



普通高等教育“十三五”规划教材

分析化学实验

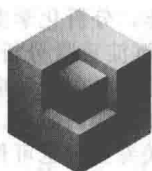
张雪梅 徐宝荣 吴 瑛 主编

第二版

FENXI
HUAXUE
SHIYAN



化学工业出版社

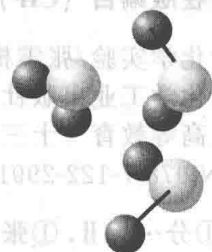


普通高等教育“十三五”规划教材

分析化学实验

张雪梅 徐宝荣 吴 瑛 主编

第二版
FENXI
HUAXUE
SHIYAN



化学工业出版社

·北京·

《分析化学实验(第二版)》包括两部分内容:分析化学实验的基础知识和基本操作,分析化学实验。实验部分主要涉及滴定分析(酸碱滴定、配位滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定)、沉淀重量分析、分离富集方法实验、综合实验、英文文献实验等内容,共安排41个实验项目。本书注意教材内容的应用性、实用性、适用性,强调培养学生分析化学中“量”的概念与独立解决实际分析测试问题的能力。

《分析化学实验(第二版)》可作为化学类专业本科生的教材,同时适用于农林类相关专业,也可作为科研、生产部门有关科技人员的参考书。

分析化学实验

主编 吴 瑛 徐宝荣 张雪梅

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/张雪梅,徐宝荣,吴瑛主编.—2版.

北京:化学工业出版社,2017.8

普通高等教育“十三五”规划教材

ISBN 978-7-122-29911-6

I. ①分… II. ①张…②徐…③吴… III. ①分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①0652.1

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第135293号

责任编辑:宋林青

装帧设计:史利平

责任校对:宋 玮

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印 刷:北京云浩印刷有限责任公司

装 订:三河市瞰发装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张10 字数240千字 2017年8月北京第2版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:22.00元

版权所有 违者必究

《分析化学实验 (第二版)》编写人员

主 编	张雪梅	徐宝荣	吴 瑛				
副主 编	年 芳	李辉勇	白 玲	周 军	高金玲	臧晓欢	
编 者							

安徽科技学院

东北农业大学

江西农业大学

甘肃农业大学

湖南农业大学

河北农业大学

塔里木大学

黑龙江八一农垦大学

张雪梅

徐宝荣

白 玲

汪小强

年 芳

李辉勇

臧晓欢

吴 瑛

高金玲

徐冬青

白靖文

李铭芳

吴东平

胡 冰

刘登友

常青云

王咏梅

刘 川

刘佳音

龚 磊

周 军

《分析化学实验 (第一版)》编写人员

主 编	胡广林	张雪梅	徐宝荣	
副 主 编	王 芬	吴 瑛	年 芳	李辉勇
	白 玲	杨雪蕊	周文峰	
编 者				

海 南 大 学	胡广林	杨雪蕊	胥 涛	王 江
	陈俊华	王小红		
安徽科技学院	张雪梅	王海侠		
东北农业大学	徐宝荣	白靖文	高 爽	
沈阳农业大学	王 芬	李永库		
中国农业大学	周文峰	高海翔	彭庆蓉	
江西农业大学	白 玲	李铭芳	龚 磊	
甘肃农业大学	年 芳			
湖南农业大学	李辉勇	刘登友	周 军	
河北农业大学	臧晓欢	常青云		
塔里木大学	吴 瑛	王咏梅		

前言

化学是一门实践性很强的学科，实验占有极其重要的地位，通过分析化学实验，可加深对分析方法原理及有关理论的理解，并能灵活运用所学理论知识指导实验操作；通过分析化学基本实验及综合实验技能训练，可掌握分析化学实验基本操作技术和典型的分析测定方法；通过基本实验的严格训练，可熟练掌握规范化的基本操作。本书的最大特点是根据新的教学内容和实践教学改革的发展态势，并结合农林类院校化学类专业的特点，吸收国内外同类教材的优点，对分析化学实验教学内容进行了系统的整合，减少验证类实验，增加了综合性实验，力求实验内容和专业相结合，提高学生的实验动手能力、分析和解决问题的能力，编写中特别注意了教材内容的应用性、实用性、适用性，强调培养学生分析化学中“量”的概念与独立解决实际分析测试问题的能力，为后续专业课程的学习打下扎实的基础。

本书为农林类院校应用化学专业系列教材之一，全书详细介绍了各种分析方法的原理、测定步骤、基本操作、常用试剂的配制方法、分析实验室的一般基本知识和常用分析仪器的形状、规格、用途及使用注意事项等。本书内容实用、通俗易懂。

本次修订由8所大学共同完成，由张雪梅（安徽科技学院）、徐宝荣（东北农业大学）、吴瑛（塔里木大学）担任主编，主编对全书进行组织、审阅、修改，最后通读和审定。本书编写和出版过程中，得到了化学工业出版社和各参编学校的支持和指导，在此一并致以衷心的感谢。

由于编写时间仓促，加之编写人员水平有限，书中不尽完善和疏漏之处，恳请读者和同行专家批评指正。

编者

2017年5月

第一版前言

分析化学实验是高等院校理、工、农、医等各个专业的重要基础课之一，是分析化学教学体系的重要组成部分。本书是为配合普通高等教育“十二五”国家级规划教材项目申报，由化学工业出版社组织编写的农林类院校化学类专业系列教材之一。本书可作为化学类专业的分析化学实验教材，同时可用作农科相关专业开设分析化学实验课程的教材，也可作为科研、生产部门有关科技人员的参考用书。

本书编者从高等农林院校化学类专业的特点出发，结合教学实践经验，在参考同类优秀教材的基础上，编写了本教材。编写中特别注意了教材内容的应用性、实用性、适用性，强调培养学生分析化学中“量”的概念与独立解决实际分析测试问题的能力。本书主要内容包括两部分：分析化学实验的基础知识和基本操作，分析化学实验。实验部分主要涉及滴定分析（酸碱滴定、配位滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定），沉淀重量分析，吸光光度分析，分离富集方法，综合实验，英文文献实验等内容，共安排41个实验项目。

本书由10所大学共同编写完成，由胡广林（海南大学）、张雪梅（安徽科技学院）、徐宝荣（东北农业大学）担任主编。主编对全书进行组织、审阅、修改，最后通读和审定。

本书在编写、出版过程中，得到了化学工业出版社、各参编学校的支持和指导，在此一并致以衷心的感谢。

由于编写时间仓促，加之编写人员水平所限，书中不尽完善和疏漏之处，恳请读者和同行专家批评指正。

编者

2010年5月

目 录

第一章 分析化学实验基础知识	1	一、过滤	29
第一节 分析化学实验室安全知识	1	二、萃取	30
一、实验室安全规则	1	三、色谱分离法	30
二、实验室意外事故处理	1	四、离子交换法	32
第二节 化学试剂的有关知识	2	第三章 常用分析仪器简介	34
第三节 实验记录、数据处理和实验报告	5	第一节 电子天平	34
一、实验数据的记录	5	第二节 分光光度计	37
二、实验数据的处理	6	第三节 酸度计	39
三、实验报告	6	第四节 ZD-2 型自动电位滴定计	41
第二章 分析化学实验操作基本技能	7	第四章 酸碱滴定实验	46
第一节 纯水的制备和检验	7	实验一 滴定分析基本操作练习	46
一、分析化学实验室用水的规格	7	实验二 酸碱溶液的配制及浓度的标定	49
二、各种纯度水的制备	7	实验三 食用白醋中总酸度的测定	50
三、水的检验	8	实验四 混合碱的测定(双指示剂法)	51
第二节 玻璃仪器的洗涤与干燥	10	实验五 果蔬中总酸度的测定	53
一、玻璃仪器的洗涤	10	实验六 蛋壳中碳酸钙含量的测定	54
二、玻璃仪器洗净的标准	11	实验七 铵盐中含氮量的测定(甲醛法)	55
三、玻璃仪器的干燥	11	第五章 配位滴定实验	57
第三节 试剂的取用	11	实验八 EDTA 标准溶液的配制和标定	57
一、化学试剂的规格	11	实验九 自来水的总硬度及钙镁含量的测定	61
二、固体试剂的取用	11	实验十 铁、铝混合液中铁、铝含量的连续测定	64
三、液体试剂的取用	12	实验十一 胃舒平药品中铝和镁的测定	65
四、特殊化学试剂的存放	12	实验十二 可溶性硫酸盐中硫酸根的测定	67
五、注意事项	13	第六章 氧化还原滴定实验	69
六、防护方法	13	实验十三 KMnO_4 标准溶液的配制与标定	69
第四节 常用度量仪器的校正	13	实验十四 过氧化氢含量的测定	70
第五节 滴定分析基本操作技术	15	实验十五 水中化学耗氧量的测定(KMnO_4 法)	71
一、容量瓶	15	实验十六 高锰酸钾法测定饲料中钙的含量	73
二、移液管和吸量管	17	实验十七 铁矿石中全铁含量的测定	75
三、滴定管	19	实验十八 碘和硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	77
第六节 重量分析基本操作技术	22		
一、样品的溶解	23		
二、试样的沉淀	23		
三、沉淀的过滤和洗涤	24		
四、沉淀的干燥和灼烧	27		
第七节 定量分析中的分离操作技术	29		

实验十九	果汁中抗坏血酸含量的测定 (直接碘量法)	79	实验三十三	水泥熟料全分析	106
实验二十	碘量法测定铜合金中的铜	80	实验三十四	海盐的提纯及含量分析	112
第七章	沉淀滴定与重量分析实验	83	实验三十五	邻二氮菲分光光度法测定植株 中的铁含量	115
实验二十一	二水合氯化钡中钡含量的 测定(硫酸钡晶形沉淀 重量分析法)	83	实验三十六	草酸根合铁(Ⅲ)酸钾的制备 及其组成的确定	117
实验二十二	氯化物中氯含量的测定 (莫尔法)	84	实验三十七	溶液 pH 的测定(直接 电位法)	119
第八章	吸光光度分析实验	87	实验三十八	阳离子交换树脂交换容量的 测定	121
实验二十三	铵盐中铵含量的测定(奈氏试剂 比色法)	87	第十一章	实验设计与考核	124
实验二十四	邻二氮菲吸光光度法测定铁 (条件实验)	88	一、实验设计	124	
实验二十五	吸光光度法测定磷	91	二、考核	128	
第九章	常用分离富集方法实验	94	第十二章	英文文献实验	130
实验二十六	微量锑的共沉淀分离和萃取 光度测定	94	1	Determination of Sodium Salicylate	130
实验二十七	合金钢中微量铜的萃取光度 测定	96	2	Separation and Identification of Methionine and Glycine by Paper Chromatography	131
实验二十八	铜、铁、钴、镍的纸上色谱 分离	97	3	Measuring Manganese in Steel by Spectro- photometry with Standard Addition	134
实验二十九	偶氮苯和对硝基苯胺的薄层 色谱分离	99	附录		137
实验三十	植物鲜叶中 β -胡萝卜素的柱色谱 分离和检测	100	附录一	常用化合物的相对分子质量	137
实验三十一	钴、镍离子交换分离和配位 测定	102	附录二	常用酸碱的密度和浓度	138
实验三十二	海水中微量维生素 B ₁₂ 的固相 萃取与测定	103	附录三	常用指示剂	139
第十章	综合实验	106	附录四	常用缓冲溶液及其 pH	142
			附录五	常用基准试剂及干燥条件	143
			附录六	常用洗涤剂	143
			附录七	分解无机样品的一些典型方法	144
			附录八	常用熔剂和坩埚	147
			附录九	滤器及其使用	148
			参考文献		150

第一章 分析化学实验基础知识

分析化学是一门实践性非常强的学科,因而与分析化学理论课密切相联的分析化学实验目前在普通高等学校一般独立设课,是化学化工类专业的重要基础课程之一。通过本课程的学习,能使學生加深对分析化学基本理论与基本概念的理解;掌握分析化学实验的基本操作技能;培养学生良好的实验习惯、实事求是的科学态度、一丝不苟的科学作风;在实验过程中培养学生观察现象、发现问题、分析问题与解决问题的能力;树立“量”的概念,将“误差”概念贯穿在整个实验过程中;掌握正确处理实验数据的方法,规范实验报告的书写。

第一节 分析化学实验室安全知识

在进行分析化学实验时,经常使用水、电、气,易燃、易爆、有毒、有腐蚀性的各种化学试剂,易破损的玻璃仪器及精密的现代分析仪器。为了保证分析实验的正常进行,确保实验工作人员的人身安全及实验室财产安全,确保周围环境不受到污染,每一个实验工作者都必须从自身做起,珍惜自己,爱护他人,严格遵守实验室安全规则,严格遵守实验室中的安全操作规范。遇到突发事件必须沉着冷静、正确处理。

一、实验室安全规则

1. 实验室内严禁饮食、吸烟,一切化学药品严禁入口,实验结束后应及时洗手。
2. 离开实验室时,应检查水、电、气、门窗是否关好,严禁将实验室的任何仪器与试剂带离实验室。
3. 使用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性试剂时,切勿溅在皮肤和衣服上。使用浓HCl、浓HNO₃、浓H₂SO₄、HClO₄、氨水时,应在通风橱中进行操作。
4. 使用易燃的有机溶剂(如乙醇、乙醚、丙酮、三氯甲烷等)时,必须远离明火,用完后立即盖紧瓶盖,放在通风阴凉处保存。
5. 使用汞盐、砷化物、氰化物等剧毒品时,要特别小心。用过的废物、废液不可乱倒,应集中回收处理。
6. 使用高压气体(如氢气、乙炔等)钢瓶时,必须严格按操作规程执行,钢瓶应置于远离明火、通风良好的地方。切记钢瓶更换前应保持一部分压力。
7. 实验中,如发生烫伤和割伤应及时处理,严重者应立即送医院治疗。
8. 实验室如发生火灾,要保持镇静,立即切断电源与气源,并根据起火原因采取针对性的灭火措施。
9. 保持实验室整洁。固体废弃物,如废纸、火柴杆、玻璃碎片等,应扔入废物桶内;废酸、废碱应小心倒入专用废液桶内,严禁倒入水槽,以防水槽堵塞和下水管腐蚀。

二、实验室意外事故处理

1. 割伤与烫伤处理

割伤是实验室中经常发生的事故。发生割伤时,首先应将伤口内异物取出,用生理盐水



或硼酸溶液擦洗伤处，涂上碘酒或紫药水，用纱布包扎，或使用创可贴，必要时在包扎前撒些消炎粉。如果伤势较重，则应用纱布按住伤口止血后，立即送到医院清创缝合。

烫伤时，立即涂上烫伤膏。切勿用水冲洗，更不能把水泡刺破。

2. 化学试剂烧伤处理

浓硫酸烧伤时，立即用大量水冲洗，再用饱和碳酸氢钠溶液冲洗。在用水冲洗后，涂上烫伤膏。

浓碱烧伤时，立即用大量水冲洗，再用1%~2%的醋酸或硼酸溶液冲洗。在用水冲洗后，涂上硼酸软膏或氯化锌软膏。

酸溅入眼睛时，不要搓揉眼睛，应立即用大量水冲洗，再用2%~3%的四硼酸钠溶液冲洗眼睛，再用水冲洗。

碱溅入眼睛时，不要搓揉眼睛，应立即用大量水冲洗，再用3%硼酸溶液冲洗眼睛，再用水冲洗。

溴烧伤时，应立即用大量的水冲洗，再用酒精擦洗至无溴液，然后涂上甘油或烫伤膏。

应注意的是：化学试剂烧伤严重，特别是化学试剂溅入眼睛时，应在紧急处理后，立即送至医院治疗。

3. 吸入刺激性气体与有害气体的处理

在吸入煤气、硫化氢气体时，立即到室外呼吸新鲜空气。在吸入刺激性或有毒气体如氯气、氯化氢、溴蒸气时，可吸入少量的酒精与乙醚的混合蒸气解毒。

4. 有毒物质入口的处理

在遇有毒物质侵入口中时，应立即内服5~10mL硫酸铜的温水溶液，用手指伸入喉部促使呕吐，然后立即送医院治疗。

5. 触电处理

不慎触电时，立即落下电闸切断电源，尽快用绝缘物将触电者与电源隔开，必要时进行人工呼吸，严重时送医院治疗。

6. 火灾处理

实验室不慎发生火灾时，千万不要惊慌失措、乱叫乱窜，或置他人于不顾而只顾自己，或置小火于不顾而酿成大灾，应立即切断电源与气源。着火面积大、蔓延迅速时，应选择安全通道逃生，同时大声呼叫同室人员撤离，并尽快拨打“119”电话，及时向消防队报警。如果火势不大，且尚未对人造成威胁时，应根据起火原因采取针对性的灭火措施。小火可用湿布或石棉布盖熄，如着火面积较大，可用泡沫灭火器或二氧化碳灭火器。有机溶剂着火，切勿用水灭火，而应用二氧化碳灭火器、沙子和干粉等灭火。加热时着火，立即停止加热，关闭煤气总阀，切断电源，再用四氯化碳灭火器或二氧化碳灭火器灭火，不能用泡沫灭火器灭火，以免触电。衣服着火时，应赶紧设法脱掉衣服或就地打滚，压灭火苗。

第二节 化学试剂的有关知识

1. 化学试剂的分类、规格

化学试剂的纯度对实验结果准确度的影响很大，不同的实验对试剂纯度的要求也不相同，因此必须了解试剂的分类标准。化学试剂产品有成千上万种，按组成为无机试剂和有机试剂两大类；按用途可分为标准试剂、一般试剂、高纯试剂、特效试剂、仪器分



析专用试剂、指示剂、溶剂、生化试剂、临床试剂、电子工业专用试剂、食品工业专用试剂等。世界各国对化学试剂的分类和分级及标准不尽相同。国际标准化组织 (ISO) 和国际纯粹化学与应用化学联合会 (IUPAC) 也都有很多相应的标准和规定。例如: IUPAC 对化学标准的分级有 A 级、B 级、C 级、D 级、E 级。A 级为原子量标准, B 级为与 A 级最接近的基准物质, C 级和 D 级为滴定分析标准试剂, 含量分别为 $(100 \pm 0.02)\%$ 和 $(100 \pm 0.05)\%$, 而 E 级为以 C 级或 D 级试剂为标准进行对比测定所得的纯度或相当于这种纯度的试剂 (表 1-1)。我国化学试剂产品有国家标准 (GB) 和专业 (行业, ZB) 标准及企业标准 (QB) 等。

表 1-1 主要国产化学试剂的级别与用途

标准试剂类别(级别)	主要用途	相当于 IUPAC 的级别
容量分析第一基准	容量分析工作基准试剂的定值	C
容量分析工作基准	容量分析标准溶液的定值	D
容量分析标准溶液	容量分析测定物质的含量	E
杂质分析标准溶液	仪器及化学分析中用作杂质分析的标准	
一级 pH 基准试剂	pH 基准试剂的定值和精密 PH 计的校准	C
pH 基准试剂	pH 计的定位(校准)	D
有机元素分析标准	有机物的元素分析	E
热值分析标准	热值分析仪的标定	
农药分析标准	农药分析的标准	
临床分析标准	临床分析化验标准	
气相色谱分析标准	气相色谱法进行定性和定量分析的标准	

化学试剂的纯度较高, 根据纯度及杂质含量的多少, 一般可将其分为四个等级 (表 1-2)。

表 1-2 试剂规格和适用范围

等级	名称	符号	标签颜色	适用
一级品	优级纯	G. R.	绿色	精密分析实验
二级品	分析纯	A. R.	红色	多数分析试验
三级品	化学纯	C. P.	蓝色	一般化学实验
四级品	实验试剂	L. R.	棕色等	一般化学制备实验

以上按试剂纯度的分类法已在我国通用。化学试剂除上述几个等级外, 还有基准试剂、光谱纯试剂及超纯试剂等。基准试剂相当或高于优级纯试剂, 是专作滴定分析的基准物质, 用以确定未知溶液的准确浓度或直接配制标准溶液。光谱纯试剂主要用于光谱分析中的标准物质, 其杂质用光谱分析法测不出或杂质低于某一限度, 纯度在 99.99% 以上。超纯试剂又称高纯试剂, 是用一些特殊设备如石英、铂器皿生产的。

2. 化学试剂的合理选用

实验时根据实验的要求, 例如分析方法的灵敏度和选择性、分析对象的含量及对分析结果准确度的要求等, 合理地选用相应级别的化学试剂。由于不同规格的同一种试剂其价格相差很大, 因此, 在满足实验要求的前提下, 选用试剂的级别应就低不就高, 以免造成浪费。如痕量分析选用高纯试剂或一级品, 以降低空白值和避免杂质干扰; 做试剂检验选用一、二级品; 一般生产车间控制分析选用二、三级品; 某些制备实验、冷却浴或加热浴用的试剂可用工业品; 化学分析实验通常使用分析纯试剂; 仪器分析实验一般使用优级纯、分析纯或专

用试剂。不要认为试剂越纯越好,超越具体实验条件去选用高纯试剂,造成浪费;也不要随意降低规格而影响分析结果的准确度。本书除指明的试剂外,一般用分析纯。

另外在分析工作中,选择试剂的纯度除了要与所用方法相当外,其他如实验用水、使用器皿也须与之相适应。如试剂选用 G. R. 级,就不宜使用普通的去离子水或普通蒸馏水,而应使用多重蒸馏水。对所用器皿的质地也有较高的要求,在使用过程中不应有物质溶解到溶液中,以免影响测定的准确度。

3. 取用试剂时的注意事项

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

所用盛装试剂的瓶上都应贴有标签,写明试剂的名称、规格及配制时间。一定时间后更换标签,以免时间长而造成字迹褪色,影响试剂的使用而造成浪费。

在分析工作中,试剂的浓度及用量应按实际情况正确使用,过浓或过多,不仅造成浪费,而且还可能产生副反应,甚至得不到准确的结果。

4. 部分剧毒、强腐蚀性药品的使用及注意事项

(1) 氰化物和氢氰酸 氰化物、丙烯腈等系烈性毒品,进入人体 50mg 即可致死,与皮肤接触经伤口进入人体,即可引起严重中毒。这些氰化物遇酸产生氢氰酸气体,易被吸入人体而中毒。使用氰化物时,严禁用手接触。大量使用这类药品时,应戴上口罩和橡皮手套。含有氰化物的废液,严禁倒入酸缸,应先加入硫酸亚铁使之转变为毒性较小的亚铁氰化物,然后倒入水槽,再用大量水冲洗贮放该氰化物的器皿和水槽。

(2) 汞和汞的化合物 汞的可溶性化合物如氯化汞、硝酸汞都是剧毒物品。因金属汞易蒸发,蒸气剧毒,又无气味,吸入人体具有积累性,容易引起慢性中毒,所以切不可麻痹大意。如不慎将汞洒在地上,应立即用滴管或毛笔尽可能将它拾起,然后用锌皮接触使之成为合金而消除。最后洒上硫黄粉,使汞与硫反应生成不易挥发的硫化汞。废汞切不可倒入水槽冲入下水管,因为汞会积聚在水管弯头处,长期蒸发毒化空气,误洒入水槽的汞也应及时处理。另外使用和贮存汞的房间必须经常通风,保持空气流通。

(3) 砷的化合物 砷和砷的化合物都有剧毒,经常使用的是三氧化二砷(砒霜)和亚砷酸钠,这类物质中毒通常是由于口服造成的。用盐酸和粗锌制备氢气时,也会产生一些剧毒的砷化氢气体,应加以注意。所以为避免上述现象发生,一般是将产生的氢气通过高锰酸钾溶液洗涤后再使用。砷的解毒剂是二巯基丙醇,肌肉注射即可解毒。

(4) 硫化氢 这是一种极毒的气体,有臭鸡蛋味,它能麻痹人的嗅觉,以致逐渐闻不出其臭,所以特别危险。使用硫化氢和用酸分解硫化物时,应该在通风橱中进行。

(5) 一氧化碳 煤气中含有一氧化碳,使用煤炉和煤气时一定要提高警惕,防止中毒。煤气中毒一般轻者头痛、眼花、恶心,重者昏迷。对中毒的人应立即移出中毒房间,呼吸新鲜空气,进行人工呼吸,并注意保暖,然后及时送医院治疗。

(6) 有机化合物 很多有机化合物的毒性也是很大的,它们常用作溶剂,不仅用量大,而且多数沸点低,蒸气较浓,所以容易引起中毒,特别是慢性中毒,使用时应特别注意和加强防护。常用的有毒有机化合物有苯、二硫化碳、硝基苯、苯胺、甲醇等。

(7) 溴 棕红色液体,易蒸发成红色蒸气,对眼睛有强烈的刺激催泪作用,能损伤眼睛、气管、肺部;触及皮肤,轻者剧烈灼痛,重者溃烂,久治不愈。使用时应戴橡皮手套。

(8) 氢氟酸 氢氟酸为剧毒物,具有强腐蚀性,如灼伤身体,轻者剧痛难忍,重者肌肉



腐烂，渗入组织，如不及时抢救，就会造成死亡，因此在使用氢氟酸时应特别注意，操作必须在通风橱中进行，并戴橡皮手套。

(9) 其他剧毒、腐蚀性无机物 如磷、铍的化合物，可溶性钡盐、铅盐，浓硝酸，碘蒸气等，使用时都应注意。

5. 化学试剂的保管和存放

化学试剂的保管和存放也是相当重要的工作。如易挥发的试剂应低温存放，易燃、易爆试剂要贮存于避光、阴凉、通风的地方，氧化剂、还原剂必须密闭、避光保存。化学试剂应按下列分类进行存放：①易燃类；②剧毒类；③强腐蚀类；④燃爆类；⑤强氧化剂类；⑥放射性类；⑦低温存放类；⑧贵重类；⑨指示剂类；⑩一般试剂。

应尽量创造适宜试剂存放的条件，以免试剂过早变质甚至出现危险。化验室只宜存放少量近期内需用的药品，大量试剂应存放于仓库。对于变质的化学试剂应按相关规定进行处理，严禁按一般垃圾处理。

第三节 实验记录、数据处理和实验报告

一、实验数据的记录

分析实验中经常需要记录一些测量数据，如称量的基准物质的质量、滴定中消耗的标准溶液的体积等。实验数据的记录应保证完整性、客观性与真实性，是培养学生科学实验素养的环节之一，要求做到以下几个方面。

(1) 学生在做实验时，数据记录应有专门标注好页码的记录本，记录中不得撕去任何一页。不能将实验数据记录在单页纸或小纸片上，更不能随意记在任意地方。

(2) 实验过程中，要养成及时记录实验数据的习惯。所有的测量数据与结果，包括得到测量仪器的基本信息，都应准确、真实地记录下来。切不可凭主观臆断拼凑或伪造数据，或者强迫自己回忆已忘记的未及时记录的数据与结果。

(3) 记录测量数据时，应注意有效数字的保留。万分之一的分析天平应记录至 0.0001g，滴定管与吸量管的读数、移液管与容量瓶的体积均应记录到 0.01mL。总之，记录的有效数字位数应能正确反映仪器测量的准确度。

(4) 分析实验中的数据记录都应清楚、整洁、明了，一般采用表格形式。例如采用硼砂基准物质标定 HCl 溶液浓度的数据记录如下：

项 目	1	2	3
$m_{\text{硼砂}} + \text{称量瓶(倾出前)}/\text{g}$	15.3668		
$m_{\text{硼砂}} + \text{称量瓶(倾出后)}/\text{g}$	14.9556		
$m_{\text{硼砂}}/\text{g}$	0.4112		
$V_{\text{HCl}}(\text{初读数})/\text{mL}$	0.06		
$V_{\text{HCl}}(\text{终读数})/\text{mL}$	22.52		
V_{HCl}/mL	22.46		

(5) 记录实验数据时必须实事求是，完全准确地反映实验真实情况，不得随意涂改实验数据。实验过程中，若发现数据记录错误，或者计算错误，应将其用横线画去，在旁边重新写上正确的数字，不得涂黑或擦去。



(6) 实验过程中的每一个数据都应记录下来,即使在重复测量时,出现完全相同的数据也应完整地记录下来。

二、实验数据的处理

定性分析实验中的实验数据一般较少,处理比较简单。而定量分析实验中的实验数据较多,这是因为定量分析一般平行测量 3~5 次,通常是 3 次,需要用平均值(或置信区间)来表示测量结果,用相对平均偏差(或标准偏差)来衡量分析结果的精密度。为了做到简单、清晰、正确地处理实验数据,通常采用表格的形式进行处理。例如,采用邻苯二甲酸氢钾(KHP)基准物质标定 NaOH 溶液浓度的数据处理如下:

项 目	1	2	3
$m_{\text{KHP}} + \text{称量瓶(倾出前)}/\text{g}$			
$m_{\text{KHP}} + \text{称量瓶(倾出后)}/\text{g}$			
m_{KHP}/g			
$V_{\text{NaOH}}(\text{初读数})/\text{mL}$			
$V_{\text{NaOH}}(\text{终读数})/\text{mL}$			
$V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$			
$c_{\text{NaOH}}/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$			
$\bar{c}_{\text{NaOH}}/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$			
$ d_i $			
$\bar{d}_r/\%$			

$$\text{浓度: } c_{\text{NaOH}} = \frac{m_{\text{KHP}} \times 1000}{M_{\text{KHP}} V_{\text{NaOH}}} (\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}) \quad \text{平均浓度: } \bar{c} = \frac{c_1 + c_2 + c_3}{3}$$

$$\text{偏差: } d_i = c_i - \bar{c} \quad \text{平均偏差: } \bar{d} = \frac{|c_1 - \bar{c}| + |c_2 - \bar{c}| + |c_3 - \bar{c}|}{3}$$

$$\text{相对平均偏差: } \bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{c}} \times 100\%$$

三、实验报告

实验报告是培养学生归纳总结与分析问题能力的有效途径,是高质量实验的升华。实验完毕,学生应根据实验记录进行整理,及时认真地写出实验报告,在离开实验室前或在指定的时间交给实验指导教师。实验报告一般包括以下内容:

- (1) 实验名称。
- (2) 实验时间、地点、室温、指导教师等基本信息。
- (3) 实验原理。实验原理一般简单地用文字或化学反应方程式说明。
- (4) 实验的主要仪器与试剂。普通仪器应写出规格,大型仪器应标明型号与生产厂家。试剂应注明浓度。
- (5) 实验步骤。实验步骤的书写应简单明了,一般采用流程图的形式,也可分步列出。
- (6) 实验数据的记录与处理。定量分析实验数据的记录与处理通常采用表格形式,表格外应有处理数据时的计算公式。
- (7) 讨论与分析。
- (8) 其他需要说明的问题。

第二章 分析化学实验操作基本技能

第一节 纯水的制备和检验

分析化学实验室用于溶解、稀释和配制溶液的水，都必须先经过净化。分析要求不同，对水质纯度的要求也不同。故应根据不同的要求，采用不同的净化方法制得纯水。分析化学实验室用的纯水一般有蒸馏水、二次蒸馏水、去离子水、无二氧化碳蒸馏水、无氨蒸馏水等。一般的化学实验用一次蒸馏水或去离子水；超纯分析或精密物理化学实验中，需要水质更高的二次蒸馏水、三次蒸馏水或根据实验要求用无二氧化碳蒸馏水等。

一、分析化学实验室用水的规格

根据中华人民共和国国家标准 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》的规定，分析化学实验室用水分为三个级别：一级水、二级水和三级水。

一级水用于有严格要求的分析实验，包括对颗粒有要求的实验，如高效液相色谱用水。一级水可用二级水经石英设备蒸馏或离子交换处理后，再用 0.2μm 微孔滤膜过滤来制取。

二级水用于无机痕量分析等实验，如原子吸收光谱用水。二级水可用多次蒸馏或离子交换等制得。

三级水用于一般的化学分析实验。三级水可用蒸馏或离子交换的方法制得。

实验室使用的蒸馏水，为保持纯净，蒸馏水瓶要随时加塞，专用虹吸管内外应保持干净。蒸馏水附近不要放浓 HCl 等易挥发的试剂，以防污染。通常用洗瓶取蒸馏水。用洗瓶取水时，不要取出其塞子和玻璃管，也不要使蒸馏水瓶上的虹吸管插入洗瓶内。

通常，普通蒸馏水保存在玻璃容器中，去离子水保存在聚乙烯塑料容器内，用于痕量分析的高纯水，如二次亚沸石英蒸馏水，则需要保存在石英或聚乙烯塑料容器中。

二、各种纯度水的制备

实验室制备纯水一般可用蒸馏法、离子交换法和电渗析法。

1. 蒸馏法

(1) 蒸馏水 将自来水在蒸发装置上加热汽化，然后将蒸汽冷凝即得到蒸馏水。由于杂质离子一般不挥发，所以蒸馏水中所含杂质比自来水少得多，比较纯净，可达到三级水的标准，但还是有少量的金属离子、二氧化碳等杂质。目前使用的蒸馏水器，小型的多用玻璃制造，较大型的用铜制成。由于蒸馏器的材质不同，带入蒸馏水中的杂质也不同。用玻璃蒸馏器制得的蒸馏水含有较多的 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等离子，用铜蒸馏器制得的蒸馏水通常含有较多的 Cu^{2+} 等。蒸馏水中通常还含有一些其他杂质，如：二氧化碳及某些低沸点易挥发物，随着水蒸气进入蒸馏水中；少量液态水呈雾状飞出，直接进入蒸馏水中；微量的冷凝器材料成分也能带入蒸馏水中。因此，一次蒸馏水只能作为一般分析用。

制取蒸馏水的蒸馏速度不可太快，采用不沸腾蒸发、增加蒸馏次数、弃去头尾等方法，都可提高蒸馏水的纯度。同时蒸馏水的贮存也很重要，要贮存在不受离子污染的容器中，如



有机玻璃、聚乙烯或石英等容器中。

在实验室制取二次蒸馏水，可用硬质玻璃或石英蒸馏器，先加入少量的高锰酸钾碱性溶液，目的是破坏水中的有机物。蒸馏时弃去最初的 1/4，收集中段馏出液。接受器上口要安装碱石棉管，防止二氧化碳进入影响蒸馏水的电导率。某些特殊用途的水要用银、铂、聚四氟乙烯等特殊材料的蒸馏器制取。

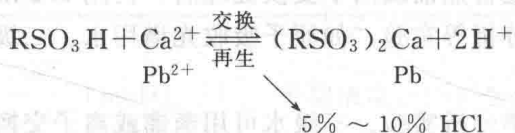
蒸馏法的优点是设备成本低、操作简单，缺点是只能除掉水中非挥发性杂质，且能耗高。

(2) 二次亚沸石英蒸馏水 为了获得比较纯净的蒸馏水，可以进行重蒸馏，并在准备重蒸馏的蒸馏水中加入适当的试剂以抑制某些杂质的挥发。加入甘露醇能抑制硼的挥发，加入碱性高锰酸钾可破坏有机物并防止二氧化碳蒸出。二次蒸馏水一般可达到二级标准。第二次蒸馏通常采用石英亚沸蒸馏器，其特点是在液面上方加热，使液面始终处于亚沸状态，可使水蒸气带出的杂质减至最低。

2. 离子交换法

去离子水是使自来水或普通蒸馏水通过离子交换树脂柱后所得的水。一种是强酸性阳离子交换树脂，另一种是强碱性阴离子交换树脂。当水流过两种离子交换树脂时，阳离子和阴离子交换树脂分别将水中的杂质阳离子和阴离子交换为 H^+ 和 OH^- ，从而达到净化水的目的。使用一段时间后，离子交换树脂的交换能力下降，可以分别用 5%~10% 的 HCl 和 NaOH 溶液处理阳离子和阴离子交换树脂，使其恢复离子交换能力，这叫做离子交换树脂的再生。再生后的离子交换树脂可以重复使用。

阳离子交换树脂与水中的杂质阳离子发生交换：



阴离子交换树脂与水中的杂质阴离子发生交换：



处理水时，先让水流过阳离子交换柱和阴离子交换柱，然后再流过阴阳离子混合交换柱，以使水进一步纯化。净化水的质量与交换柱中树脂的质量、柱高、柱直径以及水流量等因素都有关系。一般树脂量多、柱高和直径比适当、流速慢，交换效果好。优点：除去各类离子效果好，但不能除掉水中非离子型杂质，常含有微量的有机物。

3. 电渗析法

由于其能耗低，常作为离子交换法的前处理步骤。它在外加直流电场作用下，利用阴阳离子交换膜分别选择性地允许阴、阳离子透过，使一部分离子透过离子交换膜迁移到另一部分水中去，从而使一部分水纯化，另一部分水浓缩。这就是电渗析的原理。电渗析是常用的脱盐技术之一。产出水的纯度能满足一些工业用水的需要。例如用电阻率为 $1.6 M\Omega \cdot cm$ ($25^\circ C$) 的原水可以获得 $1.03 M\Omega \cdot cm$ ($25^\circ C$) 的产出水。换言之，原水的总硬度为 $77 mg/L$ ，产出水的总硬度则为约 $10 mg \cdot L^{-1}$ 。

三、水的检验

1. 物理法检验

利用电导仪或兆欧表测定水的电阻率是简便而实用的方法。水的电阻率越高，表示其中