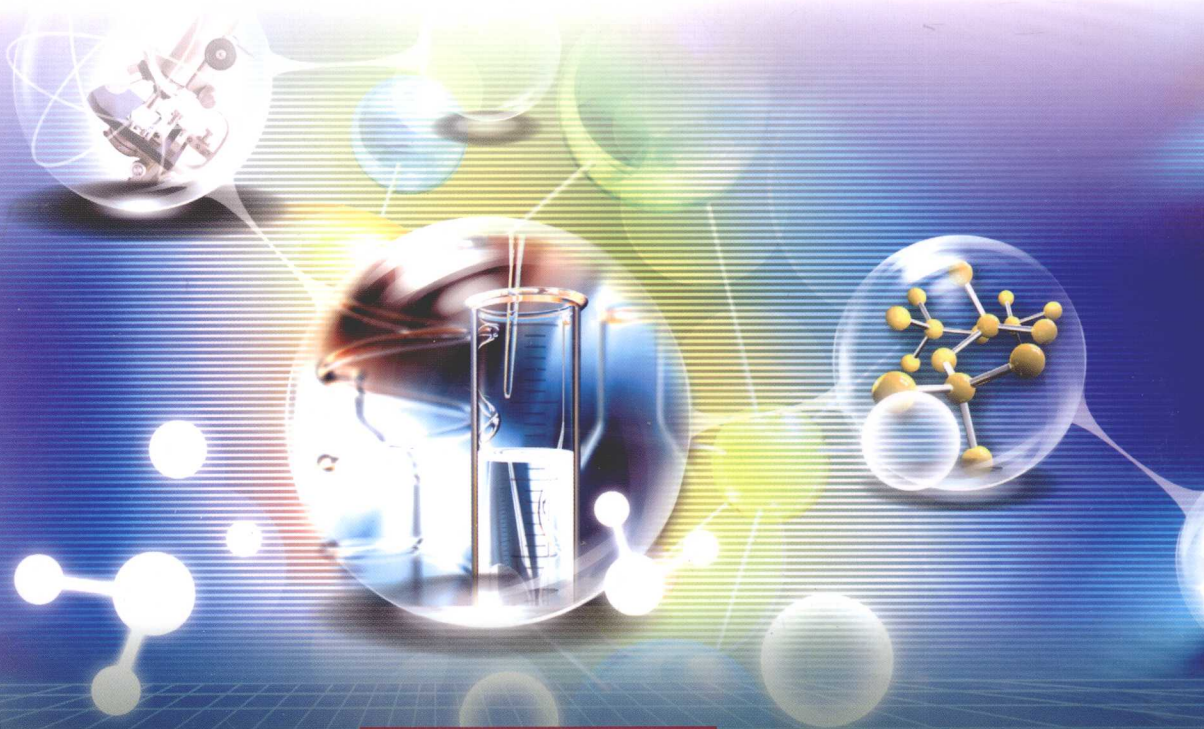


高等学校教材

分析化学实验

(含综合与设计部分)

关淑霞 刘继伟 张志秋 编
陈慧娟 审



石油工业出版社
Petroleum Industry Press

高等学校教材

分析化学实验

(含综合与设计部分)

关淑霞 刘继伟 张志秋 编

陈慧娟 审

石油工业出版社

内 容 提 要

全书分为五章,分别介绍了分析化学实验的基础知识、定量分析仪器的基本操作、基础实验、综合性实验,以及设计和研究性实验等内容。

本书可适用于综合性大学、理工院校等学校的化学、应用化学、精细化工、材料、能源、环境、化工等与化学相关的理工专业学生学习与参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/关淑霞,刘继伟,张志秋编.

北京:石油工业出版社,2015.8

高等学校教材

ISBN 978-7-5183-0668-8

I. 分…

II. ①关…②刘…③张…

III. 分析化学-化学实验-高等学校-教材

IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2015)第 038799 号

出版发行:石油工业出版社

(北京安定门外安华里 2 区 1 号 100011)

网 址:<http://www.petropub.com>

编辑部:(010)64523574 发行部:(010)64523633

经 销:全国新华书店

排 版:北京乘设伟业科技有限公司

印 刷:北京中石油彩色印刷有限责任公司

2015 年 8 月第 1 版 2015 年 8 月第 1 次印刷

787×1092 毫米 开本:1/16 印张:11

字数:280 千字

定价:22.00 元

(如出现印装质量问题,我社图书营销中心负责调换)

版权所有,翻印必究

前 言

(1) 《分析化学实验》是由东北石油大学化学化工学院“分析化学”和“分析化学实验”教学一线教师根据教学实际编写的“分析化学”理论课程的配套实验教材。

(1) 现代的大学实验教学注重学生能力的培养,并不断改革创新,所以结合现代实验教学改革步伐,“分析化学实验”课程进行了一些改革和调整,实验内容上不仅限于学生按方抓药式的验证性实验内容,还增加了一些综合性和设计性的实验内容。针对实验改革的需要,我们结合自身工作实际并借鉴其他院校和名师编写的分析类实验教材编写了这本融合验证性、综合性和设计性实验,内容丰富、全面的实验教材。本书具有如下特点:

(8) (1) 实用性强。在书的前两章,着重介绍了化学实验的基本知识及在分析化学实验中常用的分析仪器和基本操作,便于学生课前预习并做好实验前的准备工作;在实验部分,除包括常规的容量分析方法外,还针对一些真实样品进行分析,如水泥、药物、蔬菜等。

(4) (2) 适用面广。本书可适用于综合性大学、理工院校等学校的化学、应用化学、精细化工、材料、能源、环境、化工等多个与化学相关的理工专业。

(01) (3) 具有一定的先进性。随着科学技术的发展,在综合及设计性实验内容中,不仅包括容量分析手段,还运用一些当前较为先进的精密仪器手段进行分析测试。

(42) (4) 新颖性。本书在重视基本操作标准规范和练习的基础上,强调了实验的多样化和新颖性。实验内容既与分析化学基础课相关,又符合学科发展的特点和趋势。

(05) 全书分为五章:第一章分析化学实验的基础知识,简要介绍实验室安全知识、意外事故处理与三废处理以及化学实验的误差与数据处理方法;第二章定量分析的基本操作,介绍了定量分析仪器及其基本操作;为适应现代实验教学的要求,实验部分除第三章基础实验外,还精选实验内容编写了第四章综合性实验以及第五章设计与研究性实验。

(78) 本书由关淑霞、刘继伟、张志秋编写,由陈慧娟审稿。具体编写分工如下:第一章和第二章由张志秋编写;第三章及第四章的第一节至第十节由刘继伟编写;第四章第十一节至第二十节及第五章由关淑霞编写。

(01) 全书在编写过程中得到了化学化工学院诸多同事的帮助和支持,并提出了很多宝贵的意见和建议,在此表示诚挚的谢意。

(12) 本书虽经多次集体讨论和校对,但欠妥之处仍恐难免,祈望读者不吝赐教,以便再版时订正。

编者

2015 年 2 月

目 录

绪论	(1)
第一节 分析化学实验课的任务和要求	(1)
第二节 实验室注意事项	(1)
第一章 分析化学实验的基础知识	(4)
第一节 分析用纯水	(4)
第二节 试剂的基础知识	(5)
第三节 定量分析中常用的玻璃仪器	(7)
第四节 玻璃器皿的洗涤与干燥	(8)
第五节 溶液的浓度及配制	(9)
第六节 实验数据的处理和分析结果的表达	(12)
第二章 定量分析的基本操作	(14)
第一节 分析天平的使用	(14)
第二节 试样的称量	(16)
第三节 滴定分析基本操作	(18)
第四节 移液管和吸量管及其使用	(24)
第五节 容量瓶及其使用	(24)
第六节 重量分析基本操作	(26)
第三章 基础实验	(33)
第一节 分析天平的称量练习	(33)
第二节 滴定管、容量瓶和移液管的使用和校准练习	(34)
第三节 酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	(37)
第四节 酸碱标准溶液浓度的标定	(41)
第五节 工业纯碱总碱度测定	(43)
第六节 混合碱液组成及含量的测定(双指示剂法)	(46)
第七节 铵盐中铵态氮的测定(甲醛—酸碱滴定法)	(49)
第八节 EDTA 标准溶液的配制和标定	(51)
第九节 自来水总硬度的测定	(53)
第十节 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定(配位滴定法)	(55)
第十一节 氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	(57)
第十二节 过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	(59)
第十三节 铁矿中铁含量的测定	(61)

第十四节	硫酸铜中铜含量的测定	(63)
第十五节	工业苯酚纯度的测定	(65)
第十六节	水中 COD 的测定(重铬酸钾法)	(67)
第十七节	维生素 C 片剂中维生素 C 含量的测定(碘量法)	(70)
第十八节	可溶性硫酸盐中硫的测定(硫酸钡晶形沉淀重量分析法)	(71)
第十九节	二水合氯化钡中钡含量的测定(硫酸钡晶形重量分析法)	(74)
第四章	综合性实验	(77)
第一节	硅酸盐水泥中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	(77)
第二节	二氯化六氨合镍(Ⅱ)的制备、组成分析以及物性测定	(80)
第三节	中药中微量元素的分析	(83)
第四节	电极活性材料钴酸锂的制备及性质研究	(90)
第五节	纳米 TiO_2 、 Fe_2O_3 的制备、表征及在降解环境污染物中的应用	(92)
第六节	毛细管电泳分离铁、钴和镍离子	(97)
第七节	高纯硫酸亚铁的制备及纯度检验	(101)
第八节	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成以及组成测定	(103)
第九节	硫酸亚铁铵的制备及纯度分析	(106)
第十节	纳米二氧化硅的制备及其吸附性能	(108)
第十一节	超细 Cu - Ag 双金属粉末制备	(110)
第十二节	去离子水的制备与水质分析	(112)
第十三节	低相对分子质量聚丙烯酸的合成	(114)
第十四节	微波法合成淀粉接枝丙烯酸高吸水性树脂	(117)
第十五节	十二烷基硫酸钠的制备与纯度测定	(119)
第十六节	阿司匹林的制备	(121)
第十七节	火焰原子吸收法测定枸杞中锌、铁、钙、镁、铜、锰元素的含量	(123)
第十八节	荧光光度法测定新鲜蔬菜中维生素 B_2 的含量	(125)
第十九节	食盐中铁、锌、铜含量的测定	(127)
第二十节	微波消化原子吸收光谱法测定生物样品中的微量锌和铜	(130)
第二十一节	氢化物发生—原子荧光光谱法测定人发中硒、砷、铅、汞元素的含量	(132)
第二十二节	水中碱度物质的形态分析	(135)
第二十三节	生活饮用水中阴离子洗涤剂的测定	(137)
第二十四节	二氧化钛 TiO_2 光催化降解 TNT	(138)
第二十五节	1,3,5 - 三氨基 - 2,4,6 - 三硝基苯(TATB)的红外光谱模拟计算	(141)
第二十六节	油田注入水中细菌含量实验(绝迹稀释法)	(142)
第二十七节	污水中细菌含量的测定(培养—镜检法)	(143)

第五章 设计和研究性实验	(145)
第一节 环境空气中总烃含量的测定	(145)
第二节 氨基酸水杨醛席夫碱与过渡金属铜配合物的合成及表征	(145)
第三节 氧化钙基红色荧光粉的制备及性能分析	(146)
第四节 纳米氧化锌的制备及分析	(147)
第五节 微波法从果皮中提取果胶	(148)
第六节 马铃薯毒素检测	(148)
第七节 绿色植物天然色素提取、色谱分离和光谱测定	(149)
第八节 食醋中氨基酸含量的测定	(149)
第九节 高效液相色谱法测定饮料中的山梨酸和苯甲酸	(150)
第十节 开水冲泡对茶叶微量元素的溶出影响	(151)
第十一节 食物中铅、镉、铬、砷、汞、铜等有毒元素的测定	(151)
第十二节 常见阴离子的分离和鉴定	(152)
第十三节 常见阳离子的分离和鉴定	(152)
第十四节 水体中主要污染物的测定	(153)
第十五节 无水三氯化铬的制备	(154)
第十六节 废电池的综合利用	(155)
第十七节 燃料酒精的制备	(155)
第十八节 通用塑料的改性	(156)
第十九节 有机高分子材料样品消化方法研究	(156)
第二十节 ABS 塑料电镀铜	(157)
附录	(159)
附录 1 常用指示剂	(159)
附录 2 常用缓冲溶液的配制	(161)
附录 3 常用浓酸、浓碱的密度和浓度	(162)
附录 4 常用基准物质及干燥条件与应用	(162)
附录 5 常用熔剂和坩埚	(163)
附录 6 相对原子质量表	(164)
附录 7 常用化合物的相对分子质量表	(165)

绪论

第一节 分析化学实验课的任务和要求

分析化学是化学的重要分支学科之一。分析化学以化学基本理论和实验技术为基础,吸收物理、生物、统计、电子计算机、自动化等方面的知识以充实本身的内容,从而解决科学、技术所提出的各种分析问题。在人类社会进入 21 世纪的今天,分析化学已渗透到科研、生产和社会活动的各个方面,成为提供有关物质组成和结构信息的必不可少的工具。分析化学是一门与实验紧密相关的学科。分析化学实验课作为分析化学教学的重要组成部分,与分析化学理论课各自独立设课,且实验课占有更多的学时比例。通过实验课的学习和操作,可加深学生对理论课知识的理解,因此分析化学实验课承担着重要的教学任务,主要包括以下几方面:

(1)培养学生端正严谨的科学态度和科学作风。

(2)通过系统的实验训练(包括基础实验、综合性实验和设计性实验),培养学生实验动手能力以及发现问题、分析问题与解决问题的能力与创新能力。

(3)通过实验加深学生对分析化学基本理论的理解,掌握分析实验的基本操作技能。

(4)培养学生实验报告撰写能力及数据分析处理能力。

为完成上述教学任务,要求学生应做到:

(1)课前预习。要求学生实验课前认真阅读有关教材和参考资料,理解实验原理,熟悉实验步骤,明确注意事项。在实验记录本上做好必要的预习笔记。

(2)认真操作。在实验过程中既要动手,更要动脑,认真操作,仔细观察,积极思考。

(3)准确记录。实验中要如实记录实验现象和实验数据,原始实验数据必须记录在专用的实验记录本上。

(4)遵规守则。严格遵守操作规程。在使用不熟悉的仪器和试剂以前,应查阅有关书籍或请教实验指导教师,以免发生意外事故;自觉遵守实验室规则,保持实验室内安静、整洁,实验台上清洁、有序。要树立环保意识,注意节约实验资源(如试剂、滤纸、纯净水等),废液、废渣要按规定处理或排放。

(5)课后清理。实验结束后,应仔细清理和洗涤所用的实验仪器与器皿,关闭电、水、气闸(阀)。

(6)撰写报告。实验课后及时整理、计算和分析实验数据与实验现象,认真撰写实验报告。

第二节 实验室注意事项

(1)遵守实验室的各项规章制度。爱护仪器,节约试剂和水、电等。保持实验室的整洁和安静,注意维持桌面和仪器的整洁。每个实验人员都必须知道实验室内电闸、水阀和气阀的位置,实验完毕离开实验室时应将这些阀、闸关闭。

(2) 实验室内禁止饮食、吸烟,切勿以实验器皿代替水杯、餐具等使用,防止化学试剂入口。实验结束后要洗手,如曾使用过有毒药品,还应漱口。

(3) 保持水槽清洁和通畅,切勿将固体物品投入水槽。废纸和废屑应投入废纸箱内,废液应小心倒入废液缸集中收集和处理,切勿随意倒入水槽,以免腐蚀下水道及污染环境。废渣应根据性质进行收集和处理。

(4) 使用汞盐、氰化物、砷盐等有毒试剂时应特别小心,用过的废物不可乱扔、乱倒,应及时回收或进行特殊处理。严禁在酸性介质中加入氰化物。少量洒到实验台上的汞应及时用硫黄粉覆盖,收集后集中处理。

(5) 使用 CCl_4 、乙醚、苯等有毒或易燃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。试剂用后及时加盖,置于阴凉处存放。低沸点、低闪点的有机溶剂不得在明火或电炉上加热,应在水浴、油浴或可调压电热套中加热。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。

(6) 使用浓酸、浓碱等强腐蚀性试剂时要注意,以免溅在皮肤、衣服和鞋袜上。使用 HF 、 HCl 、 HNO_3 、 HClO_4 、 H_2SO_4 、氨水等易挥发试剂时,应在通风橱中进行操作,绝不允许在实验室中加热。夏天,打开浓氨水瓶盖之前,应先将氨水瓶放在自来水水流下冷却后,再行开启。进入实验室明确洗眼器位置,如不小心将酸或碱溅到皮肤或眼睛内,应立即用水冲洗,然后用 $50\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 碳酸氢钠溶液(酸腐蚀时采用)或 $50\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 硼酸溶液(碱腐蚀时采用)冲洗,最后用水冲洗。在操作酸、碱及其他对皮肤和眼睛有刺激物质时,应佩戴防护用具。

(7) 热、浓的 HClO_4 遇有机物常易发生爆炸。如果试样为有机物,应先用浓硝酸加热,使之与有机物发生反应,有机物被破坏后,再加入 HClO_4 。蒸发 HClO_4 所产生的烟雾易在通风橱中凝聚,如经常使用 HClO_4 的通风橱应定期用水冲洗,以免 HClO_4 的凝聚物与尘埃、有机物作用,引起燃烧或爆炸造成事故。

(8) 如发生烫伤,可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏,严重者应立即送往医院治疗。

(9) 使用高压气体钢瓶时要严格按操作规程进行操作。高压钢瓶的种类可根据其颜色加以辨认,见表 0.1。

表 0.1 高压钢瓶种类及标识

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	—
氩气	灰	纯氩	绿	—

(10)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救。酒精及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等有机溶剂着火时,用砂土灭火,此时绝对不能用水,否则会扩大燃烧面;导线或电器着火时,不能用水及 CO_2 灭火器灭火,如果着火面积较大,在尽力扑救的同时应及时报警。

第一章 分析化学实验的基础知识

第一节 分析用纯水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤用水,根据分析任务和要求的不同,对水的要求也有所不同。一般的实验可用蒸馏水或去离子水,离子选择性电极法、配位滴定法、银量法以及一些仪器分析方法用水的纯度要求较高。对于分析实验来说,不是所使用的水的纯度越高越好,应根据实验要求合理选用不同规格的纯水,不能超规格。

纯水通常用以下几种方法制备得到:

(1)蒸馏法。此法是通过蒸馏的方法将水中的非挥发性杂质除去,但不能除去易溶于水的气体,也会残留少量的 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等离子。该法制得水的纯度因所选蒸馏器的材质不同而不同。通常使用玻璃、铜、石英或不锈钢等材料制成的蒸馏器。

经一次蒸馏的蒸馏水往往不能满足一些特殊实验的较高要求,需要采用“重蒸水”,有专门的装置来制备重蒸水。

(2)离子交换法。这是应用离子交换树脂除去水中杂质离子的方法。用此法制得的水又称“去离子水”。此法的优点是容易以较低成本制得大量纯度高的水。其缺点是制备的水可能含有微生物和少量有机物,以及一些非离子型杂质。

(3)电渗析法。这是一种在外加电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使杂质离子从水中分离出来的方法。此法也不能除去非离子型杂质,仅适用于要求不很高的分析工作。

另外,二级反渗透装置制备的纯水已经能满足大多数实验的要求。对一些特殊要求的实验,可在二级反渗透装置后再接一级离子交换装置。

我国已颁布了国家标准《分析实验室用水规格和试验方法》(GB/T 6682—2008)。该标准参照采用了国际标准(ISO 3696—1987)。《分析实验室用水规格和试验方法》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 1-1 列出了相应级别水的技术指标,可满足通常各种分析实验的要求。

表 1-1 分析实验室用水的级别和主要技术指标(引自 GB/T 6682—2008)

指标名称	一级	二级	三级
pH 范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电阻率, $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}^{-1}$	≥ 10	≥ 1	≥ 0.2
可氧化物质(以 O 计), $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	—	≤ 0.08	≤ 0.4
蒸发残渣(105℃ ± 2℃), $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	—	≤ 1.0	≤ 2.0

续表

指标名称	一级	二级	三级
吸光度(254nm, 1cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
可溶性硅(以 SiO_2 计), $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	< 0.01	< 0.02	—

注:(1)由于在一级水、二级水纯度下难以测定真实的 pH 值,因此对一级水和二级水的 pH 值不做规定。

(2)由于在一级水的纯度下难以测定可氧化物质和蒸发残渣,对其限量不做规定,可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

(3)表中后 4 项指标的测试方法见标准 GB/T 6682—2008。

分析用的纯水必须严格保持纯净,防止污染,在储运过程中可选用聚乙烯容器。一级水一般应在使用时临时制取。

第二节 试剂的基础知识

一、常用试剂的规格

化学试剂的种类很多,世界各国对化学试剂的分类和分级的标准不尽一致,国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)将化学标准物质依次分为 A ~ E 5 级,其中 C 级和 D 级为滴定分析标准试剂(含量分别为 $100\% \pm 0.02\%$ 和 $100\% \pm 0.05\%$),E 级为一般试剂。

我国的试剂规格基本上按纯度(杂质含量的多少)划分,共有高纯、光谱纯、基准、分光纯、优级纯、分析纯和化学纯等 7 种。国家和主管部门颁布质量指标的主要为优级纯、分级纯和化学纯 3 种。

(1)优级纯(GR:Guaranteed Reagent),又称一级品或保证试剂,99.8%,这种试剂纯度最高,杂质含量最低,适用于重要精密的分析工作和科学研究工作,使用绿色瓶签。

(2)分析纯(AR:Analytical Reagent),又称二级试剂,纯度很高,99.7%,略次于优级纯,适用于重要分析及一般研究工作,使用红色瓶签。

(3)化学纯(CP:Chemical Pure),又称三级试剂, $\geq 99.5\%$,纯度与分析纯相差较大,适用于工矿、学校一般分析工作,使用蓝色(深蓝色)瓶签。

(4)实验试剂(LR:Laboratory Reagent),又称四级试剂。

除了上述 4 个级别外,目前市场上尚有基准试剂(PT,Primary Reagent):专门作为基准物用,可直接配制标准溶液;光谱纯试剂(SP,Spectrum pure):表示光谱纯净。但由于有机物在光谱上显示不出,所以有时主成分达不到 99.9% 以上,使用时必须注意,特别是作基准物时,必须进行标定。纯度远高于优级纯的试剂称为高纯试剂($\geq 99.99\%$)。表 1-2 给出了各种试剂规格及其适用范围。

表 1-2 试剂规格及其适用范围

等级	中文名称	英文名称	缩写	适用范围	标签颜色
一级	优级纯 (保证试剂)	Guaranteed Reagent	GR	纯度很高,适用于精密分析工作和科研工作	绿色
二级	分析纯 (分析试剂)	Analytical Reagent	AR	纯度仅次于 GR 级,适用于多数分析工作和科研工作	红色

续表

等级	中文名称	英文名称	缩写	适用范围	标签颜色
三级	化学纯	Chemical Pure	CP	适用于一般分析工作	蓝色
四级	实验试剂	Laboratory Reagent	LR	纯度较低,适用于实验辅助试剂	棕色或其他色

在分析工作中所选试剂的级别并非越高越好,而是要和所用的方法、实验用水、操作器皿的等级相适应。在通常情况下,分析实验中所用的一般溶液可选用 AR 级试剂并用蒸馏水或去离子水配制。在某些要求较高的工作(如痕量分析)中,若试剂选用 GR 级,则不宜使用普通蒸馏水或去离子水,而应选用二次重蒸水,所用器皿在使用过程中也不应有物质溶出。在特殊情况下,当市售试剂纯度不能满足要求时,可考虑自己动手精制。

二、试剂的保管

试剂的保管在实验室中是一项十分重要的工作。有的试剂因保管不好而变质失效,这不仅是一种浪费,而且还会使分析工作失败,甚至会引起事故。一般的化学试剂应保存在通风良好、干净、干燥的房间,防止水分、灰尘和其他物质沾污。同时,根据试剂性质应有不同的保管方法。

(1) 见光会逐渐分解的试剂如过氧化氢(双氧水)、硝酸银、焦性没食子酸、高锰酸钾、草酸、铋酸钠等,与空气接触易逐渐被氧化的试剂如氯化亚锡、硫酸亚铁、亚硫酸钠等,以及易挥发的试剂如溴、氨水及乙醇等,应放在棕色瓶内,置冷暗处。

(2) 容易侵蚀玻璃而影响试剂纯度的,如氢氟酸、氟化物(氟化钾、氟化钠、氟化铵)、苛性碱(氢氧化钾、氢氧化钠)等,应保存在塑料瓶或涂有石蜡的玻璃瓶中。

(3) 吸水性强的试剂,如无水碳酸盐、苛性钠、过氧化钠等应严格密封(如蜡封)。

(4) 相互易作用的试剂,如挥发性的酸与氨,氧化剂与还原剂,应分开存放。易燃的试剂如乙醇、乙醚、苯、丙酮与易爆炸的试剂如高氯酸、过氧化氢、硝基化合物,应分开储存在阴凉通风、不受阳光直接照射的地方。最好使用带通风设施的试剂柜,并定时通风,以防止挥发出来的溶剂蒸气聚集而发生危险。

(5) 剧毒试剂如氰化钾、氰化钠、氢氟酸、二氯化汞、三氧化二砷(砒霜)等,应特别妥善保管,经一定手续取用,以免发生事故。

三、取用试剂应注意的事项

(1) 试剂应按次序进行摆放。取用滴瓶瓶装试剂时不得将试剂瓶从试剂架上取下,以免搞乱次序,沾污试剂。取用普通试剂瓶瓶装试剂时应注意保持清洁,瓶塞不允许任意放置,取用后应立即盖好,放回试剂架,以防试剂被其他物质沾污或变质。

(2) 取用固体试剂时,应尽量使用原瓶自带的药勺或用洁净干燥的小勺。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净,以免腐蚀。

(3) 用吸管吸取试剂溶液时,决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) 使用试纸时要用镊子夹取。

(5) 所有盛装试剂的瓶上都应贴有明晰的标签,写明试剂的名称、规格及配制日期。千万不能在试剂瓶中装入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。

第三节 定量分析中常用的玻璃仪器

定量分析常用的仪器大部分为玻璃制品。根据其性能,可分为可加热的(如各类烧杯、烧瓶、试管等)和不宜加热的(如量筒、容量瓶、试剂瓶等)。按用途可分为容器类(烧杯、试剂瓶等)、量器类(如滴定管、移液管、容量瓶)与特殊用途类(如干燥器、漏斗等),其中相当一部分已经在无机化学实验中使用过,此处不再赘述。图1-1列出定量分析中常用的一些仪器。



图1-1 定量分析常用仪器

第四节 玻璃器皿的洗涤与干燥

一、玻璃器皿的洗涤

分析化学实验中所使用的器皿应洁净,这是保证分析结果准确性的第一步。在进行分析化学实验前,针对不同的玻璃器皿应采用相应的洗涤剂和洗涤方法进行洗涤。分析化学实验室常用的洗涤剂种类很多,除了去污粉、普通的洗衣粉类洗涤剂之外,还有稀 HCl 溶液、 $\text{NaOH}-\text{KMnO}_4$ 溶液、乙醇及其与盐酸或氢氧化钠的混合液、铬酸洗液与有机溶剂等。应根据玻璃器皿的种类及污染情况而选用相应的洗涤方法和洗涤剂进行洗涤。

1. 一般的玻璃仪器

实验中常用的烧杯、锥形瓶、量筒、量杯、试剂瓶、表面皿等都属于一般的器皿。对于此类玻璃器皿,可用自来水润湿表面后用刷子蘸取去污粉或洗涤剂直接刷洗内外壁,再用自来水冲洗干净,然后用蒸馏水或去离子水润洗3次。

2. 具有精确刻度的玻璃仪器

移液管、吸量管、容量瓶、滴定管等量器都属于具有精确刻度的玻璃仪器。此类器皿内壁的清洗则不可用刷子,以免造成机械磨损而影响玻璃仪器容积的准确性,也不宜用强碱性洗涤剂来洗涤(因为强碱性洗涤剂会造成玻璃的腐蚀)。对于此类玻璃器皿可采用合成洗涤剂洗涤。其洗涤方法常将配成0.1%~0.5%的洗涤液倒入容器中,摇动几分钟,弃去洗涤液,用自来水冲洗干净后,再用蒸馏水或去离子水润洗3次。如果按此方法未能洗干净,可选用合适的洗涤剂浸泡,必要时可将洗涤剂加热。也可选用铬酸洗液^①洗涤,铬酸洗液具有很强的氧化能力且对玻璃的腐蚀极小,但因六价铬是环境污染物质,对人体有害,不宜多用。必须使用时,应尽量沥干容器内的水后再将洗液倒入容器浸泡。用过的洗液应倒回原瓶中,第一次冲洗的废水应倒入废液缸中集中处理,以免腐蚀水槽和下水道,并减少对环境 的污染。

3. 比色皿

光度分析用的比色皿,分为玻璃比色皿和石英比色皿,不能用毛刷刷洗,应根据不同情况采用不同的洗涤方法。清洗比色皿时,一般先用水冲洗,再用蒸馏水洗净。如比色皿被有机物沾污,可用(1+2)盐酸—乙醇混合洗涤液浸泡片刻,再用水冲洗。不能用碱溶液或氧化性强的洗涤液洗比色皿,以免损坏。每次做完实验时,应立即洗净比色皿。

在玻璃器皿的洗涤过程中应注意,对于有塞的玻璃器皿如称量瓶、容量瓶、碘量瓶、干燥器等,在洗涤前最好用线或皮筋拴好塞、盖,以免洗涤中“张冠李戴”,破坏磨口处的密封性。

对于已洗净的仪器来说,器壁应能被水均匀湿润,不挂水珠,应具有“既不挂滴也不成股流下”的特点。洗净的器皿用蒸馏水润洗时要少量多次,顺壁冲洗。

① 铬酸洗液的配制方法:20g 的 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶于40mL 水中,将浓 H_2SO_4 360mL 缓缓加入 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液中(千万不能将水或溶液加入 H_2SO_4 中),边倒边用玻璃棒搅拌,并注意不要溅出,混合均匀,冷却后,装入洗液瓶备用。新配制的洗液为红褐色,氧化能力很强,当洗液用久后变为黑绿色(可加入固体高锰酸钾使其再生),即说明洗液无氧化洗涤力。

二、玻璃仪器的干燥

当分析实验中需使用干燥的器皿时,可根据不同的情况,采用以下方法将洗净的容器干燥。

1. 晾干

将洗净的器皿置于实验柜或器皿架上晾干。

2. 烘干

将洗净的器皿放进干燥箱中烘干,放进干燥箱前要先把水沥干,也可将器皿套住“气流烘干机”的杆子上进行烘干,但量器不可采用此烘干方法。

3. 溶剂润洗后吹干

当移液管和吸量管使用前需干燥时,可用少量乙醇或丙酮润洗已洗净的器皿内壁,倾出溶剂后,用洗耳球吹干。

第五节 溶液的浓度及配制

一、溶液的浓度

溶液的浓度是表示在一定量的溶液或溶剂中所含溶质的量。在定量分析化学实验中常用的浓度表示方法有以下几种。

1. 比例浓度(V/V)

比例浓度(也称稀释比浓度或体积比浓度)是用浓的(市售原装)液体试剂与溶剂的体积比来表示的浓度。比例浓度中的前一个数字表示浓试剂的体积,后一个数字表示溶剂(通常是水)的体积。例如 1:2 的 HCl 溶液有时也写成(1+2)HCl,表示该 HCl 溶液是由 1 体积市售浓 HCl($12\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$)和 2 体积水配制而成。

2. 质量分数(w_B)

质量分数是用 100g 溶液中所含溶质的质量来表示的:

$$\text{质量分数} = \frac{\text{溶质质量(g)}}{\text{溶质质量(g)} + \text{溶剂质量(g)}} \times 100\%$$

市售的酸碱浓度常用此法表示,例如, H_2SO_4 (98%),表示在 100g H_2SO_4 溶液中含有 98g H_2SO_4 。

3. 体积分数(φ_B)

体积分数是用 100mL 溶液中所含溶质的体积来表示的:

$$\text{体积分数} = \frac{\text{溶质体积(mL)}}{\text{溶液体积(mL)}} \times 100\%$$

液体试剂稀释时常用此法表示,例如,体积分数 10% 的 H_2SO_4 溶液表示 10mL 浓 H_2SO_4 用水稀释到 100mL。

4. 物质 B 的物质的量浓度(c_B)

物质 B 的物质的量浓度也称为物质 B 的浓度,简称浓度。其定义为:物质 B 的物质的量 n_B 除以混合物的体积 V ,其符号为 c_B ,即

$$c_B = \frac{n_B}{V}$$

物质 B 的物质的量浓度 c_B 的 SI 单位为 $\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$,在化学中常用的单位名称为摩尔每升,其符号为 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。例如, $c_{\text{NaOH}} = 0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$,表示在 1L NaOH 溶液中含有 0.1mol NaOH。

5. 滴定度(T)

滴定度是用每毫升标准溶液相当于被测物质的质量(g)来表示的。例如, $T_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7/\text{Fe}} = 0.005585 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ (也可写成 $T_{\text{Fe}/\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = 0.005585 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$),表示用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 法滴定 Fe 含量时,1mL $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液相当于 0.005585g 铁。在常规分析某一固定组分时,标准溶液的浓度常用此法表示,对计算测定结果极为方便。

6. 物质 B 的质量浓度(ρ_B)

物质 B 的质量浓度的定义为物质 B 的质量 m_B 除以溶液的体积 V ,其符号为 ρ_B ,即

$$\rho_B = \frac{m_B}{V}$$

物质 B 的质量浓度 ρ_B 的 SI 单位名称为千克每升,其符号为 $\text{kg} \cdot \text{L}^{-1}$,在实际工作中常用克每升($\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)、毫克每毫升($\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$)、微克每毫升($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)等表示。

7. 质量摩尔浓度(b_B)

质量摩尔浓度的定义是物质的量 n 除以质量 m :

$$b_B = \frac{n}{m}$$

单位为 $\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$,它多在标准缓冲溶液的配制中使用。

8. ppm 和 ppb

ppm 是 part per million 的缩写,它表示百万分之一($1/10^6$)。ppb 是 part per billion 的缩写,它表示十亿分之一($1/10^9$),在微量或超微量分析中有时用到此表示法。

二、溶液的配制

定量分析实验中,水是最常用的溶剂。一般所用的水是蒸馏水,有时根据实验的需要也用去离子水或二次蒸馏水。通常不指明溶剂的溶液即为水溶液。

定量分析实验中所用的溶液有两大类:一类为非标准溶液,即一般的溶液,它只具有大致的浓度,实验中所用的辅助试剂(如指示剂、沉淀剂、洗涤剂、显色剂等)多属于这类;另一类为标准溶液,它具有准确的浓度,在实验中可作为分析被测物的标准。除了这两大类溶液之外,还有一类溶液——缓冲溶液,它具有一定的 pH 值,在许多定量分析实验中是不可缺少的辅助试剂。具体的配制方法可参见附录 2。缓冲溶液的缓冲容量及 pH 值的计算在分析化学的理论书上已有详述,在此就不再赘述。这里只介绍非标准溶液和标准溶液的配制以及溶液配制