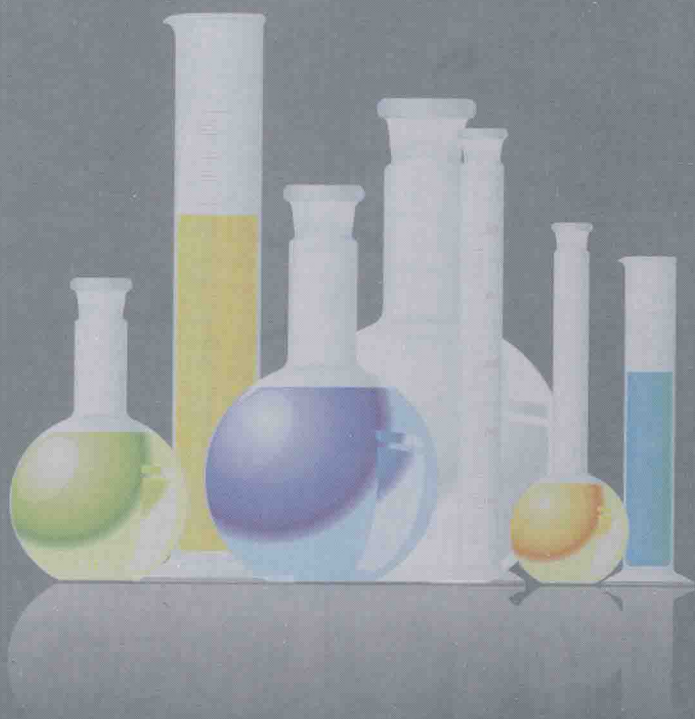


应用型本科院校基础化学丛书

FENXI HUAXUE
SHIYAN

分析化学实验

黄宝美 杜军良 吕 瑞 主编



科学出版社

应用型本科院校基础化学丛书

分 析 化 学 实 验

黄宝美 杜军良 吕 瑞 主编

科学出版社
北 京

内 容 简 介

本书包含了化学分析和仪器分析两部分,在内容上兼顾了无机分析与有机分析,成分分析与结构分析。每一种分析方法都有难易程度不同的实验内容,可根据教学的具体情况分别作为必做和选做实验。书中还附有各类实验参数,以便查阅。

本书内容全面,层次多样,可供化学、生物工程、环境工程等专业的学生作为分析化学实验课的基础训练教材,也可供相关企事业单位的专业技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/黄宝美,杜军良,吕瑞主编. —北京:科学出版社, 2014.6

(应用型本科院校基础化学丛书)

ISBN 978-7-03-040615-6

I. ①分… II. ①黄… ②杜… ③吕… III. ①分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O652.1

中国版本图书馆CIP数据核字(2014)第097444号

责任编辑:杨 岭 郑述方/责任校对:冯 铂

责任印制:余少力/封面设计:墨创文化

科学出版社 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

成都创新包装印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2014年6月第 一 版 开本:B5 720×1000

2014年6月第一次印刷 印张:13.5

字数:300千字

定价:34.00元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

前 言

分析化学是化学的重要分支之一。分析化学实验课是分析化学课程的重要组成部分,将分析化学实验设置为独立的课程,其目的是对学生进行分析化学实验技能的严格训练,并与课堂教学密切结合,帮助学生加深对知识的理解,培养学生运用理论知识解决实际问题的能力。随着 21 世纪的到来,人类进入知识经济时代,对人才的要求是知识、能力、素质三方面共同发展。我们在编写《分析化学实验》一书时,也正是努力按着这一目标,注重对大学生综合素质的全面培养。

本书在编写过程中坚持以加强基础训练、注重能力培养、提高综合素质作为指导思想,并将多年教学实践过程中的经验和操作技巧融入实验中。实验项目在编排上由浅入深,由基础到综合。学生通过基础性实验训练,掌握分析化学实验基本理论、典型的分析方法和基本操作技能;通过综合性实验,培养综合运用知识技能、分析问题解决问题的能力;在设计性实验中,通过查阅文献、自行设计实验方案并加以实现,锻炼创新能力、独立解决问题的能力。

本书充分吸收了兄弟院校实验教材的长处,充实了实验内容。本书共三部分,一是基础知识的理论部分,介绍了分析化学实验的基本操作技能以及分析化学实验室的常见仪器,使学生对诸如玻璃器皿洗涤,实验室用水规格、制备与检验,化学试剂规格以及实验室安全等基本知识有系统的了解,同时也介绍了相关分析化学的基本操作,从而对学生的基本实验操作进行规范。二是分析化学和仪器分析实验的基本实验部分,通过完成实际样品的分析,使学生对分析化学基本理论的理解、对“量”的概念的认识不断加深,培养学生实事求是的科学作风和严谨务实的科学态度。为锻炼学生的创新意识,本书在每章中都设置了一定的设计性实验,这些实验不仅具有典型性和系统性,而且还与其他学科如无机分析、有机分析、环境分析、食品药品分析等多方面相结合,强调知识的实用性和综合性。学生通过书中提供的思路,结合所学分析化学知识,自拟出合理的实验方案,在允许的实验条件下进行实验,充分锻炼其自主性和创新意识。三为附录部分,给出了详细的实验相关数据供查阅。

由于编者水平有限,书中错误和不妥之处在所难免,诚恳希望读者批评指正,以便再版时修订。

编者
2014 年 1 月

目 录

第一章 分析化学实验的基础知识	1
1-1 玻璃器皿的洗涤	2
1-2 实验室用水的规格、制备及其鉴定	3
1-3 试剂及其取用方法	5
1-4 试纸和滤纸的使用	9
1-5 实验数据的记录、处理和实验报告	10
第二章 滴定分析法	12
2-1 滴定分析法概述	12
2-2 滴定分析法的条件和分类	13
2-3 标准溶液	15
第三章 仪器分析法	17
3-1 分光光度法	17
3-2 酸度计	20
第四章 定量分析法的一般步骤	26
4-1 试样的采集与制备	26
4-2 试样的分解	28
4-3 干扰的消除、分离、富集与掩蔽	31
4-4 测定方法的选择	32
4-5 分析结果准确度的保证和评价	34
第五章 定量分析实验仪器与基本操作实验	35
5-1 天平与称量操作	35
5-2 滴定分析基本操作	43
5-3 重量分析的基本操作	49
5-4 化学实验中分离与提取	52
5-5 容量器皿的校准	56
5-6 电光分析天平称量练习	58
5-7 电子分析天平称量练习	59
5-8 滴定分析基本操作练习	61

第六章 酸碱滴定实验	64
6-1 NaOH 和 HCl 溶液的配制与标定	64
6-2 氨水中含氮量的测定	67
6-3 苯甲酸的含量测定	68
6-4 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 中含氮量的测定 (甲醛法)	69
6-5 凯氏定氮法测定奶粉中的蛋白质	71
6-6 食用白醋中总酸度的测定	73
6-7 有机酸摩尔质量的测定	74
6-8 混合碱的分析 (双指示剂法)	75
6-9 混合酸 (HCl 和 H_3PO_4) 的测定	78
6-10 HClO_4 标准溶液的配制与标定	79
6-11 醋酸钠含量的测定 (非水滴定法)	81
6-12 设计性实验	83
第七章 络合滴定实验	85
7-1 EDTA 标准溶液的配制与标定	85
7-2 自来水总硬度的测定 (EDTA 的标定)	88
7-3 明矾中铝含量的测定	90
7-4 铅铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 含量的连续测定	91
7-5 可溶性硫酸盐中 SO_4^{2-} 的测定	93
7-6 设计性实验	94
第八章 氧化还原滴定实验	96
8-1 KMnO_4 标准溶液的配制和标定	96
8-2 H_2O_2 含量的测定	98
8-3 水中化学需氧量 (COD) 的测定 (KMnO_4 法)	99
8-4 绿矾含量的测定	101
8-5 铁矿石中全铁含量的测定 (无汞法)	102
8-6 I_2 和 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液配制与标定	104
8-7 间接碘量法测定铜盐中的铜	108
8-8 维生素 C 含量的测定 (直接碘量法)	110
8-9 葡萄糖含量的测定 (间接碘量法)	111
8-10 漂白粉中有效氯的测定	112

8-11	KBrO ₃ 法测定工业苯酚的纯度	114
8-12	设计性实验	116
第九章	沉淀滴定与重量分析	117
9-1	可溶性氯化物中氯含量测定 (莫尔法)	117
9-2	酱油中 NaCl 的测定 (佛尔哈德法)	118
9-3	氯化物中氯含量的测定 (法扬司法)	120
9-4	BaCl ₂ 中钡含量的测定	122
9-5	钢铁中 Ni 含量的测定 (丁二酮肟镍有机试剂沉淀重量法)	125
9-6	设计性实验	127
第十章	电位法	129
10-1	HAc 标准解离常数和解离度的测定 (直接电位法)	129
10-2	Cl ⁻ 选择性电极法测定水样中微量氯	132
10-3	离子选择电极法测定天然水中的 F ⁻	135
第十一章	光学分析法	138
11-1	原子吸收光谱仪最佳操作条件选择	138
11-2	原子吸收分光光度法测定自来水中 Ca、Mg 的含量	141
11-3	间接原子吸收光谱法测定氯化物	144
11-4	分光光度法测定 Fe 的最佳操作条件	146
11-5	尿素中 Fe 含量的测定 (磺基水杨酸法)	150
11-6	混合物中 Cr、Mn 含量的同时测定 (分光光度法)	152
11-7	荧光分光光度法测定果蔬中的核黄素	154
11-8	氢化物-原子荧光光谱法测定头发中 As、Pb 元素的含量	157
11-9	原子发射光谱法: 头发中微量 Cu、Pb、Zn 的测定	159
11-10	不同物态样品红外透射光谱的测定	161
11-11	阿司匹林红外光谱的测定	165
第十二章	色谱法	168
12-1	填充柱的制备	168
12-2	气相色谱法定量分析 (归一化法)	172
12-3	气相色谱法定量分析 (外标法)	173
12-4	内标法分析低度大曲酒的杂质	174
12-5	高效液相色谱参数的测定	176
12-6	高效液相色谱仪的性能检查	178

12-7 高效液相色谱法测定饮料中山梨酸和苯甲酸的含量	181
附 录	184
附录 1 pH 标准缓冲溶液的配制	184
附录 2 常用缓冲溶液的配制方法	185
附录 3 最常用基准物质的干燥条件和应用	186
附录 4 几种常见酸碱的密度和浓度及配制	187
附录 5 溶液的配制与标定	188
附录 6 常见指示剂的配制	191
附录 7 常用的掩蔽剂	196
附录 8 无机酸在水溶液中的解离常数 (25 °C)	197
附录 9 无机碱在水溶液中的解离常数 (25 °C)	198
附录 10 有机碱在水溶液中的解离常数 (25 °C)	198
附录 11 有机酸在水溶液中的解离常数 (25 °C)	199
附录 12 标准电极电位表	201
附录 13 部分氧化还原电对的条件电极电位	203
附录 14 常见化合物相对分子质量	204
参考文献	207

第一章 分析化学实验的基础知识

分析化学是一门实践性很强的学科，因此，需将分析化学实验单独设课，它与分析化学理论课紧密结合，是化学专业的基础课程之一。

学生通过分析化学实验课程的学习，可以加深对分析化学基本概念和基本理论的理解；同时，正确熟练掌握分析化学的基本操作，较系统地学习分析化学实验相关基本知识，学习并掌握典型的化学分析方法，树立“量”的概念，运用误差理论和分析化学理论知识，找出实验中影响分析结果的关键环节，在实验中做到心中有数，统筹安排，学习正确合理地选择实验条件和仪器，正确处理实验数据，以保证实验的准确可靠；培养良好的实验习惯、实事求是的科学态度、严谨细致的工作作风；通过研究性实验与设计性实验的学习，培养学生创新精神和分析归纳、独立工作的能力，为学习后续课程和将来参加工作打下良好的基础。

一、课程目标

在培养学生掌握实验的基本操作、基本技能和基本知识的同时，努力培养学生的创新意识与创新能力。

通过严格的实验训练，使学生掌握规范的实验基本操作技能。

结合研究性实验与设计性实验，培养学生获取知识、提出问题、分析问题和解决问题的独立工作能力。

注意培养学生实事求是的科学态度、勤俭节约的优良作风、认真细致的工作作风、相互协作的团队精神，为学习后续课程、参加实际工作和开展科学研究打下良好的基础。

二、课程要求

开设实验课前，由指导老师制定实验教学进度，每个实验提前一周备课，明确实验的目的、要求和有关注意事项，做好记录。

要求学生课前必须认真预习。理解实验原理，了解实验步骤，探寻影响实验结果的关键环节，做好必要的预习笔记。

每次实验，指导老师提前进入实验室，检查实验设施，熟悉药品摆放情况，准备试剂、试样。

要求学生认真阅读“实验室使用规则”和“天平室使用规则”，遵守实验室的各项规章制度。了解“消防设施”和“安全通道”的位置。树立环境保护意

识, 尽量降低化学物质的消耗。

实验过程中, 教师不得擅自离开实验室。注意巡视观察, 认真辅导, 随时纠正个别学生不规范的操作。实验结束后, 检查学生的数据记录和实验台卫生情况。然后告知实验室值班人员, 经检查合格后方可允许学生离开。

要求学生的所有实验数据, 尤其是各种测量的原始数据, 必须随时记录在专用的、预先编好页码的实验记录本上。不得记录在其他任何地方, 不得涂改原始实验数据。

实验后能够正确分析和处理实验中的相关数据, 合理表达和解释实验结果, 并能给出合格的实验报告。

1-1 玻璃器皿的洗涤

化学实验中使用的器皿应洗净, 其内壁被水均匀润湿而无条纹、不挂水珠。

1. 去污粉、洗涤剂

实验室中常用的烧杯、锥形瓶、量筒等玻璃器皿, 可用毛刷蘸些去污粉或合成洗涤剂刷洗。

去污粉是由 Na_2CO_3 、白土、细沙等混合而成的。将要刷洗的玻璃器皿先用少量水润湿, 撒入少量去污粉, 然后用毛刷刷洗。利用 Na_2CO_3 的碱性去除油污, 细沙的摩擦作用和白土的吸附作用增强了对玻璃器皿的清洗效果。玻璃器皿经擦洗后, 用自来水冲掉去污粉颗粒, 然后用蒸馏水洗 3 次, 以去掉自来水中带来的 Ca 、 Mg 、 Fe 、 Cl 等离子。

洗干净的器皿倒置时, 器皿中存留的水要完全流尽而不留水珠和油花。出现水珠或油花的应当重新洗涤。洗净的器皿不能用纸或抹布擦干, 以免将脏物或纤维留在器壁上而沾污了器皿。器皿倒置时应放在干净的器皿架上(不能倒置于实验台上), 锥形瓶、容量瓶等器皿可倒挂在漏斗板或铁架台上, 小口径的试管等可倒插在干净的支架上。

2. 铬酸洗液

滴定管、移液管、容量瓶等具有精确刻度的器皿, 常用铬酸洗液浸泡 15 min 左右, 再用自来水冲净残留在器皿上的洗液, 最后用蒸馏水润洗两三次。

铬酸洗液的配制: 在台秤上称取 10 g 工业纯 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (或 $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) 置于 500 mL 烧杯中, 先用少许水溶解, 在不断搅动下, 慢慢注入 200 mL 浓 H_2SO_4 (工业纯), 待 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 全部溶解并冷却后, 将其保存于带磨口的试剂瓶中。所配的铬酸洗液为暗红色液体, 因浓 H_2SO_4 易吸水, 用后应用磨口玻璃塞塞好。

铬酸洗液的使用应注意: ①用洗液洗涤前, 凡能用毛刷刷洗的器皿必须先用

自来水和毛刷洗刷,倾尽水,以免洗液被稀释后降低洗涤效果。②洗液用过后倒回原磨口瓶中,以备下次再用。当洗液变为绿色而失效时,可倒入废液桶中,绝不能倒入下水道,以免腐蚀金属管道。③用洗液洗涤过的器皿,应先用自来水冲净,再以蒸馏水润洗内壁两三次。④洗液为强氧化剂,腐蚀性强,使用时特别注意不要溅在皮肤和衣服上。

洗液不是万能的。认为任何污垢都能用它洗去的说法是不对的,如被 MnO_2 沾污的器皿,用 H_2CrO_4 洗液是无效的,此时要用 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、 HCl 或酸性 Na_2SO_3 等还原剂洗去污垢。

3. 碱性 KMnO_4 洗液

碱性 KMnO_4 洗液适用于洗涤油污及有机物。其配制方法为:称取 4 g KMnO_4 放入 250 mL 烧杯中,加入少量水使之溶解,再慢慢加入 100 mL 10% NaOH 溶液,混匀即可使用。洗后在器皿中留下的 $\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 沉淀物可用 HCl - NaNO_2 混合液、酸性 Na_2SO_3 或热 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 溶液等洗去。

4. 酸性 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 或盐酸羟胺洗液

酸性 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 或盐酸羟胺洗液适用于洗涤氧化性物质,比如器皿上沾有 KMnO_4 、 MnO_2 、铁锈斑等。其配制方法为:称取 10 g 草酸或 1 g 盐酸羟胺溶于 100 mL 20% 的 HCl 溶液中。一般用草酸,因为草酸便宜。

5. HNO_3 -乙醇洗液

HNO_3 -乙醇洗液适合于洗涤油脂或有机物沾污的酸式滴定管。使用时先在滴定管中加入 3 mL 乙醇,沿壁加入 4 mL 浓 HNO_3 ,用小滴帽盖住滴定管管口,让溶液在管中保留一段时间,利用反应所产生的氧化氮洗涤滴定管,即可除去油污。

6. 有机溶剂洗液

有机溶剂洗液适用于洗涤被油脂或有些有机物沾污的器皿。可直接取丙酮、乙醚、苯等使用,也可配成 NaOH 的饱和乙醇溶液使用。

1-2 实验室用水的规格、制备及其鉴定

1. 实验室用水的规格及技术指标

实验室用水是控制实验质量的一个重要因素,关系到空白值、分析方法的检出限。因此实验人员对用水的级别、规格应当了解。定量分析实验对水的质量要

求较高,不能直接使用自来水或其他天然水,也不是都必须使用最高级别的水,而是应当根据所做实验对水质的要求选择适当规格的实验用水。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—1992],表 1-1 为实验室用水的级别及主要指标。从表中可以看出,纯水并不是不含杂质,只是所含杂质质量极微小而已。

表 1-1 分析实验室用水的级别及主要指标

指标名称	一级	二级	三级
pH 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)($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	—	< 0.08	< 0.4
蒸发残渣 (105 ℃ $\pm$ 2 ℃)($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	—	≤ 1.0	≤ 2.0
吸光度 (254 nm, 1 cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
可溶性硅 (以 SiO_2 计)($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	< 0.01	< 0.02	—

2. 纯水的制备

制备纯水常用以下三种方法。

(1) 蒸馏法

自来水在蒸馏器中加热气化,水蒸气冷凝即得蒸馏水。蒸馏器的材料有铜、玻璃、石英等,其中石英蒸馏器制备的蒸馏水含杂质最少。

蒸馏法能除去水中非挥发性杂质,但不能除去易溶于水的气体。

(2) 离子交换法

离子交换法是应用离子交换树脂分离水中杂质离子的方法,故制得的水称为去离子水。目前多采用阴、阳离子交换树脂的混合床来制备纯水。该法制备水量大、成本低、去离子能力强,但不能除去水中非离子型杂质,而且设备及操作复杂。

(3) 电渗析法

电渗析法是在外电场作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子选择性透过,使杂质离子从水中分离出来的方法。该法不能除掉非离子型杂质,而且去离子能力不如离子交换法。但其再生处理比离子交换柱简单,电渗析器的使用周期比离子交换柱长。好的电渗析器制备的纯水质量可达三级水的水平。

三级水一般采用蒸馏或离子交换来制备。

二级水是将三级水再次蒸馏后制得,可能含有微量的无机、有机或胶态杂质。

一级水是将二级水经进一步处理后制得。如将二级水用石英蒸馏器再次蒸馏,基本上不含有溶解或胶态离子杂质及有机物。

3. 纯水的检验

实验室里检验水的纯度常用下列简易方法。

(1) 阳离子的定性检验

取水样 10 mL 于试管中, 加入 2~3 滴 pH=10 的氨缓冲溶液, 1~2 滴铬黑 T 指示剂, 如水呈现蓝色, 表明无金属阳离子存在, 否则水呈紫红色。

(2) Cl^- 的定性检验

取水样 10 mL, 加入数滴经硝酸酸化的硝酸银溶液, 如出现白色浑浊或有沉淀产生, 表示有 Cl^- 存在。

(3) 电导率测定

以小烧杯盛纯水, 插入光亮的铂电极, 用电导仪测定电导, 电导率为 $1 \times 10^{-4} \sim 2 \times 10^{-4} \text{ s} \cdot \text{m}^{-1}$, 或电阻率为 $0.5 \times 10^4 \sim 1 \times 10^4 \Omega \cdot \text{m}$, 则为一般化学分析用纯水。电阻率大于 $0.5 \times 10^4 \Omega \cdot \text{m}$ 的水用化学法检验不出阴离子或阳离子来。

1-3 试剂及其取用方法

1. 试剂的分类

试剂的规格是以其中所含杂质的多少来划分的, 包括一、二、三级 (四级已很少见) 及生物试剂。一般试剂的规格和适用范围见表 1-2。

表 1-2 一般试剂的规格和适用范围

一般试剂级别	中文名称	英文名称	标签颜色	主要用途
一级	优级纯 (保证试剂)	G. R.	深绿色	精密分析实验
二级	分析纯 (分析试剂)	A. R.	红色	一般分析实验
三级	化学纯	C. P.	蓝色	一般化学实验
生化试剂	生化试剂	B. R.	咖啡色	生物化学实验

此外, 根据特殊的工作目的, 还有一些特殊的纯度标准。例如光谱纯、荧光纯、半导体纯等。取用时应按不同的实验要求选用不同规格的试剂。例如一般无机实验用三级试剂即可, 分析实验则需取用纯度较高的二级甚至一级试剂。

我们应该根据节约的原则, 按照实验的具体要求来选用试剂。不要以为试剂越纯越好。级别不同的试剂价格相差很大, 在要求不是很高的实验中使用高纯度的试剂, 就会造成很大的浪费, 因此分析工作者必须对化学试剂的规格有明确的认识, 做到科学使用化学试剂, 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。

2. 试剂的包装

固体试剂一般装在带胶木塞的广口瓶中, 液体试剂则盛在细口瓶中(或滴瓶中), 见光易分解的试剂(如硝酸银)应装在棕色瓶中, 每一种试剂都贴有标签以表明试剂的名称、浓度、纯度。(实验室分装时, 固体只标明试剂名称, 液体还须标明浓度)。

3. 试剂的取用

固体粉末试剂可用洁净的牛角勺取用, 液体试剂常用量筒量取。为了达到准确的实验结果, 取用试剂时应遵守以下规则, 以保证试剂不受污染和不变质。

①试剂不能与手接触。

②要用洁净的药勺、量筒或滴管取用试剂, 绝对不准用同一种工具同时连续取用多种试剂。取完一种试剂后, 应将工具洗净(药勺要擦干)后, 方可取用另一种试剂。

③试剂取用后一定要将瓶塞盖紧, 不可放错瓶盖和滴管, 用完后将瓶放回原处。

④已取出的试剂不能再放回原试剂瓶内。

4. 试剂的保管

试剂若保管不当, 会变质失效, 不仅造成浪费, 甚至会引起事故。应根据试剂的不同性质采取不同的保管方法。

①一般的单质和无机盐类的固体, 应保存在通风良好、干净、干燥的房间里, 以防止被水分、灰尘和其他物质污染。

②吸水性强的试剂, 如无水碳酸盐、苛性钠、 Na_2O_2 等应严格密封(应该蜡封)。

③见光会分解的试剂, 如 H_2O_2 、 AgNO_3 、 KMnO_4 、 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 、 Na_2BiO_3 等; 与空气接触易被氧化的试剂, 如 SnCl_2 、 FeSO_4 、 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 、 Na_2SO_3 等; 以及易挥发的试剂如 Br_2 、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 及乙醇等, 应放在棕色瓶内并置于冷暗处。

④容易侵蚀玻璃而影响试剂纯度的试剂, 如 HF 、含氟盐(KF 、 NaF) 和苛性碱(KOH 、 NaOH) 等, 应保存在聚乙烯塑料瓶或涂有石蜡的玻璃瓶中。

⑤易燃的试剂, 如乙醇、乙醚、苯、丙酮; 易爆炸的试剂, 如 HClO_4 、 H_2O_2 、硝基化合物, 应分开贮存在阴凉通风、不受阳光直射的地方。

⑥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。

⑦剧毒试剂, 如氰化物、 HgCl_2 、 As_2O_3 (砒霜) 等, 要特别注意由专人妥善保管, 应严格按一定手续取用, 认真做好取用记录, 以免发生事故。极易挥发并有毒的试剂可放在通风橱内, 当室内温度较高时, 可放在冷藏室内保存。

⑧金属钠、钾：通常应保存在煤油中，放在阴凉处，使用时先在煤油中切割成小块，再用镊子夹取，并用滤纸把煤油吸干，切勿与皮肤接触，以免烧伤，未用完的金属碎屑不能乱丢，可加少量酒精，令其缓慢反应掉。

⑨使用前，要认清标签。取用时，不可将瓶盖随意乱放，应将瓶盖反放在干净的地方。固体试剂应用干净的牛角勺取用、用完后立即将牛角勺洗净，晾干备用。液体试剂一般用量筒取用。倒试剂时，标签朝上，不要将试剂泼洒在外，多余的试剂不应倒回试剂瓶内，取完试剂随手将瓶盖盖好，切不可张冠李戴，以防沾污。

⑩装盛试剂的试剂瓶都应贴上标签，写明试剂的名称、规格、日期等。不可在试剂瓶内装入和标签不符的试剂，以免造成差错。标签脱落的试剂，在未查明前不可使用。

⑪使用溶液前，应将试剂充分摇匀。

5. 试剂溶液的配制

配制试剂溶液时，首先根据所配制试剂纯度的要求，选用不同等级试剂，再根据配制溶液的浓度和体积，计算出试剂的用量。经称量后的试剂置于烧杯中加入少量水，搅拌溶解，必要时可加热促使其溶解，再加水至所需的体积，摇匀，即得所配制的溶液。

用液态试剂或浓溶液稀释成一定浓度的稀溶液时，需先计量试剂或浓溶液的体积，再量取其体积，加入所需量的水搅拌均匀即成。

配制饱和溶液时，所用试剂量应稍多于计算量，加热使之溶解、冷却，待结晶析出后再用。

配制易水解的盐溶液时，应将这些盐先用相应的酸溶液〔如溶解 SbCl_3 、 $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ 等时〕或碱溶液（如溶解 Na_2S 等时）溶解，以抑制其水解。

配制易氧化的盐溶液时，不仅需要酸化溶液，还需加入相应的纯金属，使溶液稳定。例如，配制 FeSO_4 、 SnCl_2 溶液时，需分别加入金属 Fe 、金属 Sn 。

对于经常大量使用的溶液，可预先配制出比预定浓度约大 10 倍的贮备液，使用时再稀释。

配制好的溶液盛装在试剂瓶或滴瓶中，摇匀后贴上标签，标明溶液名称、浓度和配制日期。

分析化学实验室中常用试剂溶液、常用指示剂溶液以及缓冲溶液的配制方法可参见书后附录。

6. 试剂的取用

(1) 液体试剂的取用

①平顶瓶塞试剂瓶中试剂的取用。从平顶瓶塞试剂瓶取用试剂的方法如图

1-1所示,取下瓶塞把它仰放在台上,用左手的拇指、食指和中指拿住容器(如试管、量筒等),右手拿起试剂瓶,注意使试剂瓶上的标签对着手心,慢慢倒出所需要量的试剂。倒完后,应该将试剂瓶口在容器上靠一下后再将瓶子竖直,以避免遗留在瓶口的溶液从瓶口流到瓶子外壁。倒完试剂后瓶塞必须立刻盖在原来的试剂瓶上,把试剂瓶放回原处,并使瓶上的标签朝外。

②滴瓶中试剂的取用。从滴瓶中取用少量试剂时,先提起滴管,使管口离开液面,用手指捏紧滴管上部的橡皮头赶出滴管中的空气,然后把滴管伸入溶液中,放开手指吸入溶液,再提起滴管,将试剂滴入试管或烧杯中。使用滴瓶时,必须注意:将试剂滴入试管中时,必须将滴管悬空放在靠近试管口的上方,然后挤捏橡皮头,使试剂滴入试管中(图 1-2)。绝对禁止将滴管伸入试管中滴加溶液,否则滴管的管尖将很容易碰到试管内壁上黏附的其他溶液而被沾污,进而污染滴瓶内的试剂。使用时滴管的管口勿朝上,以防滴管内的溶液流入橡皮头内与橡皮发生作用,腐蚀橡皮头并沾污滴瓶内的溶液。

滴瓶上的滴管只能专用,使用后应立即将滴管插回原来的滴瓶中。一旦插错了滴管,必须将该滴瓶中的试剂全部倒掉,洗净滴瓶及滴管,重新装入纯净的试剂。

(2) 固体试剂的取用

固体试剂一般都用原瓶自带的药匙取用。药匙用牛角、塑料或不锈钢制成,两端分别为大小两个匙,取大量固体时用大匙,取少量固体时用小匙。药匙必须保持干燥洁净,且专匙专用。固体试剂取用后应立即盖严瓶塞,放回原处。

称取一定质量的固体试剂时,可把固体试剂放在干净的称量纸或表面皿上,再根据要求在台秤或分析天平上进行称量。具有腐蚀性或易潮解的固体不能放在纸上,而应放在玻璃容器(小烧杯或表面皿)内进行称量。

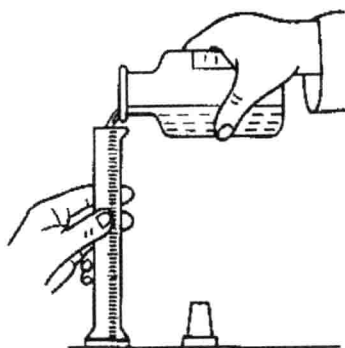


图 1-1 从平顶瓶塞试剂瓶中
取用试剂的操作法

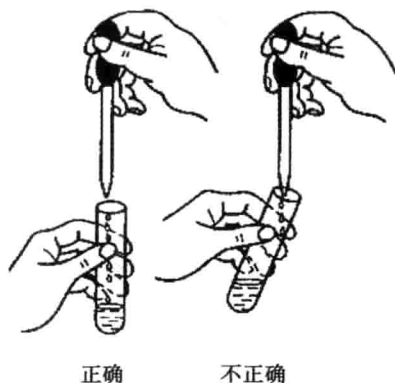


图 1-2 用滴管将试液加入试管中

1-4 试纸和滤纸的使用

1. 试纸

实验室中经常使用试纸来定性检验一些溶液的性质（酸碱性）或某些物质（气体）是否存在，操作简单，使用方便。

(1) 试纸的种类

实验室中常用的试纸有石蕊试纸、pH 试纸、 $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 试纸和 KI-淀粉试纸等。

①石蕊试纸用于检验溶液的酸碱性，有红色石蕊试纸和蓝色石蕊试纸两种。红色石蕊试纸用于检验碱，它遇碱变成蓝色；蓝色石蕊试纸用于检验酸，它遇酸变成红色。

②pH 试纸用于检验溶液的 pH。一般分为广泛 pH 试纸和精密 pH 试纸。

广泛 pH 试纸：其变色范围在 $\text{pH}=1\sim 14$ ，用来粗略检验溶液的 pH。

精密 pH 试纸：可用于较精密地检验溶液的 pH。有很多种不同的变色范围，如变色范围为 $\text{pH}2.7\sim 4.7$ ， $3.8\sim 5.4$ ， $5.4\sim 7.0$ ， $6.9\sim 8.4$ ， $8.2\sim 10.0$ ， $9.5\sim 13.0$ 等。

③ $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 试纸用于定性地检验反应中是否有 H_2S 气体产生（即溶液中是否有 S^{2-} 存在）。 $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 试纸在实验室中可以自制，在滤纸条上滴数滴 $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 溶液，晾干后即成。

$\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 试纸使用时要先用去离子水润湿。待测溶液如含有 S^{2-} ，则在酸化后将生成 H_2S 气体逸出，遇到 $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 试纸，与试纸上的 $\text{Pb}(\text{Ac})_2$ 反应生成黑色的 PbS 沉淀，试纸呈黑褐色并有金属光泽。有时试纸颜色变化虽较浅，但一定有金属光泽。



④KI-淀粉试纸用于定性地检验氧化性气体（如 Cl_2 、 Br_2 等）。使用时要先用去离子水将试纸润湿，氧化性气体溶于试纸上的水中后，将 I^- 氧化为 I_2 ，如



I_2 立即与试纸上的淀粉作用，试纸变为蓝紫色。要注意的是，如果氧化性气体的氧化性很强（如 Cl_2 ），且气体量又很大，则有可能将 I_2 继续氧化成无色的 IO_3^- ，而使试纸又褪色，这时不要误认为试纸没有变色而得出错误的结论。

(2) 试纸的使用

使用 pH 试纸和石蕊试纸时，先将试纸剪成小块，分放在干燥清洁的点滴板或表面皿上，用沾有待测溶液的玻璃棒点触试纸的中部，试纸即被待测溶液润湿而变色。不要将待测溶液滴在试纸上，更不要将试纸泡在待测溶液中。将变色的