 1-1-11）。排出空气后，再调液面至“0”刻度。

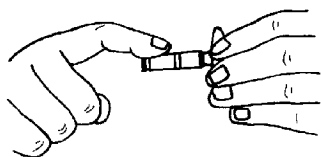


图 1-1-10 活塞涂凡士林

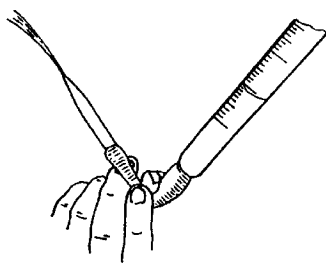


图 1-1-11 碱式滴定管排气泡

滴定操作

滴定最好在锥形瓶中进行，根据需要也可在烧杯中进行。滴定时一般用左手控制开关。使用酸式滴定管的操作如图 1-1-12 所示，左手的拇指在管前，食指和中指在管后，手指略弯曲，轻轻向内扣住活塞，手心空握，防止顶出活塞造成渗液。滴定时转动活塞，控制溶液流出速度。右手拿住锥形瓶上部，滴定管伸入瓶口内约 1~2 cm，边滴边摇。碱式滴定管的操作如图 1-1-13 所示，左手的拇指在前，食指在后，捏挤玻璃珠所在部位稍上处的胶管，使胶管与玻璃珠之间形成一条缝隙，溶液即可滴出，但不能捏挤玻璃珠下方的胶管，否则会吸入空气而形成气泡。滴定操作中，滴定剂要逐滴加入并充分摇匀；仔细观察，确保终点判断准确。滴定完毕，应将滴定管从滴定管架上取下，读数时用两个指头拿着上部，使其垂直。对于无色或浅色溶液，应读弯月面下缘最低点。对有色溶液，读取液面最上缘。视线与刻度应在同一水平上（图 1-1-14）。初学者读数时最好用涂有黑色长方形（约 2 cm × 1 cm）的白纸制成的读数卡，放在滴定管的背后，使黑色的部分在弯月面下约 1 cm 处，即可看到弯月面的反射层呈黑色，弯月面界线十分清晰。

进行滴定操作时应注意以下几点：

- ① 每次滴定都应将液面调至零刻度或接近零刻度，几次平行滴定使用滴定管同一部位，可消除由于刻度不准而引起的系统误差。
- ② 滴定时左手不能离开活塞，任溶液自流。



图 I 原原 酸式滴定管操作

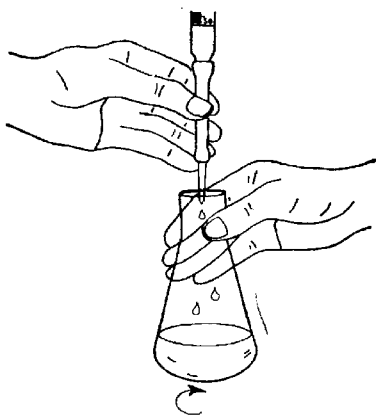


图 I 原缘 碱式滴定管操作

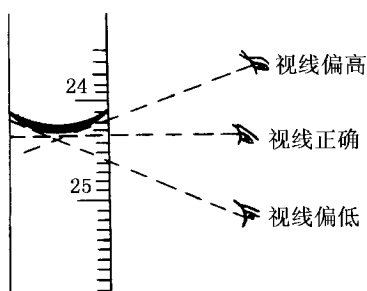
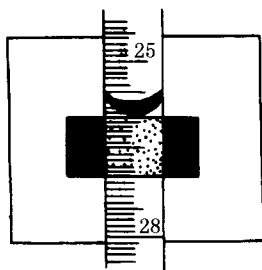


图 I 原愿 正确读数



③滴定时摇动锥形瓶使其作圆周运动，不可前后晃动，以免溶液溅出。正确控制滴定速度，开始可稍快，但不能成流水状；接近终点应一滴一滴地加入，甚至控制只加入半滴。

④滴定时应注意观察锥形瓶中溶液颜色的变化，不要不顾反应的进行而去看滴定管上刻度的变化。

⑤滴定过程中，若有液滴附着于瓶壁上，应用少量蒸馏水将其冲下并摇匀。

(四) 容量瓶

容量瓶是带有磨口塞或塑料塞的细颈梨形平底玻璃瓶，主要用于配制准确浓度的溶液或定量地稀释溶液。有 100 mL、250 mL、500 mL、1000 mL 和 2000 mL 等规格，容量瓶在使用前应洗涤，并检查是否漏水。若不漏，用蒸馏水洗涤后待用。

用固体配制准确组成标度的溶液时，将准确称量的固体用少量蒸馏水溶解后，转移至容量瓶中。转移时要用玻棒导流，右手拿玻棒，左手拿烧杯，玻棒下端靠瓶颈内壁，以使溶液沿瓶壁流下（图 I 原原）。溶液流尽后，将烧杯轻轻上提，以使烧杯和玻棒之间的液滴不会流到烧杯外。用洗瓶吹出蒸馏水，冲洗玻棒和烧杯内壁，洗涤液转至容量瓶中。然后用蒸馏水稀释至 1/2 容量时，将容量瓶沿水平方向旋转，使溶液初步混匀。继续稀释至离标线约 1 cm 处，改用滴管加水至弯月面下缘与标线相切。盖紧瓶塞，左手食指压住瓶塞，右手托住瓶底，将容量瓶倒转，使气泡上升到顶部，振荡混匀溶液。重复操作 3 次以上，使溶液充分混匀。

用浓溶液稀释成准确浓度的稀溶液时，可用移液管吸取准确体积的浓溶液，放入容量瓶中，按上法稀释到刻度。

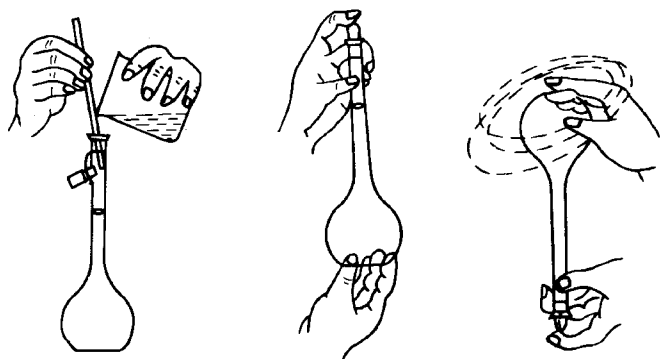


图 I 容量瓶的使用