

高等师范院校教材

# 分析化学实验

(第二版)

王彤 段春生 修订



高等教育出版社  
HIGHER EDUCATION PRESS

高等师范院校教材

# 分析化学实验

FENXI HUAXUE SHIYAN

(第二版)

王彤 段春生 修订



高等教育出版社·北京  
HIGHER EDUCATION PRESS BEIJING

## 内容提要

本书是普通高等教育“九五”国家级重点教材《分析化学》配套教材《分析化学实验》的修订版。修订版对原版中陈旧的内容作了更新,并增加了一章综合性实验和设计性实验。全书包括定性分析、滴定分析、重量分析、分光光度分析、综合性实验和设计性实验5部分,共37个实验供任课教师选用。

本书可作为高等师范院校化学专业本科生或专科生的分析化学基础实验课教材,也可供其他理工院校相关专业选用。

## 图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验 / 王彤, 段春生修订. — 2版. — 北京: 高等教育出版社, 2013.6

ISBN 978-7-04-037425-4

I. ①分… II. ①王… ②段… 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(2013)第118924号

策划编辑 殷英  
插图绘制 尹文军

责任编辑 殷英  
责任校对 刘丽娟

封面设计 张志  
责任印制 刘思涵

版式设计 范晓红

出版发行 高等教育出版社  
社 址 北京市西城区德外大街4号  
邮政编码 100120  
印 刷 山东省高唐印刷有限责任公司  
开 本 787mm×960mm 1/16  
印 张 9  
字 数 160千字  
购书热线 010-58581118  
咨询电话 400-810-0598

网 址 <http://www.hep.edu.cn>  
<http://www.hep.com.cn>  
网上订购 <http://www.landaco.com>  
<http://www.landaco.com.cn>  
版 次 2002年9月第1版  
2013年6月第2版  
印 次 2013年6月第1次印刷  
定 价 13.90元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换  
版权所有 侵权必究  
物 料 号 37425-00

## 第二版前言

《分析化学实验》(第一版)出版于2002年,是普通高等教育“九五”国家级重点教材《分析化学》的配套教材。教材具有内容简明、文字简练、重点突出等特点。《分析化学实验》(第一版)已经使用了10年。在这期间,教育理念的不断更新对“分析化学实验”课程提出新的要求和挑战。我们在研究了当前国内外教育发展形势的基础上,根据多年来在教学实践中积累的教学经验和教研成果,对《分析化学实验》(第一版)进行了认真的修订。在保持教材原有的风格和特点的前提下,做了改革和更新,主要体现在以下几点:

1. 对陈旧的内容作了更新,例如更新了分析天平的检验规程等;增加了电子天平的内容。随着分析仪器的升级换代,对仪器的介绍作了更新。例如,删除了721型分光光度计。

2. 新增加了对学生计算机绘图及处理数据的要求。

3. 新的教育理念提倡化学实验课程重在培养学生的科学素养和创新能力。据此新修订的教材专门增设了一章综合性实验和设计性实验。综合性实验突出体现分析测定的全过程,包括试样的采集、试液的制备、干扰组分的分离、待测组分的测定、分析结果的计算等。分析试样的形式也尽可能地多样化,有无机试样、有机试样以及环境试样。设计性实验则是通过学生自行设计分析方案进行实验探究活动,以此培养学生对分析化学原理和知识的综合运用能力、科学思维方法和科学探究能力。

本书由段春生修订第1章。王彤修订第2~5章,整理全文并定稿。

《分析化学实验》(第一版)作者之一姜言权教授在分析化学实验方面的研究颇有成就,为修订教材提供了良好的基础,为此表示衷心感谢!在本书的修订过程中,我们的同事刘会峦高级实验师在实验研究方面给予了大力帮助,提供了有用的实验数据,在此也表示衷心感谢!

由于作者水平有限,修订后的教材仍会有错误和不妥之处,望读者提出批评、指正。

王彤 段春生

2013年1月

# 第一版前言

本书是根据《关于印发“九五”普通高等教育国家级重点教材立项的通知》(教高[1997]16号)文件的精神编写的,是普通高等教育“九五”国家级重点教材《分析化学》(王彤,赵清泉编)的配套实验教材。

分析化学实验教学在分析化学教学中占有特别重要的地位,分析化学教学特点集中地体现在实验教学中。为提高实验课的教学质量,更好地培养学生的动手能力,在编写本书时,我们注意了以下几个问题:

一、分析化学实验是一门基础课,因此本书内容和教学环节的设计充分考虑了让学生打好实验基础这个要求。

二、适当减少了定性分析的内容。

三、鉴于环境保护已成为我国经济发展的国策,本书安排了与环境保护有关的部分内容。

四、在有限的篇幅内,尽可能拓宽学生的知识面。

五、针对学生在实验中容易产生的错误概念、错误操作,从而导致实验失败的现象,同时也为了启发学生思考问题、真正掌握所学内容,在每次实验后,安排了一定数量的思考题。教师可以根据本校教学实际灵活运用这些思考题。

六、本书内容注意了与理论课的衔接。另外,对各种仪器的使用、实验数据的记录、数据处理作了简要说明,借以培养学生严谨的治学态度。

本书可作为专科院校或本科院校学生的教材。

本书由王彤主编,姜言权写第一章,王彤写第二、三、四章。赵清泉为顾问。

由于作者水平有限,本书的缺点、错误之处,恳请读者指正。

编 者

2002 年元月

## 郑重声明

高等教育出版社依法对本书享有专有出版权。任何未经许可的复制、销售行为均违反《中华人民共和国著作权法》，其行为人将承担相应的民事责任和行政责任；构成犯罪的，将被依法追究刑事责任。为了维护市场秩序，保护读者的合法权益，避免读者误用盗版书造成不良后果，我社将配合行政执法部门和司法机关对违法犯罪的单位和个人进行严厉打击。社会各界人士如发现上述侵权行为，希望及时举报，本社将奖励举报有功人员。

反盗版举报电话 (010) 58581897 58582371 58581879

反盗版举报传真 (010) 82086060

反盗版举报邮箱 dd@hep.com.cn

通信地址 北京市西城区德外大街4号 高等教育出版社法务部

邮政编码 100120

# 目 录

|                               |    |
|-------------------------------|----|
| 第 1 章 定性分析 .....              | 1  |
| 1.1 定性分析实验概述 .....            | 1  |
| 1.1.1 半微量定性分析实验仪器 .....       | 1  |
| 1.1.2 半微量定性分析实验基本操作 .....     | 3  |
| 1.1.3 半微量定性分析所用试剂与试液 .....    | 7  |
| 1.1.4 定性分析实验注意事项 .....        | 7  |
| 1.2 定性分析实验 .....              | 9  |
| 实验 1 仪器的准备和基本操作练习 .....       | 9  |
| 实验 2 第一组阳离子分析 .....           | 12 |
| 实验 3 第二组阳离子分析 .....           | 14 |
| 实验 4 第三组阳离子分析 .....           | 19 |
| 实验 5 第四组阳离子分析 .....           | 24 |
| 实验 6 已知阳离子混合液分析方案的设计与实验 ..... | 28 |
| 实验 7 阳离子未知液的定性分析 .....        | 28 |
| 实验 8 阴离子的定性分析 .....           | 30 |
| 实验 9 未知易溶盐的分析 .....           | 33 |
| 第 2 章 滴定分析 .....              | 35 |
| 2.1 分析天平 .....                | 35 |
| 2.1.1 双盘分析天平 .....            | 35 |
| 2.1.2 单盘电光天平 .....            | 43 |
| 2.1.3 电子天平 .....              | 44 |
| 2.1.4 试样的称量方法 .....           | 46 |
| 2.2 分析天平实验 .....              | 48 |
| 实验 10 分析天平称量练习 .....          | 48 |
| 2.3 滴定分析仪器的使用及校准 .....        | 49 |
| 2.3.1 滴定分析仪器的使用方法 .....       | 50 |
| 2.3.2 滴定分析仪器的校准 .....         | 56 |
| 2.4 滴定分析实验 .....              | 58 |
| 实验 11 容量器皿的校准 .....           | 58 |

|       |                                                     |     |
|-------|-----------------------------------------------------|-----|
| 实验 12 | 酸碱溶液的配制和浓度的比较 .....                                 | 59  |
| 实验 13 | 酸碱标准溶液浓度的标定 .....                                   | 62  |
| 实验 14 | 硫酸铵含氮量的测定(甲醛法) .....                                | 64  |
| 实验 15 | 苯甲酸含量的测定 .....                                      | 66  |
| 实验 16 | 混合碱中 NaOH 及 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 含量的测定 .....    | 66  |
| 实验 17 | EDTA 标准溶液的配制和标定 .....                               | 68  |
| 实验 18 | 水的总硬度测定 .....                                       | 70  |
| 实验 19 | 铅、铋混合液中铅、铋的连续测定 .....                               | 72  |
| 实验 20 | 置换滴定法测定铝合金中的铝 .....                                 | 74  |
| 实验 21 | 高锰酸钾标准溶液的配制和标定 .....                                | 75  |
| 实验 22 | 过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法) .....                              | 77  |
| 实验 23 | 铁矿石中全铁的测定(重铬酸钾法) .....                              | 78  |
| 实验 24 | 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定 .....                               | 80  |
| 实验 25 | 铜盐中铜含量的测定(间接碘量法) .....                              | 82  |
| 实验 26 | 水中溶解氧的测定(间接碘量法) .....                               | 83  |
| 实验 27 | 可溶性氯化物中氯含量的测定(莫尔法) .....                            | 85  |
| 实验 28 | 酱油中氯化钠的测定(佛尔哈德法) .....                              | 86  |
| 第 3 章 | 重量分析 .....                                          | 89  |
| 3.1   | 重量分析仪器及基本操作 .....                                   | 89  |
| 3.1.1 | 重量分析仪器 .....                                        | 89  |
| 3.1.2 | 重量分析的基本操作 .....                                     | 90  |
| 3.2   | 重量分析实验 .....                                        | 93  |
| 实验 29 | 氯化钡中钡含量的测定 .....                                    | 93  |
| 实验 30 | 重量法测定镍合金中的镍 .....                                   | 95  |
| 第 4 章 | 分光光度分析法 .....                                       | 98  |
| 4.1   | 分光光度计的构造和使用方法 .....                                 | 98  |
| 4.1.1 | 722 型分光光度计的结构与性能 .....                              | 98  |
| 4.1.2 | 仪器的使用方法 .....                                       | 98  |
| 4.1.3 | 吸收池的使用方法 .....                                      | 99  |
| 4.2   | 光度分析法实验 .....                                       | 100 |
| 实验 31 | 邻二氮菲分光光度法测定铁的条件研究及微量铁的测定 .....                      | 100 |
| 实验 32 | 水中微量 $\text{Cr(VI)}$ 和 $\text{Mn(VII)}$ 的同时测定 ..... | 103 |
| 第 5 章 | 综合性实验和设计性实验 .....                                   | 106 |
| 5.1   | 综合性实验 .....                                         | 106 |

---

|                                      |     |
|--------------------------------------|-----|
| 实验 33 硅酸盐水泥中二氧化硅含量的测定(氟硅酸钾滴定法) ..... | 106 |
| 实验 34 钴和镍的离子交换法分离与含量的测定 .....        | 109 |
| 实验 35 水样中化学需氧量的测定 .....              | 112 |
| 实验 36 奶粉中蛋白质含量的测定 .....              | 115 |
| 实验 37 萃取光度法测定树叶上的铅 .....             | 118 |
| 5.2 设计性实验 .....                      | 120 |
| 5.2.1 设计性实验的目的和要求 .....              | 120 |
| 5.2.2 设计性实验题目 .....                  | 121 |
| 主要参考文献 .....                         | 123 |
| 附录 .....                             | 124 |
| 表 1 定性分析试液 .....                     | 124 |
| 表 2 定性分析常用试剂的配制方法 .....              | 126 |
| 表 3 市售酸碱试剂的浓度和密度 .....               | 130 |
| 表 4 基准物质及其干燥温度 .....                 | 130 |
| 表 5 元素的相对原子质量表(2009 年) .....         | 132 |

# 第1章 定性分析

## 1.1 定性分析实验概述

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验在工农业生产和科学研究中起着重要的作用。分析化学实验基本技能是化学专业学生必须掌握的基本功。

定性分析理论与实验结合十分密切,而且定性分析实验在定性分析教学中占有很大的比重。要学好定性分析,必须做好定性分析实验,要做好定性分析实验,必须采取严肃认真的科学态度。

本书定性分析实验采用半微量定性分析方法进行离子的分离和鉴定。

### 1.1.1 半微量定性分析实验仪器

#### (一) 离心试管

离心试管的容量一般分 5 mL 和 10 mL 两种,其尖端呈圆锥形(图 1-1),这样便于沉淀的离心沉降,易于观察少量沉淀的生成和颜色的变化,也便于将离心液与沉淀分离。因此半微量定性分析反应大部分在离心试管中进行。有的离心试管标有刻度,以便计算液体的体积。离心试管不能在火焰上直接加热,以防溅出溶液、炸裂试管。离心试管放置在试管架上,每个试管架最好能放 30 支以上的离心试管。离心试管应标有序号,以便实验中辨认。



图 1-1 离心试管

#### (二) 点滴板

点滴板是带有凹穴的瓷板(图 1-2),适用于少量溶液的点滴反应。同一个点滴板上有多个凹穴,可同时进行较多的反应,但不能加热。点滴板分白釉和黑釉两种。白色点滴板用于有色产物的反应,黑色点滴板用于白色沉淀及某些浅色沉淀的反应。

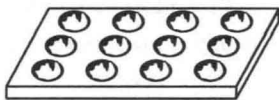


图 1-2 点滴板

#### (三) 试剂瓶

试剂瓶用于盛装练习试液和试剂溶液,其容量为 30 mL、60 mL 等,附有胶皮乳头滴管。试剂瓶上贴有

标签,标签上应写明试剂名称、浓度和配制日期。试剂瓶应按一定次序放于试剂架的固定位置上,不能随意变动其位置。取液时只能使用试剂瓶上所配的胶皮乳头滴管;不能将试剂瓶从试剂架上取下,以免发生差错。容易见光分解的试剂,如硝酸银、硫代硫酸钠等应盛装在棕色试剂瓶中。

#### (四) 表面皿

在定性分析实验中,以直径为 5~7 cm 的表面皿最为适用。表面皿可用于鉴定反应,又可把两块表面皿合起来作为气室使用(图 1-3)。



图 1-3 气室

#### (五) 滴管、毛细滴管、搅棒和药匙

滴管(图 1-4a)用于滴加一定体积的水和试剂溶液,每滴以 0.04~0.05 mL (即 20 滴或 25 滴溶液约为 1 mL)为宜。

毛细滴管(图 1-4b)的主要用途是从离心试管中吸出沉淀上面的离心液,其尖端比滴管的尖端更细更长。毛细滴管一滴为 0.02 mL,约 50 滴为 1 mL。可用玻璃管制而成。

定性分析用的搅棒是比较细( $\phi=3$  mm)的玻璃棒(图 1-4c),用于搅拌离心试管的内容物,以加快反应或加快洗涤速率。搅棒的两端应烧圆,以免划伤器皿的玻璃壁。

药匙有不同材质和不同大小等多种类型。定性分析中,取少量固体的药匙可由玻璃棒烧制。将玻璃棒一端在酒精喷灯上烧红后,立即用镊子压扁并稍微弯曲(图 1-4d)。

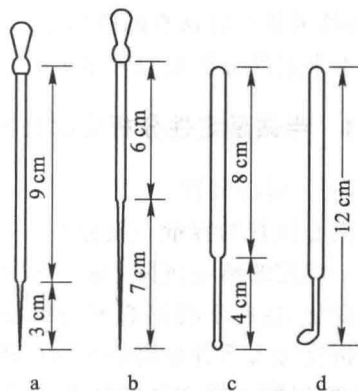


图 1-4 a. 滴管;b. 毛细滴管;  
c. 搅棒;d. 药匙

#### (六) 洗瓶

由带有尖嘴的软质塑料瓶制成,用来盛装蒸馏水,洗涤仪器和沉淀等。

#### (七) 坩埚和坩埚钳

定性分析中,坩埚常用于蒸发溶液和灼烧除去铵盐等。

#### (八) 离心机

离心机是利用离心沉降原理将沉淀和离心液分开的一种设备。现在常用的是 4 000r/min 的电动离心机(图 1-5)。

#### (九) 显微镜

在定性分析实验中,显微镜(图 1-6)是用来观察沉淀结晶形状的,一般要求

放大 50~200 倍。转动调节轮,调好反光镜就可以看到实物的清晰图像。调节时应先从侧面观察,使物镜接近载玻片,从目镜观察时,只能使镜筒向上移动,不许向下移动,以免触及载玻片,损坏物镜。

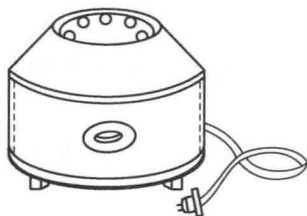


图 1-5 电动离心机

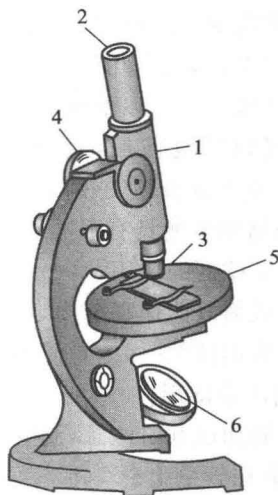


图 1-6 显微镜

1. 镜筒;2. 目镜;3. 物镜;4. 调节轮;  
5. 载玻片盘;6. 反光镜

显微镜应保持清洁,擦拭目镜和物镜时,必须用擦镜纸。物镜不用时应放在显微镜的专用小柜中。

### 1.1.2 半微量定性分析实验基本操作

#### (一) 仪器的洗涤

半微量定性分析中的鉴定反应都是比较灵敏的,即使有少量杂质,也会影响分析结果,所以必须保持仪器的洁净。这是定性分析实验中很重要的一项要求,若仪器不干净,将会严重影响分析结果,甚至导致实验失败。

玻璃仪器洗涤干净的标准是:清洁透明,水沿器壁自然下流后,器壁均匀润湿,不挂水珠。

洗涤仪器的方法:一般仪器如烧杯、离心试管等,如果没有特殊的污垢,可先用自来水涮洗,再用毛刷沾少量洗洁精洗刷,然后用自来水将残留的洗洁精冲净,最后用少量蒸馏水润洗 2~3 次。使用蒸馏水润洗的原则是少量多次。

若仪器内壁附有难以洗掉的油污,可使用铬酸洗液处理。使用铬酸洗液时

要注意安全。

铬酸洗液的配法:在台秤上称取 10 g 研细的工业级重铬酸钾粉末,置于烧杯中,加水少许,在不断搅拌下慢慢加入 300 mL 工业级浓硫酸,待溶液冷却后,保存于试剂瓶中。所配的铬酸洗液应为暗红色液体。

铬酸洗液的使用方法:向仪器中注入少量洗液,慢慢转动仪器使其内壁全部被洗液润湿,稍浸泡几分钟,然后把洗液倒回原瓶中。再用自来水洗净仪器。使用铬酸洗液应注意以下几点:注入洗液时,仪器尽量不要带水,以免冲稀洗液;铬酸洗液可以反复使用,直至由暗红色变为深绿色,其中的  $\text{Cr(VI)}$  已转变为  $\text{Cr(III)}$ ,说明洗液已失效;铬酸洗液具有强酸性和强腐蚀性,应避免洒落和溅在皮肤上;铬酸洗液具有强吸水性,故用后应立即盖好瓶盖。

### (二) 试剂的取用

1. 试剂只能保存于规定的试剂瓶中,并保持清洁。
2. 取用试剂时,应看清标签,只能使用试剂瓶上原有的滴管,不得用其他滴管,以免污染试剂。
3. 滴加试剂时注意,滴管口应离开离心试管口 2~3 mm,不准伸入离心试管内或靠在管壁上。
4. 滴管只能放在原来的试剂瓶中或拿在手里,切不可放在实验台上,以免沾污。
5. 放回滴管时,必须看清标签,以免放错,沾污试剂。

### (三) 离心沉降

离心沉降是半微量定性分析中将沉淀与溶液分离的基本方法。一般用电动离心机完成,使用离心机时应注意以下几点:

1. 离心机是高速旋转的,为了防止旋转中碰破试管,离心机套管底部应垫以棉花。
2. 放置离心试管时,应使对称位置上有质量相近的离心试管。如果只处理一支离心试管,应在其对称位置上放一支盛有等量水的离心试管,以保持平衡,使离心机旋转平稳。
3. 启动时应选用慢速,待运转平稳后再逐渐加速。休止时任其自然停止,切勿用外力强制使其停止。
4. 转速和旋转时间随沉淀性状而定,对结晶形沉淀,转速大约为 1 000 r/min,旋转 1~2 min 即可;对无定形沉淀,转速大约为 2 000~2 500 r/min,旋转 3~4 min。
5. 为了防止离心试管出现差错,可在离心机管套口附近标以序号。
6. 使用过程中如离心机出现异常,应停止使用,并向教师报告,以便维修。

#### (四) 沉淀和离心液的分离

在离心沉降后,转移离心液之前,应首先检查沉淀是否完全。其方法是沿离心试管内壁再加一滴试剂,观察上部清液是否发生浑浊,如不发生浑浊,表示沉淀已经完全。否则应继续滴加试剂,直至沉淀完全,重新离心沉降。

在证实沉淀完全后,可用毛细滴管将沉淀上部的离心液吸出,转移至另一离心试管中。吸出离心液时应先在试管外面将毛细滴管乳胶头捏瘪,排出管内空气,然后将毛细滴管小心地伸入离心试管中液面以下(图 1-7),慢慢放松乳胶头,将离心液吸入毛细滴管中,随着离心试管中溶液的减少,将毛细滴管逐渐下移,至全部溶液吸入毛细滴管为止。当毛细滴管尖端接近沉淀时,要特别小心,勿使滴管触及沉淀,以免吸出沉淀。



图 1-7 离心液的转移

#### (五) 沉淀的洗涤

离心分离后得到的沉淀,仍含有少量的离心液。为了使沉淀保持纯净,必须将这部分离心液洗去。

洗涤沉淀的方法是用滴管向沉淀上滴加 2~3 倍于沉淀体积的洗涤液,用细玻璃棒充分搅拌。再离心分离,然后用毛细滴管吸出洗涤液。

洗涤液的选用,应视沉淀不同而异。对于溶解度较小的晶形沉淀,可用蒸馏水洗涤;对于无定形沉淀,宜用稀电解质溶液洗涤,必要时还要将洗涤剂加热,以免发生胶溶现象;对于溶解度较大的沉淀,应在洗涤液中加入含有相同离子的电解质,以免在洗涤过程中发生较多的溶解损失。

沉淀一般洗涤 2~3 次即可,但每次洗后要尽量把洗涤液分离彻底。

#### (六) 沉淀的移取

洗净后的沉淀,如果要分成几份,则可在盛有沉淀的离心试管中加几滴蒸馏水,用毛细滴管向其中冲气搅拌,使之成为悬浮液,然后用毛细滴管分几次吸取悬浮液,分别置于适当的容器中(如离心试管),必要时可再离心分离。

#### (七) 沉淀的溶解

沉淀的溶解应在沉淀洗涤后立即进行,以免因放置时间过长发生老化而不易溶解。溶解时应边滴加试剂边搅拌,同时观察溶解情况。有的沉淀溶解速率较慢,需要充分搅拌,必要时可以在水浴上加热,以促使沉淀的溶解。

#### (八) 加热和蒸发

离心试管不能在火焰上直接加热,因为直接加热会使离心试管中的液体溅

出,或导致离心试管炸裂,所以应放在水浴中加热(图 1-8)。

最简单的水浴是由一个 300 mL 烧杯和铝制管座(或自制铁丝架)组成,杯内加水,加热至水沸,然后小火加热,保持水沸即可。杯内水面要高于离心试管内的液面。因此在加热过程中要注意不断向杯中加水。

蒸发是为了浓缩溶液或除去溶液中过量的强酸及有害气体。蒸发可在坩埚(或微型烧杯)中进行。蒸发时,将盛有溶液的坩埚直接放在石棉网上用小火加热。蒸发至近干时,要停止加热,利用余热蒸发至干,以免在强热下,某些盐分解为难溶性的氧化物或某些易挥发的盐类挥发而损失。

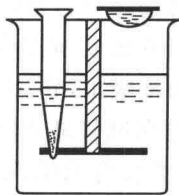


图 1-8 水浴

#### (九) 纸上点滴反应

取一张定性滤纸,将吸有试液的毛细滴管的尖端垂直置于滤纸的中央(图 1-9),让试液慢慢被滤纸吸收,形成潮湿斑点,然后移开毛细滴管,用同样的方法将试剂滴加在湿斑上,观察反应结果。

注意,不可用毛细滴管直接从试剂瓶中吸取试剂,而应先把试剂滴在点滴板上,再用毛细滴管吸取。

#### (十) 显微结晶反应

显微结晶反应在载玻片上进行(图 1-10)。在洁净的载玻片上,加一滴试液,在其旁边加一滴试剂,然后用玻璃棒在两滴之间划一下,将它们连接起来,则反应慢慢进行。放置一段时间至出现固体结晶(或将载玻片放在石棉网的边缘处,小心加热)。在显微镜下观察结晶形状。

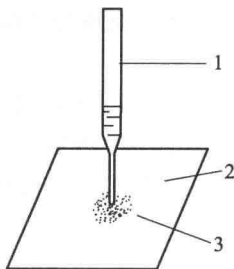


图 1-9 点滴反应方法

1. 毛细滴管;2. 反应纸;3. 湿斑

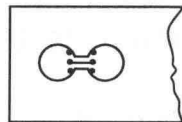


图 1-10 显微结晶反应

### 1.1.3 半微量定性分析所用试剂与试液

#### (一) 试剂

在定性分析实验中,离子鉴定所用的试剂量很少,对于溶液来说,每次不过几滴,对于固体来说,每次不过几毫克,但是所需要的试剂种类却很多。为了实验使用方便,把试剂盛装在小试剂瓶中,试剂瓶再按一定的顺序排列在阶梯式试剂架上。

试剂按其性质可分为酸、碱、盐、特殊试剂、有机溶剂等,按照实验需要配成不同的浓度。定性分析常用试剂的配制方法见本书附录表 2。

一般化学试剂按其纯度分类,如表 1-1 所示。

表 1-1 化学试剂的规格和适用范围

| 级别   | 纯度分类            | 英文标志 | 适用范围            | 标签颜色         |
|------|-----------------|------|-----------------|--------------|
| 一级   | 优级纯             | GR   | 精密分析实验          | 绿            |
| 二级   | 分析纯             | AR   | 一般分析实验          | 红            |
| 三级   | 化学纯             | CP   | 一般化学实验          | 蓝            |
| 四级   | 实验试剂            | LR   | 辅助试剂            | 棕色或其他颜色      |
| 生化试剂 | 生物染色级<br>(生化试剂) | BR   | 生物化学及<br>医用化学实验 | 咖啡色<br>(玫瑰色) |

#### (二) 试液

在分析化学中,被分析的物质称为试样。试样的溶液称为试液。在定性分析实验中配制成各种阳离子和阴离子试液。试液分为贮备液和练习液两种。贮备液浓度为每毫升含待测离子 100 mg,这种试液可贮备较长时间,使用时稀释 10 倍就成为练习试液。练习试液浓度为每毫升含待测离子 10 mg。定性分析试液的配制方法见附录表 1。

### 1.1.4 定性分析实验注意事项

#### (一) 实验前要做好准备工作

实验前进行充分的预习是做好实验的关键,因此,必须认真充分地预习。预习的内容应包括:复习理论教材中有关本次实验的原理以及实验教材中本次实验的内容。通过预习,要求达到明确实验目的、理解实验原理、熟悉实验步骤、预测实验结果。

在预习的基础上写出实验提纲。实验提纲不是照抄实验教材内容,而是在理解的基础上将实验内容提炼、简化后写出来的。实验提纲的格式根据不同的

实验内容可以是表格式、图表式、叙述式等。实验提纲应写在实验记录本上。

进实验室后,准备好实验所用的仪器和药品,将仪器整齐地摆放在实验台上。

### (二) 实验中要注意培养严肃认真的科学态度和掌握正确的实验操作技术

实验的成败和工作效率的高低,与实验者是否有严肃认真的科学态度和实验的操作技能有着直接的关系。定性分析实验就是培养科学态度和实验技能的重要途径,为此要求实验工作者做到以下几点:

1. 清洁整齐,有条不紊 半微量定性分析鉴定反应的灵敏度较高,所以要求使用的仪器、工具必须洁净,否则容易混进杂质,导致出现异常的实验现象。另外,定性分析实验手续繁多,每一步要求都很严格。实验台上的仪器排放整齐,所用的离心试管应标上标记,各种试剂的取用要严格遵守操作规程。否则容易导致实验的失败。

2. 深入思考,细心观察 对于实验的每一步骤原理要清楚,所加的试剂以及试剂的用量要准确。实验中有时会出现异常现象,实验者要认真分析,深入思考,找出产生异常现象的原因。细心观察是获得知识、积累知识的重要手段。只有细心观察,才能发现问题,进一步解决问题,增长知识。

3. 尊重实验事实,正确记录 要以实事求是的科学态度对待实验,如实地反映实验中的重要操作和发生的现象,这是一个化学工作者必须具备的工作态度。做好实验记录是实验工作中的重要环节,也是完成实验报告的依据。实验记录要用专门的记录本,不能随意记在纸条上。

### (三) 注意实验安全

实验中经常会用到玻璃仪器和某些精密分析仪器;腐蚀性、易燃、易爆或有毒的化学试剂;煤气、水电等有危险的物品,为确保实验的正常进行和人身安全,必须严格遵守实验室的安全规则。

### (四) 实验后要做好结束工作

1. 清洗、整理好仪器和药品。实验结束后,一定要把用过的仪器洗刷干净,放回原处。对试剂架上的试剂进行检查并整理好。

2. 清理环境,检查安全。实验台要擦拭干净,实验室要认真清扫,然后检查水、电、煤气的开关,关好门窗,离开实验室。

3. 按时完成实验报告。实验报告是对实验的总结,也是科学训练的重要内容。对实验报告的要求是:正确清楚,简明扼要,结论明确。一定要按时认真完成实验报告。

实验报告的格式,可以灵活掌握,但也有一些通用的格式,多用表格式或条列式。如表1-2所示,给出一个表格形式实验报告的格式,供参考。