



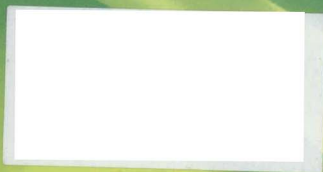
高等院校化学化工类专业系列教材

Analytical Chemistry Experiment

分析化学实验

■ 主 编 应 敏

副主编 郭伟强 郭智勇 王 邃
夏静芬 应丽艳



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

Chem

高等院校化学化工类专业系列教材

Analytical Chemistry Experiment

分析化学实验

■主 编 应 敏

副主编 郭伟强 郭智勇 王 邃

夏静芬 应丽艳



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验 / 应敏主编. —杭州: 浙江大学出版社, 2015. 3

ISBN 978-7-308-14336-3

I. ①分… II. ①应… III. ①分析化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①O652.1-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 008660 号

内容提要

本实验教材共 10 章。前三章为分析化学实验概论,包括误差、数据处理及质量保证,样品采集和预处理,主要介绍分析化学实验的基础知识。后七章为化学分析实验和仪器分析实验,包括滴定和重量分析法,光谱分析法,色谱分析法,电化学分析法,MS 与其他仪器联用分析法,其他仪器分析实验和综合设计性实验。实验设计强化学生基本操作技能训练,体现实用性、先进性;正文边栏设置延伸内容和思考题,实验中部分内容要求学生查阅资料或计算,以便激发学生学习兴趣,并督促学生真正做到实验预习。

本书可作为应用型本科学校化学、化工、生物、环境、食品等相关专业学生的实验课教材,也可供相关企事业单位的专业技术人员参考。

分析化学实验

主 编 应 敏

副主编 郭伟强 郭智勇 王 邃 夏静芬 应丽艳

责任编辑 樊晓燕(fxy@zju.edu.cn)

封面设计 刘依群

出版发行 浙江大学出版社

(杭州市天目山路 148 号 邮政编码 310007)

(网址: <http://www.zjupress.com>)

排 版 杭州中大图文设计有限公司

印 刷 临安曙光印务有限公司

开 本 787mm×1092mm 1/16

印 张 15

字 数 365 千

版 次 2015 年 3 月第 1 版 2015 年 3 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-308-14336-3

定 价 30.00 元

版权所有 翻印必究 印装差错 负责调换

浙江大学出版社发行部联系方式: 0571-88925591; <http://zjdxbs.tmall.com>

前 言

本教材是在浙江省高等学校化学与化工(医药)教学指导委员会的统一规划和资助下编写的,适用于应用型本科院校生物、环境、食品、药品、化学、化工等相关专业的“分析化学”课程实验教学。本教材共 10 章,第 1 章至第 3 章分别为分析化学实验概论,误差、数据处理及质量保证,样品采集和预处理,主要介绍分析化学实验必备的基础知识;第 4 章至第 9 章为化学分析和仪器分析实验,设置了 35 个实验项目,内容涵盖滴定和重量分析法、光谱分析法、色谱分析法、电化学分析法、MS 与其他仪器的联用技术和其他仪器分析方法等,每个实验项目均反映该类分析方法的主要技术特点及选用仪器的主要应用,不同专业和不同层次的学生可以根据实际需要选做;第 10 章为综合设计性实验,设置了 4 个实验项目,要求学生综合运用分析化学的实验技术,自行设计实验方案,完成较复杂样品的分析。

本教材的实验设计在强化学生基本的化学分析操作技能和综合设计能力训练的基础上,力求在以下几个方面有所创新:

1. 先进性

在基础知识部分增加分析数据质量保证、计量认证以及分析化学实验数据的计算机处理等内容;在实验技术部分压缩化学分析内容,增加仪器分析联用技术实验和综合设计性实验。

2. 应用性

结合专业组织实验内容,大部分实验内容与环境、食品、药品、生物等专业有关,这样既有利于教学内容与专业相结合,也便于学生了解分析化学实验与专业的关系,体现培养应用型人才和基础课程为后续专业课程服务的特色。

3. 学生主体性

在具体的实验步骤之前给出实验流程,有利于学生从整体上把握实验内容;正文边栏设置延伸内容和思考题;实验中部分内容要求学生查阅资料或计算,督促学生真正做到实验预习,并激发学生的学习兴趣。

参加本书编写的有：总体安排与审核定稿由浙江万里学院应敏负责；第1章由宁波大学郭智勇、王遂编写；第2章由浙江大学宁波理工学院应丽艳编写；第3章由浙江大学郭伟强和浙江万里学院夏静芬编写；第4章由浙江万里学院唐力编写；第5章由浙江万里学院林建原编写，其中实验9由浙江理工大学朱海霖编写，实验11和实验14由郭智勇、王遂编写；第6章由应丽艳编写，其中实验18由郭伟强编写，实验20由浙江理工大学朱海霖编写；第7章由郭智勇、王遂编写；第8章由郭伟强编写，其中实验28由夏静芬编写，实验29和实验30由朱海霖编写；第9章实验31和实验33由夏静芬编写，实验32由郭智勇编写，实验34由郭伟强编写，实验35由朱海霖编写；第10章实验36和实验38由夏静芬编写，实验37由浙江海洋学院欧阳小昆编写，实验39由朱海霖编写。

由于编者学识水平有限，书中错误和不足之处在所难免，恳请读者批评指正。

编者

2015年2月

目 录

第 1 章 分析化学实验概论	1
1.1 分析化学实验的任务和要求	1
1.1.1 主要教学任务	1
1.1.2 主要教学要求	2
1.2 分析化学实验室基础知识	3
1.2.1 分析化学实验室规则	3
1.2.2 分析化学实验用水、试剂规格及使用	4
1.2.3 分析化学溶液配制及浓度表示	6
1.2.4 常用玻璃仪器的洗涤和干燥	7
1.2.5 分析化学实验室三废处理	10
1.2.6 分析化学实验室常见事故的处理	11
第 2 章 误差、数据处理及质量保证	12
2.1 误差和数据处理	12
2.1.1 误差的相关概念	12
2.1.2 数据处理	14
2.2 分析化学研究中常用的计算机程序	16
2.2.1 Microsoft Excel 软件	17
2.2.2 Origin 软件	18
2.2.3 SPSS 软件	19
【拓展知识】质量保证	21
第 3 章 样品的采集和预处理	26
3.1 样品的采集	26
3.1.1 气体样品的采集	26
3.1.2 液体样品的采集	27
3.1.3 固体样品的采集与制备	28

3.2 样品的预处理	29
3.2.1 无机成分分析的样品预处理方法	29
3.2.2 有机成分分析的样品预处理方法	32
【拓展知识】几种样品预处理新技术	37
第4章 滴定和重量分析法	39
4.1 物质的称量	39
4.1.1 电子天平	39
4.1.2 指定质量称量法	40
4.1.3 差减称量法	40
4.1.4 直接称量法	40
4.2 滴定分析仪器及其基本操作	41
4.2.1 滴定管	41
4.2.2 移液管和吸量管	42
4.2.3 容量瓶	43
4.3 容量器皿的校准	44
4.3.1 称量法	45
4.3.2 相对校准法	46
4.4 化学分析法实验	47
实验1 工业纯碱的含量分析	47
实验2 阿司匹林药片中乙酰水杨酸含量的测定	52
实验3 水样化学需氧量的测定	56
实验4 碘量法测定葡萄糖的含量	61
实验5 自来水总硬度和钙镁离子含量的测定	66
实验6 海水中氯离子含量的测定	71
实验7 氯化钡中钡含量的测定	76
【拓展知识】非水滴定	79
第5章 光谱分析法	80
5.1 光谱分析法的基本原理	80
5.2 光谱仪器的结构和基本操作	81
5.3 光谱分析实验项目	82
实验8 ICP-AES测定血清中微量元素铜、铅和锌	83
实验9 氢化物—原子荧光光谱法测定海产品中总砷的含量	86
实验10 原子吸收光谱法测定人发中金属元素的含量	90
实验11 冷原子吸收分光光度法测定涂料中痕量汞	94

实验 12	分光光度计性能检测及 $K_2Cr_2O_7$ 和 $KMnO_4$ 混合物含量的测定	98
实验 13	紫外差值分光光度法测定废水中微量苯酚	102
实验 14	荧光分光光度法测定果蔬中的核黄素 VB_2	104
实验 15	红外光谱法测定苯甲酸的结构	109
【拓展知识】	流动注射—原子吸收光谱法测定血清中的硒	111
第 6 章	色谱分析法	115
6.1	色谱分析法的基本原理	115
6.2	色谱仪器的结构和基本操作	116
6.3	色谱分析法实验	118
实验 16	气相色谱分离条件的选择和色谱柱性能的评价	118
实验 17	气相色谱法测定食品中的六六六、滴滴涕残留量	121
实验 18	室内空气中 TVOC 的测定	125
实验 19	反相高效液相色谱法测定水果中的有机酸含量	130
实验 20	高效液相色谱法测定化妆品中的邻苯二甲酸酯	134
实验 21	离子色谱法测定水样中常见阴离子的含量	138
【拓展实验】	啤酒中一价阳离子的定量分析	142
第 7 章	电化学分析法	145
7.1	电化学分析法的基本原理	145
7.2	电化学分析仪器的结构和基本操作	146
7.3	电化学分析实验项目	147
实验 22	氟离子选择性电极法测定茶叶中氟含量	148
实验 23	电位滴定法测定食醋的总酸含量和醋酸的解离常数	151
实验 24	库仑滴定法测定果珍(或果汁)中维生素 C 含量	156
实验 25	直接电导法测定水质纯度	159
实验 26	阳极溶出伏安法测定水中铅和镉	163
实验 27	循环伏安法研究电极反应过程	166
【拓展实验】	甲胎蛋白电化学免疫传感器的制备与应用	170
第 8 章	质谱与其他仪器联用分析法	176
8.1	质谱分析法的基本原理	176
8.2	质谱仪的结构	177
8.2.1	质谱单元	177
8.2.2	接口装置	178
8.3	质谱与其他仪器联用实验	180

实验 28	气相色谱—质谱法定量测定可乐饮料中的咖啡因	180
实验 29	液相色谱—质谱/质谱法测定减肥类保健食品中盐酸西布曲明的含量 ...	184
实验 30	电感耦合等离子体质谱法测定中药材中砷、汞、铅、镉的含量	187
第 9 章	其他仪器分析实验	193
实验 31	核磁共振波谱法测定未知物的结构	193
实验 32	X 射线粉末衍射法测定二氧化钛晶型	195
实验 33	五水硫酸铜的综合热分析	200
实验 34	元素分析法测定有机化合物组成及分子式	204
实验 35	蚕丝丝素蛋白中的氨基酸分析	207
第 10 章	综合设计性实验	211
10.1	综合设计性实验概述	211
10.1.1	综合设计性实验的目的	211
10.1.2	综合设计性实验的要求和过程	211
10.1.3	综合设计性实验报告格式	212
10.2	综合设计性实验项目	212
实验 36	地表水中污染物的分析	212
实验 37	海产品中砷的形态分析	214
实验 38	珍珠粉和贝壳粉的鉴别	215
实验 39	奶粉的质量鉴定	216
参考答案		218
参考资料		229

第1章 分析化学实验概论

化学是一门以实验为主的科学。分析化学作为化学的一个分支,综合运用多种实验手段、方法和仪器,完成定性、定量、结构和形态分析的任务,从而解决物质体系构成和性质的问题。随着现代科学技术的发展,各个学科门类愈加交叉融合,分析化学已不仅仅为化学学科服务,而是成为整个现代生产、生活和科学研究的基础性学科之一,尤其是环境监测、食品安全、商品检验、工业分析、生物医药、材料测试、地矿勘探等领域,无一不是建立在分析化学实验基础之上的。

1.1 分析化学实验的任务和要求

分析化学实验实践性很强,通过分析化学实验课程的教学,学生不仅应正确掌握分析化学实验的基本知识、实验技能与基本操作,还要对分析化学的重要理论和概念有进一步的验证、巩固和深入理解,更重要的是要培养独立操作、观察记录、分析归纳、撰写报告和解决问题等多方面的能力,培养严谨的工作态度与良好的工作习惯,这也是将来从事包括科学研究在内的任何工作的基本能力和必备素养。

1.1.1 主要教学任务

(1)使学生正确、熟练地掌握分析化学实验的基本操作技能和典型的分析方法,了解常见分析仪器的基本原理和构成、主要参数或实验条件的选择与设定、设备的简单维护和应用。

(2)使学生加深对理论知识的理解和应用,树立准确的“量”的概念,学会正确地选择分析方法和仪器,培养学生运用理论知识指导实验的能力,培养学生敢于质疑、勇于探究的意识。

(3)通过综合设计性实验的训练,使学生在信息资料收集与整理、数据记录与分析、问题提出与证明、观点表达与讨论等方面得到训练,提高其独立思考和工作的能力,培养其创新意识和能力。

(4)培养学生严谨的科学态度、实事求是的工作习惯和一丝不苟的科学作风。

1.1.2 主要教学要求

为了完成上述教学任务,学生必须有正确的学习态度和良好的学习方法,需要做到:

1. 实验预习

受到实际教学的客观条件限制(例如大型分析仪器数量少,只能采取轮转方式进行),实验安排与理论课内容常常不能同步进行。在这种情况下,实验预习非常重要。要求学生认真预习实验教材、理论教材和参考资料,明确实验目的与要求,理解实验原理,弄清操作步骤和注意事项,在记录本上拟定好实验方案和操作步骤(对综合性和设计性实验写出设计方案),查阅并记录好相关化学物质的性质和理化常数,拟定好计算公式和数据记录格式,详细阅读仪器使用说明书等。

在此基础上写出简明扼要的预习报告(不要简单照抄!)。具体内容及要求有:

(1)实验目的和要求,实验原理和反应方程式,仪器和装置的名称及性能,溶液的浓度及配制,主要化学物质的理化常数,主要试剂的规格用量,等等。

(2)根据实验内容用自己的语言正确地写出简明的实验步骤,关键之处应加以注明。

(3)根据实验项目的具体内容,设计好相应的数据记录空白表格。

(4)对于难以理解的实验原理和实验步骤(包括安全问题和导致实验失败的因素等),通过查找理论课教材给出尽可能正确的解释。

(5)对于涉及样品采集和前处理的实验,要充分了解相关技术手段和方法。

2. 实验过程

(1)实验开始前先清点仪器设备,在实验中遵守仪器使用规范,若有破损或故障,应立即报告教师处理。

(2)实验时应保持肃静,集中精力,认真操作,仔细观察实验,及时并如实地将实验现象、实验数据与分析结果记录在专门的记录本上(不能随意写在纸条或其他地方!)。记录必须做到简明、扼要、字迹整洁(不可随意涂改!)。如果发现实验现象和预期不符或其他问题,应认真检查原因,积极思考问题,如果自己实在难以解释或排除问题,可提请教师帮助妥善处理。

(3)实验时严守操作规程,保证实验安全,做到操作正确无误。严格遵守分析化学实验室规则(详见本章 1.2.1 分析化学实验室规则)。实验记录交由教师审阅批准后方可离开。

3. 实验报告

实验报告不仅是实验全过程的忠实记录,更要通过科学合理的数

据分析与计算,以及结果讨论与总结,从而对科学研究过程有更好的认识,最终实现学生综合素质的全面提高。因此,实验结束后,应及时完成实验报告,交指导教师批阅。实验报告应该写得简明扼要,切忌简单照抄教材或讲义中的内容。实验报告一般包括下列几个部分:

- (1)实验基本信息,包括实验名称、实验日期、实验目的和要求等。
- (2)简明的实验原理。
- (3)主要实验仪器的类型与型号,主要试剂的规格和产地。
- (4)主要实验步骤或主要实验条件和实验现象,尽量用简图、表格,或以化学式、符号等表示。
- (5)数据记录和数据处理。要忠于原始记录,不得涂改数据,所列实验数据要符合有效数字的表示方式。表达要简明正确,符合逻辑,有条理性,必要时附上应有的图表。
- (6)结果和讨论。根据实验的现象或数据进行分析、解释,得出正确的结论,并进行相关的讨论,或将计算结果与理论值进行比较,分析误差的原因。
- (7)解答实验项目后面的思考题或习题。

注 对实验结果的分析与讨论是实验报告的重要部分,其内容虽无固定模式,但是可涉及诸如对实验原理的进一步深化理解、做好实验的关键、失败的教训及自己的体会、实验现象的分析和解释、结果的误差分析以及对该实验的改进意见等各个方面,以上内容学生可就其中体会较深者讨论一项或几项。

1.2 分析化学实验室基础知识

1.2.1 分析化学实验室规则

进行化学实验会接触许多有一定危险的、具有毒害性的化学试剂和易于损坏的仪器设备,如果不按照使用规则进行操作就可能发生各种事故,因此,人人都必须严格遵守相关规则。

(1)实验室不能穿着拖鞋、短裤或裙子,应穿着白大褂,长发应扎好,不可佩戴隐形眼镜。

(2)准时进入实验室,实验过程中应自始至终保持安静,不得进行任何与实验无关的内容,严格禁止吸烟、饮食和使用手机等。实验过程中一般应站立操作,接触过实验药品后以及离开实验室之前要及时洗手。

(3)熟悉实验室环境,熟悉洗眼器、喷淋装置、电源总闸等安全装置的位置,严格遵守实验室的安全守则、化学实验基本操作规定中的试剂使用方法及安全注意事项。实验室里所有的物品(包括药品、仪器、产品等)不得携出室外。绝对不允许随意混合各种化学药品。用剩的药品、回收的溶剂及各种废弃物均应分别放在指定地点,以免造成环境污染甚至安全事故。

(4)实验过程中要集中精力,不得擅自离开实验岗位,严格按操作

规范进行每一步实验,仔细观察实验进行的情况并及时做好记录,尊重实验结果。

(5)虚心听取教师的指导,不得随意改变实验步骤和方法,严格按照教材规定的步骤、仪器及试剂的用量和规格进行实验。若要以新的路线和方法进行实验,应征得教师的同意。实验过程中若出现错误,不能随意结束实验,应积极主动请教教师,找出一个最佳的解决方案。

(6)一切有毒或有刺激性的实验都应在通风橱内进行,万一发生吸入气体中毒事件,应立即将中毒者抬至室外,解开衣领及纽扣,及时送往医院急救。牢记意外事故发生时的处理方法及应变措施。安全用具和急救药品应放置在方便的地方,且不能移作他用。

(7)确保仪器完好无损,正确安装实验装置,严格遵守操作规程。安装和使用各类玻璃器具时,切忌对玻璃仪器的任何部分施加过度的压力或张力,以免导致玻璃破碎而造成割伤。若有仪器损坏或故障,应立即停止使用,并及时报告指导教师。

(8)保持实验室的清洁卫生,实验器材、仪器及药品不能乱丢乱放,遵守公共实验台药品取用的规定。使用的药品、试剂、水、电、气等都应本着节约的原则,不得浪费。水、电、煤气等一经使用完毕就应立即关闭。实验结束后应及时把仪器洗刷干净,把仪器复原,打扫好实验室卫生,整理公用仪器和药品,检查水、电、煤气及门窗等。确认全部处理完毕后报告教师,在教师再次检查确认后方可离开实验室。

1.2.2 分析化学实验用水、试剂规格及使用

1. 实验室用水

在分析化学实验中,水是最常用的溶剂。分析化学实验对水的质量要求较高,除洗涤外的用水最低要求是三级水(蒸馏水、去离子水或其他纯净水)。应根据实验对水质量的要求合理地选用不同规格的纯水(见表 1-1)。

表 1-1 实验室常用水的级别及主要指标

指标名称	一级	二级	三级
pH 值范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃), $\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1} \leq$	0.1	1.0	5.0
电阻率(25℃), $\text{M}\Omega \cdot \text{cm} \geq$	10	1.0	0.2
吸光度(254nm, 1cm 光程) $\leq$	0.001	0.01	—
二氧化硅, $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1} \leq$	0.02	0.05	—
用途或特点	基本上不含溶解或胶态离子杂质及有机质	可含有微量无机有机或胶态杂质	适用于一般实验室工作

注 二级水一般由三级水经过超纯水机或在亚沸石英蒸馏器中再次蒸馏得到,也常称作二次水或亚沸水。三级水过去多采用蒸馏(用铜质或玻璃蒸馏装置)的方法制备,故通常称为蒸馏水。蒸馏法设备成本低,操作简单,但能量消耗大,只能除去水中非挥发性杂质,不能完全除去水中溶解的气体杂质。目前多改为离子交换法、电渗析法或反渗透法制备。

2. 实验室试剂规格

化学试剂产品种类繁多,有分析试剂、仪器分析专用试剂、指示剂、生化试剂、电子工业专用试剂等,随着科学技术和生产的发展,新的试剂种类还将不断产生,但现在还没有统一的分类标准。一般将化学试剂分为标准试剂、一般试剂、高纯试剂、专用试剂四大类。其中一般试剂又常分为:(1)一级,保证试剂(或称优级纯),纯度最高,适用于最精密的分析研究,绿色标签;(2)二级,分析纯,纯度较高,适用于精确的微量分析,为分析实验室广泛应用,红色标签;(3)三级,化学纯,纯度略低,适用于一般微量分析和要求不高的工业分析和快速分析,蓝色标签;(4)四级,实验试剂,纯度较低但高于工业用试剂,适用于一般的定性检验,棕色或黄色标签;(5)生物试剂,咖啡色或黄色标签。

通常来说试剂等级越高其使用成本越高,在实际工作中,并不是使用的试剂越昂贵越好。根据实验的目的和要求,选择合适等级的试剂是每一位分析工作者必须考虑的事情。总的原则是:在满足实验目的和要求的条件下,尽量选用安全性高、价格便宜、使用量小的试剂。在一般分析工作中,通常使用分析纯试剂即可。

注意:(1)在实际使用中,若见到没有标明级别的试剂一般作为“化学纯”使用,必要时进行提纯处理。(2)生物化学中使用的特殊试剂的纯度表示和普通化学中一般试剂的表示方法不同,例如酶以活力表示、蛋白质类试剂以含量表示。

3. 实验室试剂取用

试剂在使用和存放过程中要保持清洁,防止污染或变质。氧化剂、还原剂必须密封、避光存放。易挥发及低沸点试剂应低温存放,易燃易爆试剂要有安全措施,剧毒试剂和易制毒品及其他国家管控药品要专门保管。试剂标签不清洁或脱落应该及时重新粘好。对于已经无法辨认的药品应按照三废处理要求进行适当处理。

取用试剂药品前,应看清标签。瓶塞应反放在实验台上或置于清洁表面皿上,不可将其横置桌上以免沾污。不能用手接触化学试剂。应根据用量取用试剂,多取的试剂不允许倒回原试剂瓶,可放在指定的容器中供他人使用。取完试剂后,一定要把瓶塞盖严,不能将瓶盖盖错。用后把试剂放回原处,以保持实验台整齐干净。

(1) 固体试剂的取用

1)要用清洁、干燥的药匙取试剂。应专匙专用,用过的药匙必须洗净擦干后才能再使用。

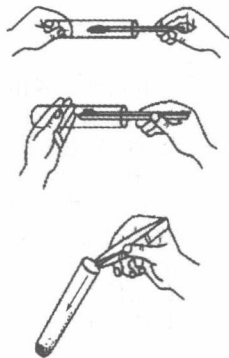
2)要求取用一定质量的固体试剂时,可把固体放在干燥的称量纸上称量。具有腐蚀性或易潮解的固体应放在表面皿上或称量瓶内称量。

注

1. 标准试剂:标准试剂是用于衡量其他(欲测)物质化学量的标准物质。国际纯粹化学与应用化学联合会将标准试剂分为ABCDE 五级,我国将相当于国际 C 级和 D 级的试剂称为基准试剂。2. 高纯试剂:高纯试剂的特点是杂质含量低(比优级纯或基准试剂都低),主体含量一般与优级纯试剂相当,而且规定检测的杂质项目比同种优级纯或基准试剂多 1~2 倍。3. 专用试剂:专用试剂是指具有特殊用途的试剂,例如色谱纯试剂、光谱纯试剂、核磁共振分析用试剂等。

注

常用固体和液体试剂取用手势举例:



固体试剂取用



3) 固体的颗粒较大时,可在清洁干燥的研钵中研碎。研钵中所盛固体的量不要超过研钵容量的 $1/3$ 。

(2) 液体试剂的取用

1) 从滴瓶或试剂瓶中取用液体试剂时,要用专用滴管,绝不能随意污染。装有药品的滴管不得横置或滴管口向上斜放,以免液体流入滴管的橡皮头中。

2) 从细口瓶中取用液体试剂时,手握住试剂瓶上贴标签的一面,逐渐倾斜瓶子,让试剂沿着洁净的试管壁流入试管或沿着洁净的玻璃棒注入烧杯中。注出所需量后,将试剂瓶口在容器壁上靠一下,再逐渐竖起瓶子,以免遗留在瓶口的液滴流到瓶的外壁。

3) 在取用不需要准确用量的试剂时,应学会估计取用药品的量。例如:胶头滴管和滴定管的一滴约为 0.05mL ,估算出用滴管取用液体试剂, 1mL 大约相当多少滴等。

4) 量取体积要求不高时用量筒,要求准确体积时则用移液管。量取液体时,使视线与量筒或移液管内液体的弯月面的最低处保持水平,偏高或偏低都会读不准刻度而造成误差。

1.2.3 分析化学溶液配制及浓度表示

分析化学实验中通常不指明溶剂的溶液即为由蒸馏水配制的水溶液。溶液可划分为两大类:一类为只具有大致浓度的非标准溶液,主要为分析化学实验所用的辅助试剂(如指示剂、沉淀剂、洗涤剂、显色剂等);一类为有准确浓度的标准溶液。

1. 溶液配制

(1) 非标准溶液的配制

非标准溶液的浓度常用比例浓度或百分比浓度表示。视实验要求,用台秤称取合适量的固体试剂或用量筒量取适量的液体试剂,溶于适量水中(注意溶解过程的安全性!),稀释至所需体积,转移入试剂瓶,贴上标签,注明溶液的名称、浓度及配制日期,摇匀备用。

(2) 标准溶液的配制

标准溶液主要有两种配制方法:

1) 直接法:准确称取一定量的基准试剂,溶解后再定量转移入容量瓶,用水稀释至刻度。根据试剂的质量和容量瓶的体积,即可计算溶液的准确浓度。

2) 间接法:只有少数试剂符合基准试剂的要求,所以大部分标准溶液不能用直接法来配制。间接法是先将溶液配成所需的大致浓度,然后用另一基准试剂或标准溶液来测定它的浓度(亦称为标定)。

例如, HCl 溶液的浓度可用硼砂作为基准物质进行标定,也可以用标准 NaOH 溶液来标定。用已知准确浓度的标准溶液来标定,方法简

注

配制标准溶液用的基准试剂必须:
①纯度高,其杂质含量一般不超过 0.02% ;②物质的组成与化学式完全符合(包括结晶水);③在一定的条件下,物理、化学性质稳定。

单,但精确度不及用基准试剂标定的高。因为在确定标准溶液浓度时,已存在误差,再进行标定时又引入误差,误差经传递与积累,对结果的影响较大。因此标定应尽可能采用基准试剂。

2. 浓度表示

不同试剂的纯度或浓度的表示方法不尽相同,要注意正确理解其含义。分析化学中常用的浓度表示方法有以下几种:

(1) 比例浓度

比例浓度($V_1 : V_2$,或写作 $V_1 + V_2$)亦称体积比浓度,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 V_1 表示浓试剂的体积, V_2 表示溶剂(通常是水)的体积。例如 1 : 2(或写作 1+2)的 HCl 溶液是由 1 体积市售浓 HCl(约 $12\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)和 2 体积水配制而成。

(2) 百分比浓度

百分比浓度常用于表示定量分析实验中辅助试剂的浓度。常分为:

1) 质量—质量百分比浓度($m/m\%$) = 溶质质量(g)/溶液总质量(g) $\times 100$ 。例如, $98\%(m/m) \text{H}_2\text{SO}_4$ 表示在 100g H_2SO_4 溶液中含有 98g H_2SO_4 。

2) 质量—体积百分比浓度($m/V\%$) = 溶质质量(g)/溶液体积(mL) $\times 100$ 。例如, $20\%(m/V) \text{KI}$ 表示在 100mL KI 溶液中含有 20g KI。

3) 体积—体积百分比浓度($V/V\%$) = 溶质体积(mL)/溶液体积(mL) $\times 100$ 。例如, $10\%(V/V)$ 酒精溶液表示 100mL 溶液中含有 10mL 酒精和 90mL 水。

(3) 物质的量浓度

物质的量浓度($n \cdot V^{-1}$) = 溶质的摩尔数(mol)/溶液体积(L)。是分析化学中标准溶液浓度的最通用表示法。具体单位也常用 $\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}$, $\text{mmol} \cdot \text{mL}^{-1}$ 等。

1.2.4 常用玻璃仪器的洗涤和干燥

对于定量分析而言,最重要的是保证分析结果的准确可靠,因此,分析过程的所有环节都要求最大限度地减少各种可能的不利因素。例如:仪器的洗涤是任何化学实验开始前必须保质保量完成的,对于久置变硬不易洗掉的实验残渣和对玻璃仪器有腐蚀作用的废液,一定要在实验后立即清洗干净。

1. 常用玻璃仪器

(1) 容器类

容器类玻璃仪器包括试管、烧杯、锥形瓶、称量瓶、滴瓶、细口瓶、广

注 浓度表示法过去常用的还有: ppm 表示百万分之一($1/10^6$)份, ppb 表示十亿分之一($1/10^9$)份。现在规范的表示方法为: mg/kg ($\mu\text{g/g}$) 和 $\mu\text{g/kg}$, 大小与 ppm 和 ppb 相同。在痕量或超痕量分析中常用 $\mu\text{g/L}$ 或 ng/L 等。

注 使用玻璃仪器前应认真阅读使用说明和注意事项, 特别注意: ①对容器加热的方法要正确, 以防损坏仪器或导致安全事故; 量器类不可以加热或量取热溶液。②带有磨口玻璃塞的玻璃仪器如容量瓶、试剂瓶、具塞锥形瓶等, 以及酸式滴定管的活塞, 均各自成套, 不能混用。③玻璃仪器一般分棕色、无色两种, 对要求避光的试剂, 要用棕色容器。④量器类玻璃仪器不可以作为实验容器用于溶解、稀释等操作, 也不宜用于长期存放溶液。

注 分析化学实验室
常见玻璃器皿示意图:



口瓶、称量瓶、洗瓶等。

试管: 常温或加热条件下作少量物质反应容器; 收集少量气体; 离心试管主要用于沉淀分离。

烧杯: 常温或加热条件下作大量物质反应容器; 配制溶液; 水浴用器。

锥形瓶: 用于滴定实验, 或普通实验中的气体制备或反应容器。

称量瓶: 分析天平称量干燥试剂时使用。

滴瓶: 用于盛逐滴滴加的试剂, 例如指示剂等。

细口瓶: 保存液体试剂或溶液。

广口瓶: 保存固体试剂。

洗瓶: 蒸馏水瓶, 冲洗玻璃仪器, 用于过滤、定容等。

(2) 量器类

量器类玻璃仪器包括量筒、移液管、吸量管、容量瓶、滴定管等。

量筒: 用于量取一定体积的液体, 对体积的准确性要求不高。

移液管: 用于准确移取固定体积的溶液。

吸量管: 用于准确移取非固定体积的溶液, 又称为分度吸量管或刻度移液管。

容量瓶: 用于配制准确浓度的溶液, 常与移液管配合使用。

滴定管: 在滴定反应中用于准确放出不确定量的液体。滴定管又分为酸式滴定管和碱式滴定管, 前者用于量取对橡胶有腐蚀作用的液体, 后者用于量取对玻璃有腐蚀作用的液体。

2. 常用玻璃仪器的洗涤

通常来说, 仪器上的污物包括尘土及不溶性物质、可溶性物质、有机物和油垢等。

(1) 容器类玻璃仪器的洗涤

对于容器类玻璃仪器的洗涤, 一般步骤如下:

1) 去除里面的废物以后, 用自来水冲净, 再根据污物及器皿本身的化学或物理性质选择水刷洗、去污粉和洗涤剂刷洗、洗液洗、特殊试剂洗涤等。

常用的洗液为铬酸洗液, 其配制方法: 称取 25g 工业用或化学纯重铬酸钾置于烧杯中, 加 50mL 水, 加热并搅拌, 使之溶解, 随即在搅动下缓慢沿玻棒加入约 450mL 工业用浓硫酸, 溶液呈现暗红色, 冷却后保存于磨口塞密封的玻璃瓶中备用。铬酸洗液具有强氧化性和强酸性, 适于洗去无机物和某些有机物。也可以用俗称“王水”的 1+3 浓硝酸和浓盐酸代替, 但由于“王水”需要现用现配, 使用不太方便。

部分特殊洗涤剂: ① 1+2 的盐酸—乙醇洗液主要用于洗涤被染色的吸收池、比色管、吸量管等。② 1+1 盐酸—水可洗去多种金属氧化物及金属离子。③ 氢氧化钠—乙醇洗液主要用于洗去油污及某些有机