

高等学校教材

定量分析 实验与技术

主编 徐建强

高等教育出版社

高等学校教材

定量分析 实验与技术

主编 徐建强

参编 李久海 张海欧 韩红霞 王正梅
高俊 周永慧 赵晓莉 徐晶晶
徐静

高等教育出版社·北京

内容提要

本书以“实验是一门技术”为指导思想,强调学生“会选择仪器、会配制试剂、会进行计算”的实验教学理念,共组织编写了42个定量分析实验项目,其中实验1—15为化学分析法实验,实验16—42为仪器分析法实验。每个实验项目设计了一系列的问题和任务,以便学生更好地掌握定量分析实验技术。

本书可作为化学化工类、环境科学与工程类、材料类、生物类等专业的化学实验教材或参考书。

图书在版编目(CIP)数据

定量分析实验与技术 / 徐建强主编. --北京:高等教育出版社,2018.6

ISBN 978-7-04-049530-0

I. ①定… II. ①徐… III. ①定量分析-实验-高等学校-教材 IV. ①O655-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2018)第 049663 号

Dingliang Fenxi Shiyān Yú Jìshù

策划编辑 李颖	责任编辑 李颖	封面设计 张楠	版式设计 马云
插图绘制 于博	责任校对 胡美萍	责任印制 毛斯璐	

出版发行 高等教育出版社	网 址 http://www.hep.edu.cn
社 址 北京市西城区德外大街4号	http://www.hep.com.cn
邮政编码 100120	网上订购 http://www.hepmall.com.cn
印 刷 北京玥实印刷有限公司	http://www.hepmall.com
开 本 787mm×1092mm 1/16	http://www.hepmall.cn
印 张 17.25	
字 数 410千字	版 次 2018年6月第1版
购书热线 010-58581118	印 次 2018年6月第1次印刷
咨询电话 400-810-0598	定 价 33.50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 49530-00

定量分析 实验与技术

徐建强 主编

- 1 计算机访问<http://abook.hep.com.cn/1254341>, 或手机扫描二维码、下载并安装 Abook 应用。
- 2 注册并登录, 进入“我的课程”。
- 3 输入封底数字课程账号(20 位密码, 刮开涂层可见), 或通过 Abook 应用扫描封底数字课程账号二维码, 完成课程绑定。
- 4 单击“进入课程”按钮, 开始本数字课程的学习。



课程绑定后一年为数字课程使用有效期。受硬件限制, 部分内容无法在手机端显示, 请按提示通过计算机访问学习。

如有使用问题, 请发邮件至 abook@hep.com.cn。



<http://abook.hep.com.cn/1254341>

前言

定量分析实验的主要任务是确定试样中待测组分的含量,通俗地说是确定试样中待测组分“有多少”的问题。目前解决这一问题常用的方法有化学分析法和仪器分析法两种,化学分析法主要针对“常量”组分的分析测定,而仪器分析法主要针对“微量”甚至“痕量”组分的分析测定。目前国内外教材通常把“常量”组分分析部分安排在化学分析实验教材中,而“微量”和“痕量”组分分析部分安排在仪器分析实验教材中,给人一种彼此孤立的感觉。事实上无论是“常量”组分分析还是“微量”或“痕量”组分分析都会涉及一些基本操作,如称量仪器的使用、体积测量仪器和体积控制仪器的使用等,都涉及试剂及试样的浓度表示方法等基本的化学问题。通过把化学分析法的实验和仪器分析法的实验整合成“定量分析实验与技术”,可以使学生对“量”的概念有更清楚的认识,同时能更好地掌握定量分析的实验技术,为后续课程的学习或将来从事相关的工作和研究打下坚实的基础。

传统的实验教材基本上都是按照实验目的、实验原理、仪器和试剂、实验内容及思考题这五部分来组织编写的。其中实验原理和实验内容多为大段的、详细的文字描述,有的学生看了之后觉得索然无味,提不起预习和学习兴趣,许多学生认为只要按照教材上的步骤就可以完成实验,致使学生实验效率低下,实验效果达不到预期目标。

为了改变这一现状,除了**实验目的**,编者在本书的编写中进行了改革,把思考题分解到实验项目的每一个部分。具体地说,就是在**实验原理**部分设计了一些问题或任务,以便学生更好地领会和理解实验原理;在**实验要求**部分给出完成实验项目所需要的仪器和试剂供学生选择,同时明确本实验项目的任务;本书中**实验内容**是以表格的形式或流程图的形式来呈现,可以使学生“一目了然”地完成实验,同时设计了一系列的问题和任务,要求学生在理解实验原理的基础上,自主选择仪器、选择试剂、配制试剂,以期提高学生参与实验教学的积极性,避免学生“照方抓药”式地完成实验。在**实验内容**部分设计的问题和任务还包括公式推导、数据处理等。不同的实验项目涉及不同的实验技术,不同的学生会有不同的体会,最后编者以“**体会、收获或感想**”代替思考题,希望每一位学生通过每一个实验项目的教学学到相关的实验技术。

学生是教学的主体,编者把“实验是一门技术”作为编写实验教材的指导思想,希望通过定量分析实验教学使学生做到“会选择仪器、会配制试剂、会进行计算”。

本书由长期从事实验教学的徐建强老师担任主编,参与编写的有李久海、张海鸥、韩红霞、王正梅、高俊、周永慧、赵晓莉、徐晶晶、徐静等在一线进行实验教学的老师或实验室管理

人员。

本书出版得到了江苏省大气环境与装备技术协同创新中心资助和江苏高校品牌专业建设工程资助。

由于编者水平有限,对于本书存在的缺点和错误,恳请广大读者批评指正。

编者

2017年10月

目 录

第 1 章 定量分析实验基础知识 ... 1

- 1.1 定量分析实验的任务、方法
与应用领域 1
- 1.2 定量分析实验的目的、
要求 1
- 1.3 定量分析实验室用水 2
 - 1.3.1 纯水的指标 2
 - 1.3.2 纯水的制备 3
 - 1.3.3 特殊要求纯水 3
- 1.4 化学试剂的一般知识 4
- 1.5 试剂浓度表示方法及试剂
配制 4
 - 1.5.1 试剂浓度表示方法 4
 - 1.5.2 试剂的配制 5
- 1.6 常用玻璃仪器的洗涤和
干燥 6
 - 1.6.1 常用洗涤液的配制方法
及功能 6
 - 1.6.2 仪器的洗涤 7
 - 1.6.3 仪器的干燥 8

第 2 章 定量分析基本操作及 基本测量仪器 9

- 2.1 定量分析的一般程序 9
 - 2.1.1 试样的采集和制备 9
 - 2.1.2 试样的分解 9

- 2.1.3 分离和富集 9
- 2.1.4 分析测定方法的选择 10
- 2.1.5 分析结果的计算 10
- 2.1.6 分析方法的评价 11
- 2.2 称量仪器简介 14
 - 2.2.1 托盘天平 14
 - 2.2.2 分析天平 15
- 2.3 体积测量仪器和体积控制
仪器 16
 - 2.3.1 移液管及其使用方法 17
 - 2.3.2 容量瓶及其使用方法 18
 - 2.3.3 滴定管及其使用方法 19
 - 2.3.4 非容量器皿 22
- 2.4 实验数据的采集和处理 23
 - 2.4.1 有效数字的运算规则 24
 - 2.4.2 标准曲线的建立 24
 - 2.4.3 分析结果有效数字位数的
一般要求 25
 - 2.4.4 实验数据采集中的注意
事项 26
- 实验 1 天平的使用 26
- 实验 2 容量器皿的校准 29

第 3 章 化学分析法实验 33

- 3.1 化学分析法概述 33
- 3.2 滴定分析法的实验过程及
计算 33
- 3.3 重量分析法的一般流程及

计算	34	实验 17	磷酸的电位滴定分析 ...	112
3.4 酸碱滴定法简介	34	实验 18	硫酸-磷酸混合酸溶液的电位滴定分析	119
实验 3 盐酸与氢氧化钠溶液的相互滴定	34	实验 19	电导滴定法测定食醋中乙酸的含量	123
实验 4 铵盐中氮含量的测定	41	实验 20	水中氟化物浓度的测定	128
实验 5 混合碱中碳酸钠和碳酸氢钠含量的测定	46	4.4 光谱分析法简介	134	
3.5 配位滴定法简介	52	实验 21	铁的比色测定	134
实验 6 EDTA 溶液的配制与标定	52	实验 22	邻二氮菲合铁(II)配合物组成的测定	139
实验 7 天然水硬度的测定	57	实验 23	酸雨中硫酸根离子含量的测定(硫酸钡浊度法)	143
3.6 沉淀滴定法简介	63	实验 24	紫外分光光度法测定水体中硝态氮含量	147
实验 8 硝酸银溶液的配制和标定	63	实验 25	分光光度法测定双组分混合物中各组分含量 ...	152
实验 9 粗盐提纯及产品纯度检验	67	实验 26	大气中氮氧化物 NO_x 含量的测定	159
3.7 氧化还原滴定法简介	73	实验 27	对二甲苯、萘的辛醇-水分配系数的测定	165
实验 10 高锰酸钾溶液的配制与标定	74	实验 28	铜的原子吸收光谱分析	171
实验 11 过氧化氢分解反应的动力学研究(高锰酸钾法)	77	实验 29	原子吸收光谱法连续测定水体中的铁、锰元素含量	176
实验 12 洗衣粉中活性氧含量的测定(高锰酸钾法)	84	实验 30	原子吸收光谱法测定水中钙含量——标准加入法	180
实验 13 化学需氧量(COD)的测定(重铬酸钾法)	88	实验 31	石墨炉原子吸收分光光度法测定牛奶中铜含量 ...	185
实验 14 硫酸铜中铜含量的测定(间接碘量法)	96	实验 32	原子吸收分光光度法测定铝合金试样中锌、铁含量	189
实验 15 维生素 C 含量的测定(直接碘量法)	102	实验 33	原子荧光光谱法测定粗盐中的铅含量	196
第 4 章 仪器分析法实验	106	实验 34	分子荧光光谱仪的	
4.1 仪器分析法概述	106			
4.2 仪器分析法的技术指标	106			
4.3 电化学分析法简介	106			
实验 16 醋酸解离常数和解离度的测定	107			

使用.....	202	山梨酸含量的测定	245
实验 35 苯甲酸的红外光谱		附录	252
测定.....	207		
4.5 色谱分析法简介	211	一、定量分析实验室常用化学试剂	
实验 36 纸色谱法分离与鉴定		(市售)性状及纯度.....	252
某些阳离子	211	二、常用基准物质的干燥条件和	
实验 37 有机试样元素分析	217	标定对象	260
实验 38 天然水中水溶性阴离子		三、三种常用标准溶液的浓度及	
的测定	220	在不同温度下的 pH	261
实验 39 气相色谱仪的定性定量		四、常见元素的相对原子质量	
分析方法	226	(2011)	262
实验 40 气相色谱法测定空气中的		五、定量分析实验中常用的	
苯系化合物含量	233	物理量	263
实验 41 高效液相色谱柱效能的		主要参考文献	265
评定.....	241		
实验 42 饮料中糖精钠、苯甲酸和			

第1章 定量分析实验基础知识

1.1 定量分析实验的任务、方法与应用领域

分析化学通常被称为生产和科研的“眼睛”，而定量分析实验是分析化学实验的重要组成部分。定量分析实验是确定试样中待测组分含量的一类实验，具体地说，就是解决试样中“有多少”待测组分的问题。依据原理和方法的不同，通常分为化学分析法和仪器分析法两种方法。定量分析实验在社会经济各部门具有广泛的应用。例如，工业生产中原料、中间产品、产品及废弃物的分析检验；农、林、牧、副、渔产品的品质及有毒有害成分的检验；食品中营养成分、添加剂及有毒化学品的检验；疾病控制中心血清、尿液等生物试样的分析检测；环保部门大气、水体、土壤及固体废弃物中有毒有害化学物质的监测；进出口产品质量检验监督；兴奋剂检测中心对运动员血液、尿液样本违禁药品的检测等。

1.2 定量分析实验的目的、要求

通过定量分析实验的教学，准确地掌握定量分析的基本操作，可以加深学生对分析化学及相关课程基本理论的理解，培养学生严谨的科学态度和一丝不苟的工作作风，提高分析问题和解决问题的能力，为未来参加生产和科学研究打下良好的基础。

要做好定量分析实验，应注意以下四个环节：

一、实验前的预习

明确实验目的和要求，理解实验原理是实验成败的关键。因此，本书在实验原理部分设计了一系列的问题或任务，要求学生认真阅读本书，通过查阅有关参考资料解决相关问题或完成相关任务。在理解实验原理的基础上，“又好又快”地完成定量分析实验是我们追求的目标。在实验内容部分，作者从“会选择仪器、会配制试剂、会进行计算”的角度设计了一系列的问题或任务。本书中所有的问题或任务学生可以通过预习、听课或实验进行解决。

二、实验中的操作

规范的操作是保证定量分析实验结果准确可靠的前提。规范的操作包括按仪器的操作

规程进行实验,以及按仪器的准确度科学地记录数据、如实记录实验中的操作和发生的现象。因此,实验指导教师必须以身作则,科学规范地进行演示,并及时纠正学生实验过程中的一些错误。

三、实验中的习惯

良好的实验习惯反映了定量分析实验者的科学素养,也是教学实验有序进行的重要保证。实验过程中,要保持实验室的秩序(公用仪器、公用试剂应及时归位),产生的废液、废弃物要妥善处理,要确保桌面整齐干净,实验结束后要及时清洗仪器和整理桌面,经教师允许后方可离开实验室。

四、实验后的报告

实验报告是对学生是否掌握实验原理、是否理解实验过程、是否掌握实验技术的检验。一份完整的实验报告应包括以下五个部分:

(一) 实验项目名称

实验项目名称通常简明扼要地描述了实验的原理、方法及要求等内容。

(二) 实验目的

对照实验目的可以检查实验者对实验原理、方法及相关实验技术的学习情况。

(三) 实验原理

要求简明扼要地介绍定性、定量分析依据,定性、定量分析方法,仪器结构及用途等内容。

(四) 实验内容

实验内容包括以下两个部分:

1. 实验过程

实验过程可以参照本书通过表格或流程图形式来呈现,但要做到对实验过程中的仪器选择、试剂配制及相关计算心中有数。

2. 数据处理

数据处理包括作图或回归方程的建立、试样分析结果计算及方法评价等内容。

(五) 体会、收获或感想

不同的实验项目涉及不同的原理、方法与技术,不同的实验者会有不同的体会,要求实验者以“体会、收获或感想”对完成的实验项目做出简单总结。此外,在这里实验者还可以就实验内容、实验教学的组织、实验方法的改进等发挥自己的想象,提出自己的奇思妙想,一些好的想法或创意将得到指导教师的肯定。



1.3 定量分析实验室用水

1.3.1 纯水的指标

在定量分析实验中,水是不可缺少的一种物质,洗涤仪器、配制试剂等都需要用到大量的水。根据任务及要求的不同,对水的纯度的要求也不同。对于一般性分析工作,采用蒸馏

水或去离子水即可;对于微量组分甚至痕量组分的分析,需要高纯度的“超纯水”。表 1-1 给出了纯水的等级及指标。

表 1-1 纯水的等级及指标

指标	等级			
	I	II	III	IV
$\rho(\text{可溶性物质})/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	<0.1	<0.1	<0.1	<2.0
电导率(25℃)/($\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$)	<0.06	<1	<1	<5.0
电阻率(25℃)/($\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$)	>16.66	>1.0	>1.0	>0.2
pH(25℃)	6.8~7.2	6.6~7.2	6.5~7.5	5.0~8.0
KMnO_4 显色持续时间(最小)/min	>60	>60	>10	>10

表 1-1 中 KMnO_4 显色持续时间是指用这种水配制 $c(\text{KMnO}_4) = 0.002 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 溶液的显色时间,反映了水中还原性杂质(主要是有机化合物)含量的高低。

1.3.2 纯水的制备

纯水的制备就是将原水中可溶性和非可溶性杂质全部去除的水处理方法。依据原理的不同,目前制备纯水的方法通常有蒸馏法、离子交换法、电渗析法、反渗透法等。

蒸馏法是通过加热原水使液态水转化为水蒸气,水蒸气经过冷凝获得纯水(即蒸馏水)的方法。使用不同的蒸馏器得到的纯水的质量有所不同,常用的蒸馏器有金属蒸馏器、玻璃蒸馏器、石英蒸馏器和亚沸蒸馏器等。

离子交换法是利用阴、阳离子交换树脂除去水中杂质离子的方法,制得的纯水称为“去离子水”。

电渗析法是在外电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过,使杂质离子从水中分离出来的方法。

反渗透法就是利用半透膜(反渗透膜),并借助外界施加的压力为动力,强制原水中的水分子透过半透膜达到除盐的目的,使水得到纯化的方法。

为了得到更高纯度的水,通常可以采用多种技术联合的方法来制备纯水。例如,经过离子交换得到的纯水最终通过亚沸蒸馏器可以得到电阻率达到 $16 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 以上的纯水。市场上的一些超纯水机将原水经过机械过滤、活性炭吸附、反渗透、紫外线消解、离子交换、 $0.2 \mu\text{m}$ 滤膜过滤等步骤,最终可以获得电阻率达到 $18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 的超纯水。

1.3.3 特殊要求纯水

在一些特殊的分析试验中,在分析某些指标时,对纯水中的这些指标要求越低越好,这就是所谓的特殊要求纯水,如无氨水、无氯水、无二氧化碳水、无砷水、无重金属水、无酚水等。

1.4 化学试剂的一般知识

化学试剂在定量分析实验中也是一种不可缺少的物质,是为了实现某一化学反应而加入的一种化学物质。不同等级的试剂其纯度、价格、用途等都有所不同,表 1-2 给出了我国化学试剂的等级及用途。附录一给出了定量分析实验室常用化学试剂(市售)性状及纯度。

表 1-2 我国化学试剂的等级及用途

等级	一级试剂	二级试剂	三级试剂	四级试剂
中文标志	优级纯	分析纯	化学纯	实验纯
符号	GR	AR	CP	LR
标签颜色	绿色	红色	蓝色	黄或棕色
纯度描述及用途	主成分含量很高、纯度很高。用于精密分析和研究	主成分含量很高、纯度较高,干扰杂质很低。用于一般分析及研究	主成分含量高、纯度较高,存在干扰杂质。用于定性化学实验和合成制备	主成分含量高、纯度较差,杂质含量不做选择。只适用于一般化学实验和合成制备

试剂的选择直接影响分析结果的准确度。在定量分析实验中,一级试剂常用于精密分析和研究标准溶液的配制;二级试剂常用于配制一般反应的试剂,在一般的分析和研究中也用于标准溶液的配制。

1.5 试剂浓度表示方法及试剂配制

1.5.1 试剂浓度表示方法

一、物质的量浓度

滴定分析中,标准溶液的浓度通常用物质的量浓度表示。

定义式: $c(\text{B}) = \frac{n(\text{B})}{V}$,单位为 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

其中, $n(\text{B}) = \frac{m}{M(\text{B})}$,单位为 mol 。

式中, B 为分子、离子或它们的特定组合, 称为“基本单元”。选择的基本单元不同, 摩尔质量 M 不同, 因此, 同样质量的溶质, 其物质的量的数值不同, 相应的溶液的浓度也不同。例如, 同一瓶硫酸溶液, 有如下浓度关系:

$$c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 2c(\text{H}_2\text{SO}_4)$$

二、质量浓度

仪器分析用标准溶液浓度通常用质量浓度表示。

定义式: $\rho(B) = \frac{\text{溶质质量}}{\text{溶液体积}}$, 单位为 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$, $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 或 $\text{ng} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

三、质量分数

市售液体化学试剂纯度、一般反应应用试剂浓度通常用质量分数表示, 仪器分析用标准溶液有时也用质量分数表示。

定义式: $w(B) = \frac{\text{溶质质量}}{\text{溶液质量}} \times 100\%$

当定义式中溶质质量和溶液质量单位不同时, w 可以 $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, $\mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$, $\text{ng} \cdot \text{kg}^{-1}$ 来表示。

在定量分析实验中, 通常以水作为溶剂来配制一定浓度的溶液, 而仪器分析涉及的标准溶液浓度往往很小, 此时, 溶液的密度近似看作水的密度 ($1 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$), 因此, $1 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 相当于 $1 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$, $1 \mu\text{g} \cdot \text{kg}^{-1}$ 相当于 $1 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$, $1 \text{ ng} \cdot \text{kg}^{-1}$ 相当于 $1 \text{ ng} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

四、体积比

市售试剂中一些常见的酸(如浓硫酸、浓盐酸、浓硝酸等)或碱(如浓氨水)在常温常压下呈液体状态, 当需要它们的稀溶液时, 有时直接用(试剂体积: 溶剂体积)或(试剂体积+溶剂体积)来表示它们的浓度。例如, (1: 2)HCl 溶液或(1+2)HCl 溶液表示由 1 体积浓盐酸和 2 体积蒸馏水配制而成的 HCl 溶液。

1.5.2 试剂的配制

定量分析实验中, 根据试剂的用途, 可以将试剂分为标准溶液和一般反应应用试剂两类。所谓标准溶液就是具有已知准确浓度的溶液, 任何定量分析实验必须要有标准溶液。如在滴定分析中, 通过标准溶液(通常称为滴定剂)和待测组分的反应方能知道待测组分的含量; 仪器分析中首先必须建立待测组分标准溶液浓度与仪器信号值之间的关系, 然后通过测量未知溶液的信号值方能得到未知溶液中待测组分的浓度。标准溶液就像一把尺子, 它的浓度是否正确直接影响测量结果的准确度。所谓一般反应应用试剂就是在一定浓度范围内对分析结果不会产生影响的试剂。例如, 在滴定分析中控制溶液酸碱性的试剂、试样分解过程所用的试剂、仪器分析中除了标准溶液以外所用的试剂。

一、标准溶液的配制

在众多的化学试剂中, 有一类试剂具有以下特点, 即它们纯度高、性质稳定、化学式与组成一致、摩尔质量大, 它们被称为基准物质, 不符合上述特点的试剂称为非基准物质。附录二列出了常用基准物质的干燥条件和标定对象。根据基准物质的特点, 它们可以用于直接

法配制标准溶液或用于标定溶液的浓度。需要指出的是,基准物质一定是优级纯或至少是分析纯试剂,反之不一定。

针对实验室试剂情况的不同,标准溶液有两种配制方法。

(一) 基准物质——直接法配制

直接法配制标准溶液实验流程如下:

基准物质(质量 m) $\xrightarrow{\text{溶解}}$ $\xrightarrow{\text{定量转移}}$ $\xrightarrow{\text{定容(体积 } V)}$ 标准溶液(c)

当基准物质有了准确的质量 m ,标准溶液有了准确的体积 V ,实验过程没有任何损失的情况下,便可计算出准确的浓度 c 。

(二) 非基准物质——间接法配制(也称为标定)

对于非基准物质,可以首先配制一个近似浓度的溶液,然后按如下流程便可得到其准确浓度:

近似浓度的溶液 $\xrightarrow[\text{滴定分析}]{\text{基准物质/标准溶液}}$ 准确浓度的溶液

一定体积的近似浓度的溶液与一定质量的基准物质或与一定体积的标准溶液通过滴定分析,根据化学反应计量关系便可确定近似浓度的溶液的准确浓度,一旦浓度准确确定,近似浓度的溶液便成为标准溶液。

在近似浓度溶液配制过程中,试剂的质量、溶液的体积不用十分准确。而在标定过程中须严格按滴定分析的操作规程进行实验。

二、一般反应用试剂的配制

作为一般反应用的试剂,只要配制近似浓度的溶液即可。

1.6 常用玻璃仪器的洗涤和干燥

1.6.1 常用洗涤液的配制方法及功能

一、铬酸洗液

铬酸洗液又称重铬酸钾-硫酸洗涤液。配制方法如下:称取 10 g 重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$),置于 500 mL 烧杯中,加入 30 mL 热水,使其溶解;然后慢慢注入 170 mL 浓 H_2SO_4 ,边加边搅拌;冷却后得暗红色溶液,储存于具塞的细口瓶中备用。

铬酸洗液具有强酸性、强氧化性,可除去玻璃器皿的大部分污垢,常用于洗涤不易或不能用刷子刷洗的玻璃器皿。铬酸洗液使用后,应倒回原来容器中以反复使用。如果洗液颜色变绿表示洗液已经失效,必须重新配制。

二、浓盐酸

具有强酸性,常用于洗去水垢或某些无机盐沉淀。

三、浓硝酸

具有强酸性、强氧化性,常用于洗涤除去金属离子。

四、尿素洗涤液

称取 480 g 尿素 $[(\text{NH}_2)_2\text{CO}]$, 溶解于蒸馏水中, 用蒸馏水稀释至 1 L, 该溶液浓度约为 $8 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

尿素洗涤液适用于洗涤盛蛋白质溶液及血样的器皿。

五、EDTA 溶液

称取 0.37 g EDTA 二钠盐, 溶解于蒸馏水中, 用蒸馏水稀释至 1 L, 该溶液浓度约为 $1 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

EDTA 溶液用于除去塑料容器内壁污染的金属离子。

六、磷酸三钠溶液

将 12~24 g $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ 溶解于 100 mL 蒸馏水中, 得质量分数为 5%~10% 磷酸三钠溶液。

该溶液可用于洗涤油状污物。

七、氢氧化钠-乙醇溶液

将 120 g 氢氧化钠固体溶解于 120 mL 水中, 用 95% 乙醇稀释至 1 L, 即得氢氧化钠-乙醇溶液。

该溶液适合于洗涤被油脂或某些有机化合物玷污的器皿。

八、高锰酸钾-氢氧化钠溶液

称取 10 g KMnO_4 , 置于 250 mL 烧杯中, 加少量水使之溶解, 向该溶液中缓慢加入 100 mL 10% NaOH 溶液, 混匀后储存于带橡胶塞的玻璃瓶中备用。

该洗涤液适用于除去油污及有机化合物, 洗涤后在器皿上留下 $\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 沉淀, 该沉淀可用 $\text{HCl}-\text{NaNO}_2$ 混合液洗去。

九、有机溶剂

如丙酮、乙醇、乙醚等可用于洗脱油脂、脂溶性染料等污痕。二甲苯可洗脱油漆类污垢。

十、 HNO_3 -乙醇溶液

该溶液适合于洗涤油脂或有机化合物玷污的酸式滴定管。使用时先在滴定管中加入 3 mL 乙醇, 沿管壁加入 4 mL 浓硝酸, 用小表面皿或小烧杯盖住滴定管。让溶液在管中保留一段时间, 即可除去污垢。

十一、 HCl -乙醇(1:2, V/V)洗涤液

该洗涤液由 1 体积的浓盐酸与 2 体积的 95% 乙醇混合配制而成。

该洗涤液适用于洗涤染有颜色的有机物质的比色皿。

1.6.2 仪器的洗涤

定量分析实验所用玻璃器皿必须仔细洗净。经洗净的玻璃器皿应清洁透明, 其内壁无肉眼可见的污物, 内壁能完全被水湿润而不挂水珠。

实验中常用的烧杯、锥形瓶、量筒等一般玻璃器皿, 可用试管刷蘸合成洗涤剂或去污粉刷洗, 再用自来水洗净。

滴定管、移液管(或吸量管)和容量瓶等容量器皿如无明显油污时, 可直接用自来水冲洗; 若有油污, 可先用铬酸洗液洗涤(或浸泡), 再用自来水冲洗。容量器皿不得用试管刷

刷洗。

分光光度法使用的比色皿是由光学玻璃或石英玻璃制成的,容易被有色溶液染色,不得使用试管刷刷洗。通常视其污染程度,选用硝酸、HCl-乙醇洗涤液或合成洗涤剂浸泡后用自来水冲洗干净。

仪器分析实验所用的器皿,尤其是微量、痕量分析实验,通常还要用 1:1 或 1:2 盐酸或硝酸溶液浸泡,以除去微量杂质。

新的玻璃滤器使用前要经酸洗(浸泡)、抽滤、水洗、晾干或烘干。为了防止残留物堵塞微孔,使用后的滤器应视使用情况及时清洗。

所有仪器在用自来水洗过后,最后均须用蒸馏水或去离子水润洗 2~3 次,以去除自来水中含有的无机或有机杂质。洗涤过程中应遵循“少量多次”的原则,每次洗涤用水一般为总容量的 5%~20%。

聚乙烯塑料制品容器的应用越来越多,其清洗也是非常重要的。新购买的塑料器皿一般先用自来水清洗,再以 $8\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 尿素洗涤液洗涤,再用蒸馏水漂洗。随后用 $1\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ KOH 溶液洗涤,再用蒸馏水漂洗。然后用 $1\times 10^{-3}\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ EDTA 溶液洗涤,以除去污染的金属离子,再用二次蒸馏水充分漂洗,倒置晾干备用。

1.6.3 仪器的干燥

每次实验完毕之后,应将所用仪器洗净、干燥备用。用于不同实验的仪器对干燥有不同的要求,一般定量分析中的烧杯、锥形瓶等仪器洗净即可使用,而用于有机分析的仪器很多是要求干燥的,有的要求无水迹,有的要求无水,应根据不同要求来干燥仪器。

一、晾干(控干)

不急用的仪器,要求一般干燥,可在纯水润洗后,在无尘处倒置除去水分,然后自然干燥。可用带有斜木钉的架子和带有透气孔的玻璃柜放置仪器。

二、烘干

洗净的仪器控去水分,放在电烘箱中烘干。电烘箱温度一般为 $105\sim 120^{\circ}\text{C}$,干燥 1 h 左右。也可放在红外灯干燥箱中烘干。此法适用于一般仪器。称量用的称量瓶等烘干后要放在干燥器中冷却和保存。带实心玻璃塞的仪器及厚壁仪器烘干时,要注意慢慢升温并且温度不可过高,以免烘裂。量筒、移液管、吸量管、滴定管等仪器不可放于电烘箱中烘干。

三、热(冷)风吹干

对于急于干燥的仪器或不适合放入电烘箱的较大的仪器可用吹干的办法。通常用少量乙醇、丙酮(或最后再用乙醚)倒入已控去水分的仪器中振荡润洗,控净溶剂(溶剂要回收),然后用电吹风吹,开始用冷风吹 1~2 min,当大部分溶剂挥发后吹入热风至完全干燥,再用冷风吹残余的蒸气,使其不再冷凝在容器内。此法要求通风好,不可接触明火,以防有机溶剂燃烧或爆炸。