

高职高专化学类教材

无机及分析化学实验

主编 贾欣欣 任丽萍

中国建材工业出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验 /主编 贾欣欣 任丽萍. —北京 :中国建材工业出版社, 2006. 8

高职高专化学类教材

ISBN 7-80227-130-4

I. 无... II. 贾... III. ①无机化学-化学实验-高等学校 ②分析化学-化学实验-高等学校 ③技术学校-教材 IV. ①061-33②065-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 087552 号

内 容 简 介

本书分为上下两篇,上篇为化学实验基础知识,下篇为实验部分,包括三十个实验。每个实验都包括实验目的、实验原理、主要仪器和试剂、实验步骤、注意事项和实验报告。

本教材适用于生物、农、林、医等专业的高职高专教学,也可作为技术人员的参考用书。

无机及分析化学实验

主编 贾欣欣 任丽萍

出版发行 中国建材工业出版社

地 址 北京市西城区车公庄大街 6 号

邮 编 100044

经 销 全国各地新华书店

印 刷 北京鑫正大印刷有限公司

开 本 787mm×1092mm 1/16

印 张 10

字 数 239 千字

版 次 2006 年 8 月第 1 版

印 次 2006 年 8 月第 1 次

定 价 16.00 元

网上书店 www.ecool100.com

本书如出现印装质量问题,由我社发行部负责调换。联系电话:(010)88386906

前 言

高等职业教育注重培养学生实际操作技能和应用能力,因此,我们本着“厚基础、宽专业、大综合”的教育理念,兼顾生物、农、林、医等专业的需要,结合我们多年来的教育实践,经过充分的研究和讨论编写了本教材。

本教材突出以下几个特点:

(1)以模块形式编写,在保持课程自身系统性、科学性和独立性的同时,又照顾到与有关化学课及其他专业课程的衔接与联系。

(2)减少了验证性实验,增加了操作性实验,并为了拓展学生的知识面,适当加入了几个综合实验。

该教材由北京城市学院的贾欣欣、张宓,中国农业大学的任丽萍、张春荣、吕苏勤,北方工业大学的王冬冬编写。

由于编者水平有限,疏漏及不足之处在所难免,恳请广大师生批评指正。

编者

2006年7月

目 录

上篇 化学实验基础知识

第一章 实验基础知识.....	3
第二章 化学实验基本操作.....	7
第三章 化学实验常用仪器及使用方法	22

下篇 实验部分

第四章 基本操作实验	51
实验一 玻璃仪器的洗涤及铬酸洗液的配制	51
实验二 台秤和分析天平的使用	53
实验三 粗食盐的提纯	56
实验四 镁摩尔质量的测定	59
实验五 硫酸铜的提纯及结晶水含量的测定	63
实验六 酸碱溶液配制和滴定分析基本操作	66
第五章 基本原理实验	71
实验七 离子交换法制纯水	71
实验八 电解质溶液	74
实验九 胶体溶液的性质	78
实验十 化学反应速率和化学平衡	81
实验十一 缓冲溶液的配制及性质	85
第六章 分析技术实验	89
实验十二 醋酸电离度和电离常数的测定	89
实验十三 酸碱标准溶液的配制和标定	90
实验十四 食醋中总酸量的确定	93
实验十五 氨水中氨含量的测定	95
实验十六 混合碱的测定(双指示剂法)	96
实验十七 铵盐中含氮量的测定	98

实验十八 有机酸摩尔质量的测定..... 100

实验十九 蛋壳中碳酸钙含量的测定..... 102

实验二十 有机物中氮含量的测定(凯氏定氮法)..... 103

实验二十一 土壤中硫酸根含量的测定(重量法)..... 105

实验二十二 EDTA 标准溶液的配制与标定..... 107

实验二十三 水的硬度的测定..... 109

实验二十四 高锰酸钾法测定 H₂O₂ 的含量 112

实验二十五 碘量法测定维生素 C 的含量 114

实验二十六 水中化学耗氧量的测定..... 116

实验二十七 邻二氮菲分光光度法测铁的含量..... 118

第七章 综合性质及设计实验..... 121

实验二十八 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成、组成分析及性质 121

实验二十九 过氧化钙的合成及其含量分析..... 126

实验三十 环境水体中铜的测定(设计实验)..... 128

附录..... 130

参考文献..... 152

上篇

化学实验基础知识

第一章 实验基础知识

实验课是在教师的指导下,由学生亲自动手进行实践的过程。学生可以通过观察实验现象、记录整理实验数据,最后得出实验结论。学生在进行实验之前,了解实验基础知识,才能有效防范实验事故的发生和杜绝盲目实验的现象。

一、实验课基本要求

实验课不同于理论课,学生必须通过亲自动手进行操作,观察现象、记录数据,最终得出实验结论。实验课的要求也有别于理论课程。学生必须了解并遵守的实验课基本要求如下:

1. 进入实验室前必须进行预习,明确实验的目的和要求,了解实验原理和方法,弄清实验的主要步骤和关键问题。应有书面的预习报告,未进行预习者不能进行实验。
2. 实验开始前,应先检查所需实验仪器和试剂是否齐备,擦拭实验室台面,清洗所需使用玻璃仪器,之后方可进行试验。
3. 实验时必须遵守实验室规则,实验操作应严格执行正确的操作规程。
4. 实验过程中要仔细观察,及时记录实验现象,如实记载实验数据,确保实验结果的真实、准确、可靠。
5. 实验过程中需积极思考,并在规定的课时内完成规定的实验内容。
6. 实验结束后,应根据原始记录,认真处理数据,对实验中的问题进行分析,写好实验报告,按时交给指导教师审阅。

二、实验室规则

实验室是科学实验和实验教学场所。做实验需要有严谨的科学态度和规范的操作程序,进入实验室必须遵守以下实验室规则:

1. 实验前对所做实验要进行充分准备和预习,不做实验准备、未进行预习者不能进行实验。
2. 进入实验室后,首先要清洁实验室台面,备齐所需实验仪器和试剂,清洗所需使用玻璃仪器然后开始进行实验。
3. 实验过程中不允许擅自更改实验内容。
4. 实验装置和药品试剂应有序摆放。公用仪器和试剂用完后应立即放回原处。
5. 试剂或仪器出现问题及时报告指导教师。
6. 使用大型或精密仪器需进行登记,记录使用情况,并由指导教师签字。
7. 实验室内需保持安静,不得大声喧哗。不允许迟到和随便进出实验室。
8. 不能在实验室从事与实验无关活动,禁止把饮料、食品带入实验室。

9. 严格遵守实验室安全守则和易燃、易爆、有毒及腐蚀性药品的使用管理规定。
10. 爱护公物,节约水、电和试剂。
11. 保持实验台面和地面清洁,不乱扔废物,实验废液倒入指定的容器。
12. 实验结束后应将药品摆放整齐,仪器洗刷干净放好。离开实验室前,值日生负责实验室清洁和安全,将桌面和地面清扫干净,关好水、电及门窗。

三、实验室安全守则

化学实验过程中保证安全至关重要,由于经常使用水、电、煤气和一些仪器,接触各种易燃易爆和有毒的药品,因此需要熟悉相关的安全知识,严格执行实验室安全守则。

1. 进入实验室后,首先熟悉实验室的周围环境,了解水阀门、煤气阀门及电闸的位置,然后再开始实验工作。
2. 煤气和电器使用前应检查是否存在漏气或漏电现象,电器设备是否符合电源负载,必须在确保安全情况下才能开始实验。
3. 煤气用完后或临时中断供应时,应立即把煤气开关关闭。实验正在进行中,操作者不能随意离开实验室。
4. 使用具有腐蚀性的浓酸、浓碱等物质时需小心操作,防止溅落在皮肤和衣服上,尽量避免洒落在桌面和地面上。
5. 不允许将化学药品随意混合,以防发生爆炸等意外事件。稀释浓硫酸时,应把浓硫酸缓慢倒入水中,同时用玻璃棒进行搅拌。绝对不能把水倒入浓硫酸中。
6. 易燃易爆物品操作时必须远离明火,用后应立即塞好瓶塞,放在阴凉通风处,并远离火源。
7. 实验盅涉及有毒、有刺激性气味气体的操作,必须在通风橱内进行,并保证通风状态良好。
8. 实验室内任何试剂不得入口或食用,也不能接触伤口,并且应避免接触皮肤。
9. 有毒、有腐蚀性的废液需统一回收处理,不能直接倒入水槽排放。
10. 易燃、易爆物质的残渣如金属钠、白磷和火柴头等不能倒入废物缸或水槽中,应进行统一处理。
11. 实验完毕,应关闭水阀门、煤气阀门、电闸及门窗。

四、实验室事故的紧急处理方法

化学实验过程中由于接触玻璃仪器,使用酸、碱等腐蚀性或易燃、易爆等危险物品,就有出现割伤、烫伤或酸碱溅灼等一些意外的可能。发生这类意外事故时如果不惊慌,冷静思考并果断采取应对措施,就能使损失减少到最低。一些实验室常见意外事故的紧急处理方法如下:

1. 被玻璃等利器割伤,应先取出伤口内的异物,再用蒸馏水或硼酸水溶液洗净伤口。如果伤口不太严重,可涂些红药水或紫药水,或贴“创可贴”消炎止血即可;如伤口较大且流血不止时,应迅速在伤口上方用止血带扎紧止血,并立即送医院处理。
2. 发生烫伤时,应立即用自来水冲洗降温,如果烫伤处皮肤微红,可涂以烫伤膏或万花

- 油 ,也可使用风油精。烫伤处起泡不能弄破 ,以防感染。如果伤势严重 ,应尽快到医院治疗。
3. 强酸、溴等沾染皮肤并灼伤 ,应首先用大量水冲洗 ,之后再用饱和 NaHCO_3 溶液或稀氨水冲洗 ,然后再用水冲洗。如果酸液不慎溅入眼内 ,首先立即用大量水长时间冲洗 ,再用 2% 的硼砂溶液洗眼 ,然后再用水冲洗。
4. 强碱沾染皮肤并灼伤时 ,先用大量水冲洗 ,再用 2% HAc 溶液或 5% 的硼酸溶液冲洗 ,然后再用水冲洗。如果碱液不慎溅入眼内 ,首先立刻用大量水长时间冲洗 ,再用 3% 的硼酸溶液洗眼 ,最后再用水冲洗。
5. 如果不慎吸入有毒或有刺激性气体(如 Br_2 蒸气、 Cl_2 , HCl)时 ,可吸入少量乙醇和乙醚混合蒸气解毒。如果因吸入 H_2S CO 等气体而感到不适时 ,应立即到室外呼吸新鲜空气。严重者应尽快到医院治疗。
6. 实验过程中万一不慎起火 ,不能惊慌 ,应立即采取如下措施 :
- (1)立即关闭煤气阀门 ,切断电源 ,移开可燃物质 ,防止火势蔓延和扩大。
- (2)迅速采取灭火措施 :一般的小火用湿布、石棉布或沙土覆盖在着火的物体上。火势较大时用灭火器灭火。应注意泡沫灭火器 能产生 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 和 CO_2 泡沫 ,可用于一般的起火 ,但不适用于电器及有机溶剂和金属钾、钠等起火。二氧化碳灭火器内装液态 CO_2 ,是实验室最常用的灭火器 ,适用于油类、电器及忌水化学物质的起火 ,但不适用于一些轻金属(如 Na K Al 等)起火。
- (3)如果衣服着火 ,千万不要惊慌乱跑 ,应赶快脱下衣服或就地卧倒打滚 ,将火扑灭。
- (4)火势较大 ,必须立刻报警。

五、化学试剂的有关知识

1. 化学试剂的分类

化学试剂通常分为四大类 :一般试剂、标准试剂、高纯试剂和专用试剂。实验室普遍使用的试剂是一般试剂 ,一般试剂有化学试剂和生化试剂 ,根据纯度的不同 ,一般化学试剂常分为一至四级。标准试剂具有纯度高、含量准确可靠的特点 ,是用于衡量其他物质化学量的标准物质 ,须由指定的专业试剂厂生产。高纯试剂杂质含量极低 ,主要用于微量分析中试样的分解及试液的制备。专用试剂是指具有专门特殊用途的试剂 ,如薄层色谱试剂、核磁共振试剂等为专用试剂。一般试剂的规格和使用范围如下 :

一般试剂的规格和使用范围

试剂级别	中文名称	英文名称	使用范围	标签颜色
一级	优级纯	G.R.	精密分析实验	绿色
二级	分析纯	A.R.	一般化学分析	红色
三级	化学纯	C.P.	一般化学实验	蓝色
四级	实验试剂	L.R.	一般化学实验辅助试剂	棕色
生化试剂	生化试剂 生物颜色剂	B.R.	生化实验 医用化学实验	咖啡色 (染色剂 玫瑰色)

2. 化学试剂的选用

试剂的使用 ,既不能不加选择有什么用什么 ,也不是越纯越好。试剂的选用是根据节约和

适当的原则,按照实验的具体要求来确定的。通常情况下,如果进行痕量分析则采用一级试剂,以降低试剂空白值,防止杂质干扰。如果做仲裁分析或进行试剂检定,常常选用一级及二级试剂,以确保实验结果的准确度。在实验室中进行的定性、定量分析实验可用二级和三级试剂,如果是物质制备或实验辅助则可用三级或四级试剂。在实验中不能以粗品代替纯品,否则将影响实验的精准和可信度。也不能用纯品代替粗品。由于不同级别试剂的生产和管理的难度不同,因此价格也存在很大差别。如果实验要求不是很高,就没有必要使用高纯度试剂,否则就会造成很大的浪费。

3. 化学试剂管理

管理化学试剂时首先要保证安全,其次要保证试剂质量。所以必须特别注意防火、防水、防挥发、防曝光和防变质。试剂保管不当,不仅会带来一定的经济损失,有时还会造成重大的人身伤害。保存化学试剂时,需根据其毒性、易燃性、腐蚀性和潮解性等特点,采取不同的保管方式。

一般单质和无机盐类的固体放在试剂柜内,无机试剂要与有机试剂分开存放。危险性试剂必须严格管理,要由专人负责,并且要有详细的使用记录。

固体试剂一般保存在广口瓶内。液体试剂一般盛放在细口瓶或滴瓶内。见光易分解的试剂应盛放在棕色瓶中,并注意放在避光处。

易燃液体的保存处要阴凉通风,注意远离明火。氧化剂的存放处也应阴凉通风,并且一定要注意不能与还原性物质或可燃物放在一起。

第二章 化学实验基本操作

一、玻璃仪器的洗涤和干燥

在无机及分析化学实验中,玻璃仪器的洗涤是非常重要的。仪器的清洁与否直接关系到实验现象和结果的准确程度。

1. 玻璃仪器的洗涤

洗涤玻璃仪器需要根据实验的具体要求、污物性质以及仪器的形状,选择不同的方法进行洗涤。洗涤玻璃仪器的步骤和方法如下:

(1)直接用水刷洗 可溶性污物和浮尘沾染仪器时可用水直接刷洗。刷洗时首先加入少量自来水,用合适的毛刷进行刷洗。如果沾染油污或有机物,可先用毛刷蘸取少量的洗衣粉或洗涤剂进行刷洗,然后再用自来水冲洗干净。

(2)洗涤液浸泡 当容器沾有特殊污物,直接用水刷洗无法洗净时;一些口颈狭小及细管状的容器无法用毛刷进行刷洗时;分析化学实验中的一些定量容器,不允许使用毛刷刷洗时;就要用相应的洗涤液浸泡,之后再用自来水刷洗干净。常用的洗涤液有如下几种:

①铬酸洗液:主要用于去除少量油污,是无机及分析化学实验室中最常用的洗涤液。使用时应先待洗仪器用自来水冲洗一遍,尽量将附着在仪器上的水控净,然后用适量的洗液浸泡。这种洗液可反复使用,当溶液由红棕色变为绿色时,说明洗液已经失效,不能再使用。

使用铬酸洗液应该注意:洗液腐蚀性很强,使用时需特别小心,避免溅到手、衣物、实验台及地面上。洗液中的Cr元素有毒,用完的洗液不能直接倒掉,应统一处理。

配制方法 称取25g化学纯 $K_2Cr_2O_7$ 置于烧杯中,加50mL水溶解,然后一边搅拌一边慢慢沿着烧杯壁加入450mL工业浓 H_2SO_4 ,冷却后转移到有玻璃塞的细口瓶中保存。

②工业盐酸(1:1):用于去除碱性物质和无机物残渣,使用方法与铬酸洗液相同。

③碱性洗液:10%的NaOH水溶液,可用于去除油污,加热时效果较好,但长时间加热会腐蚀玻璃。使用方法与铬酸洗液相同。

④草酸洗液:用于除去Mn、Fe等氧化物。加热时洗涤效果更好。

配制方法 5~10g草酸溶于100mL水中,再加入少量浓盐酸。

⑤盐酸-乙醇洗液用于洗涤被染色的比色皿、比色管和吸量管等。

配制方法 将化学纯的盐酸与乙醇以1:2的体积比混合。

(3)去离子水润洗 经过洗刷或浸泡的仪器,用少量水涮洗一下,然后把水倒出,将仪器倒立,如果仪器透明,器壁不挂水珠,则表示仪器已经洗净,否则需要重新再洗。洗净的仪器先用少量自来水涮洗,再用去离子水沿容器内壁润洗三次。

经去离子水润洗的仪器不能再布或纸擦拭,否则布或纸的纤维将会沾污仪器。

2. 仪器的干燥

如果容器中的水对实验结果或实验的进行有影响时,需要将仪器干燥后才能使用。仪器干燥的方法很多,可以根据不同的情况采用。

(1)自然晾干 将洗净后的仪器,倒置在干净的搪瓷盘中或仪器柜内晾干,不能保持平稳的仪器可倒插在实验室的干燥板上晾干。

(2)烘箱烘干 将洗净的仪器沥干内部水分,倒置在烘箱的隔板上,调节烘箱温度到 105°C ,即可将仪器烘干。

(3)加热烤干 耐高温的仪器如试管和烧杯等可利用直接加热烤干法,使水分快速蒸发。注意加热前要将仪器外壁干燥。加热过程中需不断地转动仪器使其受热均匀。加热试管时,试管口应向下倾斜,防止冷凝水倒流使试管炸裂。

(4)快速干燥 急于使用干燥的仪器时,先将洗净的仪器沥干水后,加入少量能与水互溶的易挥发有机溶剂(如无水乙醇、丙酮和乙醚),转动仪器使内壁完全被有机溶剂湿润,倾出洗涤液(回收)。擦干仪器外壁,然后用电吹风机将仪器内部吹干。不宜受热的仪器可用洗耳球吹干或自然晾干。

要注意的是有机溶剂浸润后的仪器不能放入烘箱烘干。用于定量分析的容器只能用自然晾干和快速干燥法进行干燥,不能用加热的方法进行干燥,否则可能影响仪器的精度。

3. 干燥器的使用

干燥器也称保干器,是一种具有磨口盖子的软质玻璃器皿,内有一块带孔的白瓷板,用于放置干燥样品及器皿。瓷板之下放入干燥剂,用于保持器皿内的干燥环境。干燥器可以用于使样品干燥或使样品在干燥环境内冷却。使用时,先将干燥器内外擦干净,将干燥剂通过喇叭状纸筒装入干燥器的底部,避免干燥剂沾污器壁及瓷板,见图 2-1(a)。然后放好瓷板,在磨口处应涂一层薄而均匀的凡士林,再盖上干燥器盖。开启干燥器时,左手向内按住干燥器下部,右手按住盖的圆顶,向左前方慢慢平推,见图 2-1(b)。样品放入后,应及时将其盖严。搬动干燥器时,双手拇指应同时按住干燥器盖以防滑落打碎,见图 2-1(c)。如果将热的器皿放入干燥器,加盖时先留一点缝隙,稍等片刻再盖严,以防干燥器内气体受热膨胀时将盖子掀翻。冷却过程中也需不时开闭干燥器一、二次,使干燥器内外的气压平衡。

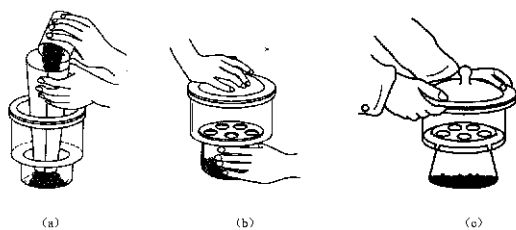


图 2-1 干燥器的使用

二、试剂的取用

一般在实验室中的许多化学试剂都分装于试剂瓶中,正确地取用试剂也是实验成功的关键。取用试剂时,不能用手接触化学试剂,应根据试剂的特点及实验要求选择合适的取用方法。

1. 固体试剂的取用

固体试剂大多存放于广口瓶中。从瓶中取出固体试剂一般使用药匙,药匙的两端分别为大小两个药匙,用于取用不同量的固体试剂。

向试管内加入粉末状固体时,如果试管内部干燥,可用药匙将试剂从试剂瓶取出后直接转移的试管中;如果试管内壁是湿的,可用纸槽将试剂送入试管底部。向试管内加入较重的颗粒状固体试剂时,应将试管倾斜,使试剂沿管壁慢慢滑到试管底部,防止颗粒直接落入试管底部,击穿试管。图 2-2 为向试管中加入固体试剂的方法。

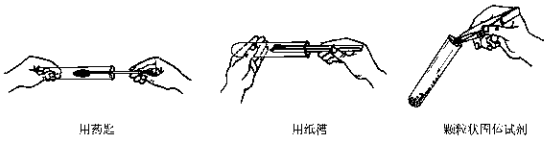


图 2-2 向试管中加入固体试剂

取用一定质量的固体试剂,一般用台称称量。先调节台称的平衡及零点,再在台称左右两盘上分别放上等重的称量纸,根据“左物,右码”的原则,右盘放上需要质量的砝码,左盘逐渐加入固体试剂直至所需用量。具有腐蚀性或易潮解的固体必须用玻璃器皿称量,不能使用称量纸,以防腐蚀台称的称量盘。

需要准确称量一定质量的固体试剂时,则需使用分析天平进行称量。常用的称量方法有直接称量法和差减称量法两种。

(1)直接称量法 用于准确称量物体的质量,适合于称量洁净干燥器皿、不易潮解或升华以及没有腐蚀性的固体试样等。坩埚、金属块一类不会沾染的物质可直接放在天平上称量,粉末状固体试剂需放入容器中(如表面皿、小烧杯、坩埚、称量瓶等)在天平上进行称取,见图 2-3(a)。

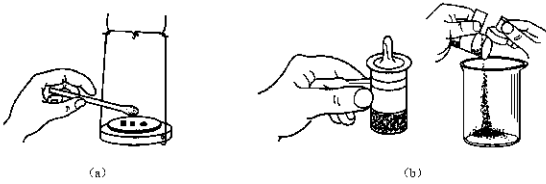


图 2-3 称量方法

(a)直接称量法 (b)差减称量法

(2)差减称量法 用于称量一定质量(或范围)的粉末状样品或试剂。易吸潮、易氧化或易与 CO_2 反应的样品,也可选择此法称量。这种方法称量时必须使用称量瓶,称取试剂的质量

由两次称量质量的差值来确定 ,优点是可连续差减称取多份试样。具体操作过程如下 :

①用小纸片夹住盛有试剂样品的称量瓶 ,从干燥器中取出 ,放到天平上 ,准确称出称量瓶与加入试样的总质量。

②仍用小纸片夹住 ,将称量瓶从天平中取出 ,在接受容器的上方 ,将称量瓶倾斜 ,以纸片垫住称量瓶盖 ,将称量瓶打开 ,用称量瓶盖轻轻敲击称量瓶口上部 ,使试样慢慢落入盛接容器之中 ,注意一定要在容器的上方 ,并且距离不要太高 ,以免将试剂洒落在容器之外。结块试样可先振荡称量瓶使试剂成为粉末状然后再进行称量。

③当倾出的试样接近所需量时 ,一边继续用瓶盖轻敲瓶口一边逐渐将瓶身竖直 ,使粘附在瓶口上的试样落入盛接容器之中 ,见图 2-3(b)。

④在接受容器上方盖好称量瓶盖 ,把称量瓶放回天平准确称取其质量。

⑤将两次称量的准确质量相减 ,二者之差就是所需称量的样品质量。

⑥如果倾出试剂的质量不足 ,可重复上面操作 ,直到达到要求。

取用试剂时要注意估计使用量 ,以免浪费。取出试剂瓶后的多余试剂不能倒回原瓶 ,以免污染试剂。药品取用结束后 ,应立即盖好试剂瓶塞放回原处。

2. 液体试剂的取用

液体试剂一般存放于细口瓶或滴瓶中。从试剂瓶中取用液体试剂时 ,多用倾注法。打开瓶塞将其翻转 ,倒放在桌面上 ,或将瓶塞夹在手指中 ,以防因瓶塞沾污而污染试剂。然后试剂瓶贴标签的一面握在手心 ,倾斜试剂瓶 ,使试剂沿洁净的试管壁流入试管或沿洁净的玻璃棒流入烧杯中[见图2-4(a , b)]。取出所需试剂量后 ,将试剂瓶口在容器口或玻璃棒上靠一下 ,同时慢慢竖起瓶子 ,防止遗留在试剂瓶口的液滴流到瓶的外壁。

从滴瓶中取用少量试剂时 ,应先将滴管从滴瓶中提起 ,使滴管管口离开液面。用手指紧捏滴管橡皮胶头 ,排出滴管中的空气 ,然后把滴管伸入试剂瓶中 ,缓慢放松手指 ,吸入试剂。滴加试剂时 ,滴管应垂直地悬于试管口或烧杯的上方将试剂逐滴滴入 ,以保证滴加体积准确 ,见图 2-4(c)。滴加试剂时不能将滴管伸入试管内或触及烧杯壁 ,以免沾污滴管 ,污染试剂。

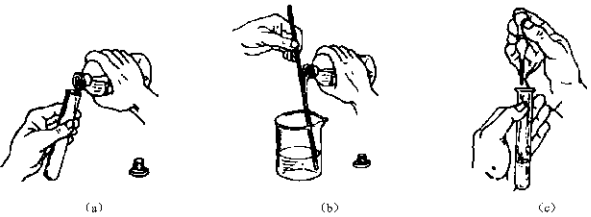


图 2-4 液体试剂的取用

使用滴瓶时 ,还应该注意不能用其他的滴管从试剂瓶中取试剂 ,防止试剂被污染。用滴管从滴瓶中取出试剂时 ,应保持滴管垂直 ,橡皮胶头在上方 ,不能平放或斜放 ,以防滴管内的试液流入和腐蚀胶头 ,以致污染试剂。试剂滴加完毕 ,应将滴管内的液体挤回试剂瓶中 ,然后使滴管内充满空气 ,再放回滴瓶中。

如需取用较为准确体积的液体试剂 ,则要使用液体体积的基本度量仪器(量筒、移液管、容

量瓶等 ,)来进行。

三、液体量器及其使用方法

取用一定体积的液体 ,需用度量仪器。常用体积度量仪器有量筒、移液管(吸量管)、滴定管和容量瓶。实验时根据实验要求选取。

1. 量筒

量筒用来量取一定体积的液体或试液 ,根据需要选用不同规格的量筒。注意量取将量筒平稳台面 ,保持与地面垂直状态 ,眼睛的视线与量筒内液体弯月面的最低处保持水平(见图 2-5)时 ,确定量取液体的体积 ,视线偏高或偏低将带来一定误差。



图 2-5 量筒的读数方法

2. 移液管和吸量管

移液管和吸量管可用来准确量取一定体积液体 ,二者不同的是吸量管带有分刻度 ,可以量取不同体积的液体 ,移液管没有分刻度 ,只能量取移液管上标注的固定体积。使用移液管和吸量管应按要求依次用洗液、自来水、去离子进行水洗涤 ,再用待取液体淋洗 ,然后才可以移取液体。

(1)洗涤与润洗

- ①用吸耳球将部分洗液吸入移液管内 ,将其倾斜后转动 ,使洗涤液将管内壁全部浸润后 ,倒出洗涤液。
- ②用自来水洗净洗液。
- ③用去离子水润洗 3~4 次后 ,用滤纸将下端管内外的水尽量吸干。
- ④用待取液体淋洗 3 次 ,每次使用取少量待取液 ,将管内壁完全润湿后排出。注意在吸取试剂淋洗时 ,须避免吸入管内的液体回流到试剂瓶中 ,防止试剂被稀释。

(2)移取液体(见图 2-6)

- ①用右手的拇指和中指捏住移液管刻度线以上的适当位置 ,食指空出准备按住移液管上口 ,将移液管的尖端插入待取试剂液面下约 2cm 处。
- ②左手先将吸耳球中的空气挤出 ,然后将吸耳球的尖端对准移液管上口 ,慢慢松开捏住的吸耳球 ,使试剂液体缓缓吸入移液管内。注意勿使移液管尖端露出液体表面。
- ③待液面上升到刻度线以上时 ,移去吸耳球 ,迅速用右手食指按紧移液管口 ,将移液管向上提起 ,使其尖端离开液面 ,用滤纸擦干移液管外壁的液体。
- ④用左手持试剂瓶 ,使移液管下端靠近试剂瓶内壁 ,略微放松食指使移液管内液面缓缓下降 ,待溶液弯月面与移液管刻度线相切时(观察液面方法同量筒读数方法) ,立即用食指按紧移液管口 ,保证液面不再下降。

- ⑤取出移液管 将移液管垂直并使其下端靠在倾斜的接收容器内壁上 松开右手使液体自然流入接收容器中 待液体液面下降到管尖后 再停靠器壁 15s 左右 移去移液管 操作完成。
- ⑥如果移液管上注有“吹”的字样 则在液面下降到管尖后用吸耳球将管内余液吹到接收器中。

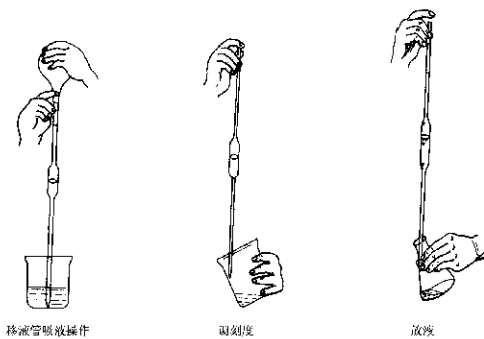


图 2-6 移液管的使用方法

吸量管可以量取量程内的任意体积 移取液体的方法与移液管基本相似 应该注意的是当所需取用试剂量不足吸量管满量度时 应吸液至满刻度 (0 刻度处) 慢慢放出液体至所需量度处停止。应尽量少用管尖处的刻度 避免因此产生误差。

3. 滴定管的使用

滴定管一般分为两种 酸式滴定管[见图 2-7(a)]和碱式滴定管[见图 2-7(b)]。酸式滴定管下端有玻璃活塞开关 可用来盛酸性溶液或氧化性溶液 但不宜盛碱性溶液 因为碱性溶液能腐蚀玻璃使活塞粘合。

碱式滴定管的下端有橡皮管连接尖嘴玻璃管 橡皮管内用玻璃珠控制溶液的流出。碱式滴定管不能盛放与橡皮管起反应的氧化性溶液滴定剂 如 KMnO_4 , I_2 等。

另有一种聚四氟乙烯活塞的滴定管[见图 2-7(c)] , 该活塞不用涂油 对于酸性、碱性、氧化性和还原性溶液都很稳定 可用来代替酸碱滴定管。滴定管的使用比较复杂 需要经过如下过程才能可靠使用。

(1) 滴定管的洗涤

洗涤滴定管一般先用自来水冲洗 如果滴定管含有

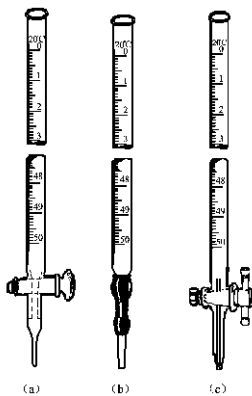


图 2-7 滴定管

- (a)酸式滴定管 ;(b)碱式滴定管 ;
(c)聚四氟乙烯活塞的滴定管

自来水不能冲掉的油污等污物时,可用滴定管专用毛刷蘸合成洗涤剂刷洗,但是需要注意用毛刷洗刷时,毛刷的铁丝不能碰到试管壁,以免划伤滴定管内壁导致体积不准。如果仍有不能洗掉的污物,可用铬酸洗液浸泡。浸泡碱管时,应将乳胶管取下,套上一个滴管胶头。将铬酸洗液装满滴定管,浸泡 20min 左右之后把洗液倒回原瓶,用自来水将洗液冲洗干净,如滴定管内壁不挂水珠,表示滴定管已经洗净,否则要继续采取其他方法洗涤,直至洗净,内壁不挂水珠。最后再用去离子水润洗。管内加入去离子水约 10mL,管身放平转动,使管内壁完全浸润之后,使部分水从滴定管上口流出。端正滴定管,使其余大部分水从滴定管尖端放出。此操作应重复三次。

(2)玻璃活塞涂油和滴定管检漏

酸式滴定管使用前需要在其玻璃上活塞涂以凡士林,使玻璃活塞旋转灵活并防止漏水。涂凡士林的操作需要耐心细致,涂得太少,起不到防止漏水及旋转灵活的目的,但也不能涂得太多,否则将活塞的孔被堵住。要使凡士林在活塞和套管之间形成一层薄油膜。操作时先将洗净的滴定管平放在实验台上,取出活塞,用滤纸片将活塞和活塞套表面的水及油污擦干净。用手指或玻璃棒蘸上凡士林油脂后,薄薄地涂在活塞穿孔两侧(见图 2-8)。涂好后在保证活塞孔与滴定管平行的情况下,直接将活塞插入滴定管的活塞套中。然后,沿同一方向旋转活塞,并适当用力挤压活塞,使活塞不能来回移动,以防将凡士林油脂挤入活塞孔。当活塞部位旋转灵活并均匀透明后,再将橡皮圈套在活塞的小头端的沟槽内。如果发现活塞转动不灵活,或者旋转时活塞上出现纹路,则表示凡士林涂得不够,如果凡士林从活塞缝内挤出,或者活塞的穿孔被堵住,则表示凡士林涂得太多。无论是涂得过多还是太少,都必须拔出活塞,把活塞和塞槽擦干净后,再重新涂上凡士林,直到活塞旋转灵活,其油膜均匀透明为止。

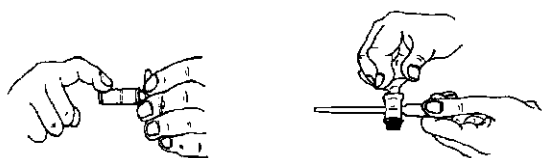


图 2-8 玻璃活塞涂油

使用前还须检查滴定管是否漏水。首先将滴定管内加满水,与地面垂直架在滴定台上,静置 2min。如不漏水,酸式滴定管将活塞旋转 180°,碱式滴定管则挤压玻璃球使其改变位置,再静置 2min,观察是否漏水。若酸式滴定管漏水则应重新涂抹凡士林,碱式滴定管漏水,一般应先检查乳胶管是否老化变质,将老化变质的乳胶管立即换掉,再检查玻璃球的大小是否适宜,玻璃球太大滴定时不好操作,玻璃球太小则易漏水。如果酸式滴定管的活塞孔或滴定管尖被油脂堵塞,需将管尖插入热水中温热片刻,然后打开活塞使管内急流而下的水,冲出温热后的软化油脂,然后再重新涂上凡士林。

(3)滴定剂淋洗与装入

滴定剂离开试剂瓶之前,应先摇匀,然后直接装入滴定管中。增加操作环节可能会使溶液浓度改变,所以在将滴定剂装入滴定管时不得使用其他容器(如烧杯、漏斗等)。

为了避免滴定管内残余的蒸馏水稀释滴定剂,在完全注入滴定剂之前,需要用滴定剂淋洗滴定管的内壁。方法是:向滴定管中加入 10mL 左右滴定剂,两手持管,边转动边慢慢将管身