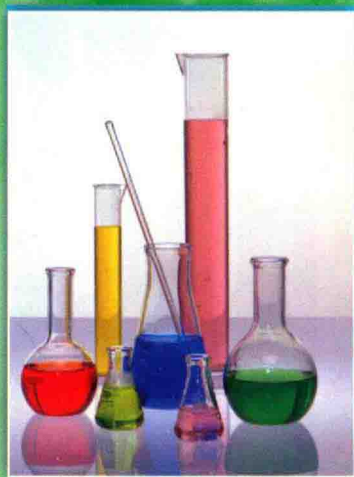




全国普通高等院校工科化学规划精品教材



分析化学 实验

(第二版)

✠ 王冬梅 主编

**FENXI HUAXUE
SHIYAN**



华中科技大学出版社

<http://www.hustp.com>

分析化学实验

(第二版)

主 编	王冬梅				
副主编	邱凤仙	谭正德	齐 誉	罗杨合	
	刘晓庚	李 晶	景伟文	谢贞建	
参 编	范伟强	任丽彤	周俐军	纪 蓓	
	唐尧基	马 宁	刘 红	宫 红	
	宫晓洁	李秀萍	魏文阁	刘丽华	

华中科技大学出版社
中国·武汉

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/王冬梅主编. —2 版. —武汉:华中科技大学出版社,2017.9
全国普通高等院校工科化学规划精品教材
ISBN 978-7-5680-3372-5

I. ①分… II. ①王… 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(2017)第 226869 号

分析化学实验(第二版)

王冬梅 主编

Fenxi Huaxue Shiyān

策划编辑:王新华

责任编辑:王新华

封面设计:秦茹

责任校对:曾婷

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉) 电话:(027)81321913

武汉市东湖新技术开发区华工科技园 邮编:430223

录排:华中科技大学惠友文印中心

印刷:武汉华工鑫宏印务有限公司

开本:710mm×1000mm 1/16

印张:13.5

字数:283千字

版次:2017年9月第2版第1次印刷

定价:28.00元



本书若有印装质量问题,请向出版社营销中心调换
全国免费服务热线:400-6679-118 竭诚为您服务
版权所有 侵权必究

内 容 提 要

本书介绍了分析化学的基础知识、基本操作。全书共分五篇:基础知识篇、基本技能篇、实验提高篇、综合设计篇和英文篇。其中有 21 个基础分析化学实验、14 个综合性设计实验、3 个英文文献实验,这些实验可供不同专业的学生选做。

本书的特点是在重视基本操作标准规范的基础上,强调实验的多样性和新颖性,将加强基础训练、注重能力培养、提高综合素质作为指导思想,通过文献检索、综合性设计实验、英文文献实验来扩展学生的知识面,培养学生分析问题和解决问题的能力。

本书可供化工、轻工、食品、生物工程、冶金、石油、环境工程、化学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。

第二版前言

随着 21 世纪的到来,人类进入了知识经济时代。在这崭新的时代里,新思想、新观念对高等教育的课程体系设置、人才培养模式、人才训练方式等方面都提出了新的挑战。21 世纪对人才的要求是知识、能力、素质三方面全面发展。我们在编写《分析化学实验》一书时,也正是努力按着这一人才培养目标,注重对大学生综合素质的全面培养。

《分析化学实验》一书是我们在全国普通高等院校工科化学规划精品教材建设研讨会上,经十所普通高等院校的教师交流教学经验,总结各学校在分析化学实验教学方面的实际情况,详细讨论编写大纲,然后编写完成的。在这一实验教材的编写过程中,我们坚持将加强基础训练、注重能力培养、提高综合素质作为指导思想,从而满足全面发展的人才培养目标对分析化学实验教材的要求。

化学是一门实验性很强的学科。分析化学实验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,并与分析化学课堂教学密切配合,帮助学生加深对分析化学基本理论知识的理解,培养学生运用分析化学理论知识解决与化学相关的实际问题的能力。

知识是能力和素质的载体,如果没有丰富的知识,就无法有较强的能力和较高的素质。能力是在掌握了一定的知识的基础上经过训练和实践锻炼而形成的。在组织教材内容时,我们将分析化学实验基础知识和基本技能作为很重要的部分来编写。本书对上述基本知识进行系统的介绍,使学生对分析化学实验中诸如实验室用水的规格、制备与检验,玻璃器皿的洗涤,化学试剂的规格,标准溶液及其配制方法,以及实验室安全等基本知识有系统的了解;同时也介绍了相关的分析化学基本操作,从而对学生的基本实验操作进行规范。实验提高篇所列定量分析基础实验,是在进一步强化基本实验技能训练的同时,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得到进一步加深,使学生对“量”的概念的认识不断加强,培养学生实事求是的科学作风、严谨务实的科学态度与良好的实验习惯。为了提高学生的创新意识,我们在综合性设计实验的内容的选取和安排上,不仅注意实验的典型性、系统性,还注意与化学相关学科如无机分析、有机分析、环境分析、药物分析等多方面相结合,强调知识的实用性、先进性、综合性和趣味性。这样的训练,将使学生在扎实的理论知识基础上拥有较强的动手能力。

化学实验对学生能力的培养,不仅仅局限于对学生实验技能和运用知识解决化学问题的能力培养,更重要的是培养学生运用信息不断获取知识和创新知识的能

力。本书选编了较多的综合性设计实验。这些实验是参编院校在多年的基础实验教学改革的基础上提炼出来的。这些实验不是简单地提出任务,而是通过“实验原理”和“讨论与思考”,启发学生的思路,帮助学生在理解实验原理的基础上,结合所学的分析化学基础知识和所掌握的分析化学实验技能,自拟出合理的实验方案。同时,信息时代的到来,也对学生获取计算机网络中的知识和其他国家的先进实验技术提出了要求,所以我们在本书的编写中也加入了相关的文献实验,借此给学生打开一扇了解国外分析化学教学研究与发展的“窗口”,通过这一“窗口”使学生开阔视野、拓宽知识,让学生面向时代、接触新的知识,有利于学生站在一个较高的起点上发展,也有利于其创新能力的培养。

知识、能力、素质三方面是综合发展型人才的质量评价标准,其核心是素质。素质是把从外在获得的知识、技能内化于人的身心,升华成稳定的品质和素养。这里强调了素质对知识的获取与积累、能力的培养与提高的依附性。我们期望通过扎实的基础训练,促进知识的积累,通过综合性设计实验的训练,提高学生分析问题和解决问题的能力,并以此促进人才素质的提高。

本书由山东科技大学、江苏大学、湖南工程学院、石河子大学、贺州学院、南京财经大学、辽宁科技大学、新疆农业大学、成都大学和辽宁石油化工大学等十所普通高校的教师共同编写。在第一版的基础上,结合各学校实验教学改革的情况,我们对全书内容进行了重新编排。全书分为基础知识篇、基本技能篇、实验提高篇、综合设计篇和英文篇五部分。本书由王冬梅主编,参加本书编写的有:山东科技大学王冬梅、周俐军、纪蓓、唐尧基、魏文阁、刘丽华,江苏大学邱凤仙、范伟强,湖南工程学院谭正德,石河子大学齐誉、任丽彤、刘红,贺州学院罗杨合,南京财经大学刘晓庚、马宁,辽宁科技大学李晶,新疆农业大学景伟文,成都大学谢贞建,辽宁石油化工大学宫红、宫晓洁、李秀萍。

在书稿的修改过程中,我们得到了吉林大学分析化学基础实验室主任王英华教授的大力支持。王英华教授对本书给予了详尽的指导,提出了宝贵意见。同时本书的出版得到了华中科技大学出版社的大力支持。在此我们表示衷心感谢。

由于编者水平有限,书中难免有不足之处,恳请读者批评指正。

编 者

目 录

一 基础知识篇

第一章 分析化学实验的基本要求	(1)
第二章 化学实验基本常识	(5)
第一节 实验室用水的要求、制备与检验	(5)
第二节 化学试剂的一般知识	(6)
第三节 化学实验安全常识	(8)
第三章 分析化学文献检索	(15)
第一节 常用分析化学文献种类及简介	(15)
第二节 分析化学文献检索方法	(20)
第四章 分析样品的采集与预处理	(25)
第一节 样品的采集与制备	(26)
第二节 试样的分解	(31)
第三节 干扰的消除——分离、富集与掩蔽	(31)
第五章 分析化学实验结果的处理	(33)
第一节 实验的误差与来源	(33)
第二节 实验数据的记录及有效数字的运用	(36)

二 基本技能篇

第六章 分析天平的称量操作	(40)
第一节 半自动电光天平的构造	(40)
第二节 半自动电光天平的使用	(41)
第三节 电子天平的构造与功能	(42)
第四节 电子天平的使用规则	(43)
第五节 称量方法	(43)
第七章 定量分析的基本操作	(45)
第一节 常用玻璃仪器的洗涤与烘干	(45)
第二节 常用玻璃仪器的使用	(48)
第三节 滴定分析法概述	(50)
第四节 滴定分析的基本操作	(52)

第八章 重量分析法的基本操作	(60)
第九章 分光光度法的基本操作	(66)
第十章 酸度计及其使用方法	(71)

三 实验提高篇

实验一 分析天平的称量方法练习	(75)
实验二 容量器皿的校准	(81)
实验三 滴定分析基本操作练习	(86)
实验四 酸碱标准溶液的配制、浓度比较及酸的标定	(89)
实验五 碱标准溶液的标定、铵盐中氮含量的测定	(92)
实验六 工业总碱度、食醋总酸度的测定	(95)
实验七 有机酸摩尔质量的测定	(98)
实验八 EDTA 标准溶液的配制与标定	(100)
实验九 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续测定	(103)
实验十 水的硬度测定	(105)
实验十一 铝合金中铝含量的测定	(107)
实验十二 双氧水中 H_2O_2 含量的测定(KMnO_4 法)	(109)
实验十三 食碱的组成分析及含量测定(双指示剂酸碱滴定法)	(112)
实验十四 碘量法测定维生素 C、葡萄糖的含量	(117)
实验十五 铜合金中铜含量的测定	(120)
实验十六 饮用水及水源的水质分析——化学耗氧量(COD)的测定 ..	(124)
实验十七 氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	(126)
实验十八 银盐中银含量的测定(佛尔哈德法)	(130)
实验十九 氯化钡中钡含量的测定	(132)
实验二十 水中微量铁的测定(邻二氮菲分光光度法)	(135)
实验二十一 水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	(138)

四 综合设计篇

实验二十二 混合碱的分析	(144)
实验二十三 蛋壳中钙、镁含量的测定	(147)
实验二十四 补钙制剂中钙含量的测定(EDTA 法)	(149)
实验二十五 分光光度法测定水中的总磷	(150)
实验二十六 食品中蛋白质含量的测定	(153)
实验二十七 去离子水的制备及水质检验	(155)
实验二十八 NaH_2PO_4 - Na_2HPO_4 混合体系中各组分含量的测定	(156)

实验二十九 $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 混合液中各组分浓度的测定	(157)
实验三十 自来水中氯含量的测定	(157)
实验三十一 可溶性硫酸盐中硫含量的测定(重量法)	(160)
实验三十二 $\text{HCl-NH}_4\text{Cl}$ 混合液中各组分含量的测定	(162)
实验三十三 石灰石或白云石中钙、镁含量的测定	(165)
实验三十四 醋酸的电位滴定	(167)
实验三十五 维生素 B_{12} 的鉴别与注射液含量测定	(170)

五 英文篇

Experiment 36 EDTA Titration of Ca^{2+} and Mg^{2+} in Natural Waters	(173)
Experiment 37 Preparing Standard Acid and Base Solution	(175)
Experiment 38 Analysis of a Mixture of Carbonate and Bicarbonate	(177)

附录

附录 A 分析方法英文名称及缩写	(179)
附录 B 英汉对经常用分析化学术语	(184)
附录 C 相对原子质量	(189)
附录 D 常用化合物相对分子质量	(190)
附录 E 常用酸碱溶液的配制	(192)
附录 F 常用指示剂	(193)
附录 G 常用缓冲溶液的配制	(195)
附录 H 常用基准物质的干燥条件和应用	(196)
附录 I 常用洗涤剂的配制	(197)
附录 J 常用酸碱试剂的密度、质量分数和近似浓度	(197)
附录 K 溶解无机样品的一些典型方法	(198)
附录 L 定量化学分析仪器清单	(199)
附录 M 滴定分析实验操作(NaOH 溶液浓度的标定)考查表	(200)
参考文献	(202)

— 基础知识篇

第一章 分析化学实验的基本要求

分析化学实验是与分析化学理论紧密结合的一门独立的实验课程。学生通过本课程的学习,可以加深对分析化学基础理论和基本知识的理解,掌握正确的分析技能和规范化的基本操作,充分运用所学的理论知识指导实验;培养手脑并用的能力和统筹安排的能力,在动手和动脑的过程中提高自己分析、观察和解决问题的能力,培养严谨细致的工作作风和实事求是的科学态度,树立严格的“量”的概念;通过综合性设计实验,培养综合能力,如信息、资料的收集与整理,数据的记录与分析,问题的提出与证明,观点的表达与讨论等,树立敢于质疑、勇于探究的意识,学习通过多种渠道获取相关化学知识,创造性地解决现实生活中的实际问题,并为后续课程和未来从事科学研究及实际工作打下良好的基础,从而在知识、能力和素质方面得到全面的训练和培养,将来尽快适应社会的需要。

为了使学生在知识、能力和素质三方面都得到提高,要求学生在分析化学实验课中必须做到以下几点:

(1) 实验前认真预习:结合分析化学理论知识,领会实验原理,了解实验步骤和注意事项,探寻影响实验结果的关键环节,做到心中有数。实验前一定要做好预习笔记,画好必要的表格,充分利用本书附录,查好有关数据,以便在实验中快速、准确地记录实验数据、观察现象和进行数据处理。课前必须认真预习,未预习者不得进行实验。

(2) 在进入实验室时,认真阅读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(特别是有毒、有害物品)的消耗量。

(3) 做实验时,必须遵守实验室各项规章制度,注意保持室内安静,要严格按照规范进行操作,仔细观察实验现象,并及时做好记录。要善于思考,学会运用所学的理论知识解释实验现象,研究实验中的问题。实验过程中要保持水池、实验台面和实

验室地面的整洁。

(4) 所有的实验数据,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,不得无故涂改原始实验数据。要认真写好实验报告。实验报告一般包括实验名称、日期、实验目的、实验原理、仪器与试剂、实验方法、实验结果(一定要列出计算公式)和问题与讨论。上述各项内容的繁简,应根据每个实验的具体情况而定,以清楚、简明、整齐为原则。实验报告中的有些内容,如原理、表格、计算公式等,要求在预习实验时准备好,其他内容则可在实验过程中以及实验完成后记录、计算和撰写。

(5) 实验结束,要马上清洗自己使用过的玻璃仪器,清理实验台面,并把自己使用过的仪器、药品整理归位,及时打扫实验室卫生,关好煤气、水、电的开关和门窗。要注意爱护仪器和公共设施,养成良好的实验习惯。

学生实验成绩评定,应包括以下几项内容:预习情况及实验态度,实验操作技能,实验报告的撰写是否认真和符合要求,实验结果的精密度、准确度和有效数字的表达等。特别需要强调的是实事求是的态度、严谨创新的精神与动手能力的培养,严禁弄虚作假,伪造数据。

要做好分析化学实验,不仅要有较强的动手能力,还要有较高的获取信息的能力,在实验中应注意运用理论课中学到的知识、积累操作经验、总结失败教训。实验当中不仅要动手,更要动脑,要把自己观察到的现象及时记录下来,为发现新物质、合成新材料做准备。只有做个有心人,才能为今后的学习和工作打下坚实的基础。

附:实验报告的格式示例

分析化学实验报告

实验名称: 铅铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续测定 成绩: _____
专业班级: _____ 姓名: _____ 学号: _____ E-mail: _____
实验日期: _____ 年 _____ 月 _____ 日 实验报告日期: _____ 年 _____ 月 _____ 日
同组者: _____ 气温: _____ $^{\circ}\text{C}$ 大气压: _____ kPa

一、实验目的

- (1) 了解用控制酸度的方法进行铋、铅的连续滴定的原理。
- (2) 掌握合金试样的酸溶解技术。
- (3) 学会铋、铅的连续滴定分析方法。

二、实验原理

Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 虽然均能与 EDTA 形成稳定的配合物,但其 $\lg K$ 值分别为 27.94 和 18.04,两者的稳定常数相差近 10 个数量级。因此,可以利用控制溶液酸度的方法进行连续滴定。通常在 pH 值为 1 时滴定 Bi^{3+} ,在 pH 值为 5~6 时滴定 Pb^{2+} 。

以二甲酚橙(XO)为指示剂的水溶液在 $\text{pH} > 6.3$ 时呈红色, $\text{pH} < 6.3$ 时呈黄色; pH 值在 1 附近时和 pH 值为 5~6 时,二甲酚橙分别与 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 形成紫红色配合物。用 EDTA 滴定 Bi^{3+} 和 Pb^{2+} 至终点时,溶液由紫红色突变为亮黄色。

注意:如果实验涉及相关的反应方程式,在这里一定要写清楚。

三、仪器与试剂

1. 仪器

锥形瓶、移液管、滴定管。

2. 试剂

EDTA 标准溶液($0.020 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、 HNO_3 溶液($0.10 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、六亚甲基四胺溶液($200 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$)、 Bi^{3+} 和 Pb^{2+} 混合液(含 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 各约为 $0.010 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$,含 HNO_3 $0.15 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、二甲酚橙水溶液($2 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$)。

四、实验步骤

用移液管移取 25.00 mL Bi^{3+} 和 Pb^{2+} 混合液于 250 mL 锥形瓶中,加入 12 mL $0.10 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ HNO_3 溶液、2 滴二甲酚橙指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色变为亮黄色,即为终点,记下所消耗 EDTA 标准溶液的体积 V_1 ;然后加入 15 mL $200 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 六亚甲基四胺溶液,溶液变为紫红色,用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色变为亮黄色,即为终点,记下所消耗 EDTA 标准溶液的体积 V_2 。平行测定

3 次。

根据滴定时所消耗的 EDTA 标准溶液的体积和 EDTA 标准溶液的浓度, 计算混合液中 Bi^{3+} 和 Pb^{2+} 的含量。(也可画成流程图)

五、实验数据与结果分析

	I	II	III
$V_1(\text{EDTA})/\text{mL}$			
$\rho(\text{Bi}^{3+})/(\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$			
$\bar{\rho}(\text{Bi}^{3+})/(\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$			
相对平均偏差 $\bar{d}_{r1}/(\%)$			
$V_2(\text{EDTA})/\text{mL}$			
$\rho(\text{Pb}^{2+})/(\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$			
$\bar{\rho}(\text{Pb}^{2+})/(\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$			
相对平均偏差 $\bar{d}_{r2}/(\%)$			

$$\rho(\text{Bi}^{3+}) = \frac{c(\text{EDTA}) \times V_1(\text{EDTA}) \times M(\text{Bi}^{3+})}{25.00} \quad (1)$$

$$\rho(\text{Pb}^{2+}) = \frac{c(\text{EDTA}) \times V_2(\text{EDTA}) \times M(\text{Pb}^{2+})}{25.00} \quad (2)$$

求出 $\bar{\rho}(\text{Bi}^{3+})$ 与 $\bar{\rho}(\text{Pb}^{2+})$ 。

六、讨论与思考

讨论实验指导书中提出的思考题, 写出心得与体会。(略)

第二章 化学实验基本常识

第一节 实验室用水的要求、制备与检验

分析实验室中所用的水必须是纯化的水,根据实验要求的不同,对使用的水质的要求也有所不同。在国家标准(GB/T 6682—2008)中,明确规定了中国分析实验室用水的级别、主要技术指标、制备方法及检验方法。该标准采用了国际标准(ISO 3696—1987)。

一、实验室用水的规格

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,如高压液相色谱分析用水。一级水可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后,再经过 $0.2\ \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤来制取。

二级水用于无机痕量分析等实验,如原子吸收光谱分析用水。二级水可用多次蒸馏或离子交换等方法制取。

三级水用于一般化学分析实验。三级水可用蒸馏或离子交换等方法制取。

由于在一级水、二级水的纯度下,难以测定其真实的 pH 值,因此,对其 pH 值范围不作规定。另外,由于在一级水的纯度下,难以测定其可氧化物质和蒸发残渣,因此,对其限量不作规定。

二、实验室纯水的制备方法

实验室制备纯水一般用蒸馏法、离子交换法和电渗析法。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。离子交换法制得的水称为“去离子水”。此法去离子效果好,但不能除掉水中非离子型杂质,常含有微量的有机物。电渗析法是在直流电场作用下,利用阴、阳离子交换膜对原水中存在的阴、阳离子的选择性渗透而除去离子型杂质。电渗析法也不能除掉非离子型杂质。在实验中,要依据需要选择实验用水,不应盲目地追求水的高纯度。

三、实验室用水的检验方法

纯水的水质一般以其电导率为主要质量检验指标,也可通过检验 pH 值、重金属离子、 Cl^- 、 SO_4^{2-} 等指标来衡量纯水的质量;此外,根据实际工作需要及生物化学、医药化学等方面的特殊要求,有时还要进行一些特殊项目的检验。实验室用水的级别

及主要技术指标见表 1-1。

表 1-1 实验室用水的级别及主要技术指标^①

指 标 名 称	一 级	二 级	三 级
pH 值范围(25 ℃)			5.0~7.5
电导率(25 ℃)/(mS · m ⁻¹)	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化物质(以氧计)/(mg · L ⁻¹)		<0.08	<0.4
蒸发残渣(105 ℃ ± 2 ℃)/(mg · 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)/(mg · mL ⁻¹)	<0.01	<0.02	

第二节 化学试剂的一般知识

一、试剂的规格

试剂的规格是以其中所含杂质的含量来划分的,一般可分为四个等级,其规格和适用范围见表 1-2。此外,还有光谱纯试剂、基准试剂、色谱纯试剂等。

表 1-2 试剂规格和适用范围

级 别	中文名称	英文名称	符 号	适 用 范 围	标签标志
一级品	优级纯 (保证试剂)	Guarantee Reagent	G. R.	纯度很高,用于精密分析和科学研究工作	绿色
二级品	分析纯	Analytical Reagent	A. R.	纯度仅次于一级品,用于大多数分析工作和科学研究工作	红色
三级品	化学纯	Chemical Pure	C. P.	纯度较二级品低,适用于定性分析和有机、无机化学实验	蓝色
四级品	实验试剂	Laboratorial Reagent	L. R.	纯度较低,适用于一般的实验和要求不高的科学实验	棕色
	生物试剂	Biological Reagent	B. R. 或 C. R.	生物化学与医学化学实验	黄色或其他颜色

^① 来自 GB/T 6682—2008。

光谱纯试剂(符号 S. P.)的杂质含量用光谱分析法已测不出或者其杂质的含量低于某一限度,这种试剂主要作为光谱分析中的标准物质。

基准试剂的纯度相当于或高于保证试剂。基准试剂作为滴定分析中的基准物质是非常方便的,也可用于直接配制标准溶液。

色谱纯试剂是指进行色谱分析时使用的标准试剂,在色谱条件下只出现指定化合物的峰,不出现杂质峰。色谱用试剂是指用于气相色谱、液相色谱、气液色谱、薄层色谱、柱色谱等分析方法中的试剂,包括固定液、担体、溶剂等。

在分析工作中,选用的试剂的纯度要与所用方法相当,实验用水、操作器皿等要与试剂的等级相适应。若试剂都选用 G. R. 级的,则不宜使用普通的蒸馏水或去离子水,而应使用经两次蒸馏制得的重蒸水;所用器皿的质地也要求较高,使用过程中不应有物质溶解,以免影响测定的准确度。

选用试剂时,要注意经济原则,不要盲目追求高纯度,应根据具体要求选用。优级纯和分析纯试剂,虽然是市售试剂中的纯品,但有时也会因包装或取用不慎而混入杂质,或在运输过程中发生变化,或储藏日久而变质,所以还应具体情况具体分析。对所用试剂的规格有所怀疑时,应该进行鉴定。在特殊情况下,市售的试剂纯度不能满足要求时,应自己动手精制。

二、取用试剂时的注意事项

(1) 取用试剂时应注意防止试剂被污染。瓶塞不许任意放置,取用后应立即盖好,以防试剂被其他物质沾污或变质。

(2) 固体试剂应用洁净、干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净,以免被腐蚀。

(3) 用吸管吸取液体试剂时,绝不能使用未经洗净干燥的吸管或将同一吸管插入不同的试剂瓶中吸取试剂。

(4) 所有盛装试剂的瓶上都应贴有明显的标签,标明试剂的名称、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,并用蜡封,以免日久褪色。

(5) 在分析工作中,试剂的浓度及用量应按要求使用,过浓或过多,不仅造成浪费,而且还可能产生副反应,甚至得不到正确的结果。

三、试剂的保管

试剂的保管也是实验室中一项十分重要的工作。有的试剂因保管不善而变质失效,影响实验效果,造成浪费,甚至还会引起事故。一般的化学试剂应保存在通风良好、干净、干燥的房子内,以防止水分、灰尘和其他物质污染。同时,根据试剂性质的不同应有不同的保管方法。

(1) 容易侵蚀玻璃而影响试剂纯度的试剂,如氢氟酸、氟化物(氟化钾、氟化钠、

氟化铵)、苛性碱(KOH、NaOH)等,应保存在塑料瓶或涂有石蜡的玻璃瓶中。

(2) 见光会逐渐分解的试剂如 H_2O_2 (双氧水)、 AgNO_3 、 KMnO_4 、草酸等,与空气接触容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、氨水等,应存放在棕色瓶内,并置于冷暗处。

(3) 吸水性强的试剂如无水碳酸盐、氢氧化钠等,应严格密封(蜡封)。

(4) 容易相互发生反应的试剂,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、丙酮和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。

(5) 剧毒试剂如氰化钾、氰化钠、氯化汞、三氧化二砷(砒霜)等,应特别妥善保管,经一定手续方可取用,使用后,必须有必要的污水处理记录,以免发生事故。

第三节 化学实验安全常识

化学实验室是我们学习、研究化学的重要场所。在实验室中我们经常会接触到各种化学试剂和各种仪器,它们常常潜藏着发生着火、爆炸、中毒、烧伤、割伤、触电等事故的危险性。所以实验者必须掌握化学实验室的安全防护知识。

一、化学试剂的正确使用和安全防护

(一) 防毒

大多数化学试剂都有不同程度的毒性。有毒化学试剂可通过呼吸道、消化道和皮肤进入人体而造成中毒现象。下面分别对几种常见的有害试剂的防护知识进行介绍。

(1) 氰化物和氢氰酸。氰化物如氰化钾、氰化钠、丙烯腈等均系烈性毒品,进入人体量达 50 mg 即可致死,甚至与皮肤接触经伤口进入人体,即可引起严重中毒。这些氰化物遇酸生成氢氰酸气体,易被吸入人体而引起中毒。在使用氰化物时严禁用手直接接触,使用这类试剂时,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,再用大量水冲洗原存放的器皿和水槽。

(2) 汞和汞的化合物。汞是易挥发的物质,在人体内会积累起来而引起慢性中毒。汞盐(如 HgCl_2) 0.1~0.3 g 可致人死命。在室温下,汞的蒸气压为 0.0012 mmHg 柱(0.16 Pa),比安全浓度标准大 100 倍。使用汞时,不能直接暴露于空气中,其上应加水或其他液体覆盖;任何剩余的汞均不能倒入水槽中;储存汞的器皿必须是结实的厚壁容器,且器皿应放在瓷盘上;盛装汞的器皿应远离热源;如果汞掉在地上、台面或水槽中,应尽量用吸管把汞珠收集起来,再用能与汞形成汞齐的金属片(Zn、Cu、Sn 等)在汞落处多次扫过,最后用硫黄粉覆盖;实验室应通风良好;手上有