



普通高等教育“十一五”国家级规划教材

基础分析化学实验

清华大学

庄京 林金明 主编



高等教育出版社
Higher Education Press

普通高等教育“十一五”国家级规划教材

基础分析化学实验

清华大学

庄 京 林金明 主编

高等教育出版社

内容提要

本书为普通高等教育“十一五”国家级规划教材。

本书共分为三部分,主要包括分析化学实验基础知识、定性分析的基础知识和实验及定量分析基本操作、仪器及实验。在教材结构上,把基础知识、基本操作及常用仪器与实验相结合,以便于学生在实验前进行预习。同时在内容安排上,注重基础实验,遵循从易到难、循序渐进的原则编写。

本书可作为高等学校化学类专业和其他相关专业化学实验课程的教材和参考书。

图书在版编目(CIP)数据

基础分析化学实验/庄京,林金明主编. —北京:高等教育出版社,2007.3

ISBN 978-7-04-021387-4

I. 基… II. ①庄…②林… III. 分析化学—化学实验—高等学校—教材 IV. O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 027893 号

策划编辑 鲍浩波 责任编辑 董淑静 封面设计 张志奇 责任绘图 吴文信
版式设计 陆瑞红 责任校对 王 雨 责任印制 宋克学

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 100011
总 机 010-58581000

经 销 蓝色畅想图书发行有限公司
印 刷 高等教育出版社印刷厂

开 本 787×1092 1/16
印 张 11.25
字 数 270 000

购书热线 010-58581118
免费咨询 800-810-0598
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>
畅想教育 <http://www.widedu.com>

版 次 2007 年 3 月第 1 版
印 次 2007 年 3 月第 1 次印刷
定 价 12.40 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 21387-00



本书是在清华大学校内使用讲义《定量化学分析实验》的基础上修改、充实编写而成的。原讲义作为清华大学化学、生物、医学、环境、化工等专业本科生的分析化学实验教材已使用了十几年。在多年的教学实践过程中,我们不断地总结经验,发现了一些有待改进的实验内容和教学方法,加之这些年来课程设置的变化以及学校对实验教学的进一步重视,我们感到非常有必要正式出版一本教材,以满足不同学科学生的基础分析化学实验的要求。

在编写《基础分析化学实验》时我们着重从以下几方面入手来体现其特点:

1. 在教材的结构上,我们把基础知识、基本操作及常用仪器与实验相结合,这样便于学生在实验前进行预习,同时也有利于学生充分利用本教材。在实验内容后我们编写了说明,其中包括需要强调的实验要点以及一些拓展方法。此外,内容的安排上本着从易到难、循序渐进的原则。

2. 教材中实验内容的选取注重经典的分析方法,针对重量分析法、酸碱滴定法、配位滴定法、氧化还原滴定法、沉淀滴定法、吸光光度法安排了近 30 个实验,每种滴定法又安排了自拟方案实验。另外,实验内容还涉及一些利用简单的电分析化学仪器进行分析测定的实验。实验内容中包括了定量化学分析中常用的沉淀分离法、离子交换分离法和纸色谱法,分析试样涉及多种类型,如溶液试样、固体粉末试样、药片试样、矿石试样等,便于不同学科实验教学的选用。

3. 鉴于清华大学非化学专业类学生也使用本教材,我们在教材的定性分析部分适当增加了一些常见元素及化合物基本性质与鉴定实验,同时考虑到非化学专业类学生所学无机化学知识较浅,因此相关原理多以总结的形式呈现。此外,在氧化还原自拟方案实验中介绍了高锰酸钾和摩尔盐的制备方法,便于学生利用掌握的化学分析方法对制备的产品进行定量分析。

4. 为了增强学生的环保意识,教材中介绍了化学实验中产生的“三废”的简单处理方法。

5. 教材中介绍的常用仪器都是目前普遍使用的,以使本书的适用面更广。

本书可与《定量化学分析》或者《分析化学》教材配套使用,也可与《无机与分析化学》教材配套使用。

本书的出版得到了高等教育出版社的大力支持和帮助,在此表示衷心的感谢。

分析化学作为一门基础课,随着学科的快速发展,相应的实验内容需要不断完善,由于编者水平有限,书中的错误和欠妥之处,恳请读者批评指正。

林金明,博士,清华大学化学系教授

庄京,清华大学化学系高级工程师

2007 年 2 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给予严厉打击。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) 58581897/58581896/58581879

传 真：(010) 82086060

E - mail：dd@hep.com.cn

通信地址：北京市西城区德外大街 4 号

高等教育出版社打击盗版办公室

邮 编：100011

购书请拨打电话：(010)58581118

目 录

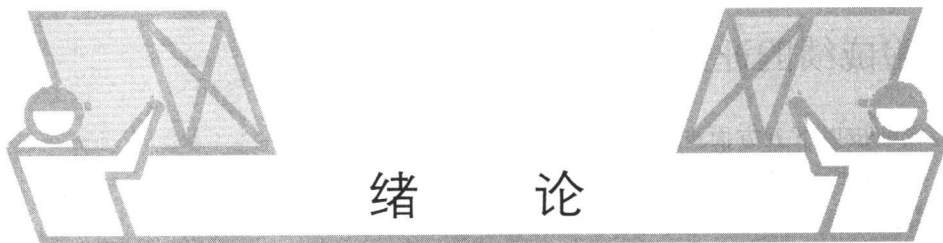


绪论	1	2.1 混合离子的分离与鉴定	21
第一部分 分析化学实验基础知识	3	2.1.1 鉴定反应的灵敏度和选择性	21
1.1 实验室安全守则	3	2.1.2 鉴定反应进行的条件	22
1.2 三废的处理	3	2.1.3 分离方法	23
1.3 实验室用水的规格、制备及检验 方法	4	2.1.4 离子分离与鉴定的原则和方法	24
1.3.1 规格及技术指标	4	2.2 定性分析基本操作	25
1.3.2 制备方法	5	2.2.1 仪器的洗涤	25
1.3.3 水质检验	5	2.2.2 试管的加热	25
1.3.4 纯水的合理选用	6	2.2.3 沉淀的离心分离	26
1.4 化学试剂的一般知识	6	2.2.4 试纸	27
1.4.1 试剂的分类	6	2.3 常见元素及化合物基本性质与 鉴定实验	28
1.4.2 试剂的规格	7	实验 1 p 区常见金属化合物的性质与 鉴定反应	28
1.4.3 试剂的选用	8	实验 2 p 区常见非金属化合物的性质 与鉴定反应	31
1.4.4 试剂的存放	8	实验 3 ds 区常见元素化合物的性质与 鉴定反应	35
1.4.5 试剂的取用	9	实验 4 d 区常见元素化合物的性质与 鉴定反应	37
1.5 分析实验中的常用器皿	10	2.4 定性分析实验	41
1.5.1 玻璃器皿	10	2.4.1 常见阴离子分离与鉴定的原理 和方法	41
1.5.2 金属器皿	12	实验 5 常见阴离子的分离与鉴定	42
1.5.3 非金属器皿	13	2.4.2 常见阳离子分离与鉴定的原理、 方法和分组	44
1.6 玻璃器皿的洗涤、干燥及常用 洗涤剂	14	实验 6 阳离子第 I 组—— Ag^+ , Pb^{2+} , Hg_2^{2+} 的定性分析	46
1.6.1 洗涤方法	14	实验 7 阳离子第 II 组—— Cu^{2+} , Cd^{2+} , Hg^{2+} , (Pb^{2+}) , Bi^{3+} , Sn^{2+} , Sn^{4+} , Sb^{3+} 的定性分析	48
1.6.2 干燥方法	15	实验 8 阳离子第 III 组—— Fe^{3+} , Fe^{2+} ,	
1.6.3 常用洗涤剂	15		
1.7 误差与分析数据处理	16		
1.7.1 有关误差的一些基本概念	16		
1.7.2 有限数据的统计处理	18		
1.7.3 有效数字及其处理规则	19		
第二部分 定性分析的基础知识和 实验	21		

II 目 录

Al^{3+} , Cr^{3+} , Mn^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} , Ni^{2+} 的定性分析	51	实验 17 有机酸摩尔质量的测定	94
实验 9 阳离子第 IV 组—— Ca^{2+} , Sr^{2+} , Ba^{2+} 的定性分析	55	实验 18 Na_2CO_3 , NaHCO_3 混合碱含量 的测定	95
实验 10 阳离子第 V 组—— K^+ , Na^+ , Mg^{2+} , NH_4^+ 的定性分析	57	实验 19 铵盐中氮含量的测定	98
实验 11 第 I ~ V 组未知阳离子混合溶液 的定性分析	58	实验 20 α -氨基酸的测定	99
第三部分 定量分析基本操作、仪器 及实验	60	实验 21 酸碱滴定法自拟方案实验	101
3.1 定量分析的一般步骤	60	实验 22 EDTA 标准溶液的配制和标定	101
3.1.1 试样的抽取和制备	60	实验 23 自来水总硬度的测定	103
3.1.2 试样的分解	60	实验 24 铋、铅混合液中各组分含量的 连续测定	104
3.1.3 分析测定方法的选择	61	实验 25 含多种金属离子溶液中 Cu^{2+} 含 量的测定	106
3.2 分析天平	61	实验 26 硅酸盐水泥熟料中 SiO_2 , Fe_2O_3 , Al_2O_3 , CaO , MgO 含量的测定	107
3.2.1 天平的分类、分级及构造原理	61	实验 27 配位滴定法自拟方案实验	111
3.2.2 天平的计量性能	62	实验 28 高锰酸钾溶液的配制和标定	111
3.2.3 双盘半机械加码分析天平	63	实验 29 过氧化氢含量的测定	113
3.2.4 单盘分析天平	65	实验 30 水中化学需氧量的测定	114
3.2.5 称量方法	67	实验 31 高锰酸钾法测定石灰石中钙的 含量	115
3.2.6 电子天平	68	实验 32 重铬酸钾—无汞盐法测定铁矿 石中铁的含量	117
3.2.7 使用天平的注意事项	70	实验 33 不锈钢中铬含量的测定	120
实验 12 分析天平的称量练习	71	实验 34 碘和硫代硫酸钠溶液的配制和 标定	121
3.3 重量分析基本操作	72	实验 35 维生素 C 药片中抗坏血酸含量 的测定	123
3.3.1 滤纸	72	实验 36 铜矿中铜含量的测定	124
3.3.2 沉淀	73	实验 37 工业苯酚纯度的测定	126
3.3.3 沉淀的过滤和洗涤	73	实验 38 氧化还原滴定法自拟方案实验	128
3.3.4 沉淀的灼烧与恒重	76	实验 39 莫尔法测定酱油中 NaCl 的 含量	130
3.3.5 干燥器	78	实验 40 佛尔哈德法测定氯化物中氯的 含量	132
实验 13 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡含量的测定	79	实验 41 法扬司法测定碘化物的纯度	134
实验 14 重量分析法自拟方案实验	81	实验 42 沉淀滴定法自拟方案实验	134
3.4 滴定分析中的主要量器	82	3.5 电分析化学仪器	135
3.4.1 滴定管	82	3.5.1 指示电极和参比电极	135
3.4.2 移液管、吸量管	86	3.5.2 Orion 818 型酸度计	137
3.4.3 容量瓶	88		
3.4.4 量器的校准	90		
实验 15 玻璃量器的校准	91		
实验 16 滴定分析基本操作练习	92		

3.5.3 Titra Mate 10 型滴定仪	137	$\text{Cu}^{2+}, \text{Fe}^{3+}$	157
实验 43 离子选择性电极测定水中氟的 含量	138	第四部分 附录	160
实验 44 电位滴定法测定谷氨酸的解离 常数及相对分子质量	140	附录 1 常见阳离子的主要鉴定反应 ...	160
3.6 吸光光度法	143	附录 2 常见阴离子的主要鉴定反应 ...	163
3.6.1 722S 型分光光度计	143	附录 3 纯水的表观密度* (ρ_w)	165
3.6.2 吸收池和比色管	144	附录 4 市售酸碱试剂的浓度、含量及 密度	165
3.6.3 作图法处理数据	145	附录 5 常用酸碱指示剂	165
实验 45 邻二氮菲吸光光度法测定微量 铁的实验条件研究及测定	146	附录 6 常用酸碱混合指示剂	166
实验 46 磷钼蓝吸光光度法测定钢铁中 磷的含量	148	附录 7 常用金属指示剂	167
实验 47 Al^{3+} -CAS-TPB 三元配合物吸 光光度法测定 Al^{3+} 的含量	151	附录 8 常用氧化还原指示剂	168
实验 48 吸光光度法测定铬和锰混合物 中的各组分含量	153	附录 9 沉淀滴定法常用指示剂	168
实验 49 离子交换法分离钴、镍及其含 量的测定	155	附录 10 常用基准物质的干燥条件及 应用	169
实验 50 纸色谱法分离 $\text{Ni}^{2+}, \text{Mn}^{2+}, \text{Co}^{2+}$,		附录 11 常用坩埚	169
		附录 12 定量分析化学实验常用仪器 清单	170
		主要参考书目	171



绪 论

一、基础分析化学实验的目的和要求

分析化学是化学四大基础课之一,是实践性很强的一门学科。基础分析化学实验与“分析化学”理论教学紧密结合,但又是一门相对独立的课程,学生通过实验应达到以下目的:

- (1) 充分运用所学化学理论知识指导实验,提高实验能力;
- (2) 正确、熟练地掌握定性、定量分析化学实验的基本操作技术;
- (3) 学习、掌握典型的分析方法;
- (4) 学会正确、合理地选择实验条件和实验仪器,并能按照要求独立地设计一些实验;
- (5) 培养严谨的科学态度和实事求是、一丝不苟的科学作风,培养独立分析、解决问题的能力,并能分析实验中误差的主要来源。

为了达到上述目的,获得较好的实验效果,必须切实做到以下几点:

- (1) 课前必须预习,理解实验原理,熟悉每一实验步骤,做好必要的预习报告。
- (2) 实验时应手脑并用,并随时把必要的数据和现象清楚、认真地记录在专用的记录本上。
- (3) 保持实验室内安静,以利于集中精力做好实验。保持实验台面清洁,仪器摆放整齐、有序,注意节约和安全。
- (4) 实验后对实验现象和取得的数据要进行实事求是的归纳、总结和计算,并且应用误差理论正确地处理和评价数据,对于误差较大的数据应加以讨论,找出产生原因,作为以后实验的借鉴。

二、实验记录和报告的要求

- (1) 应有专门的实验记录本,记录本的篇页都应编号,不得随意撕去。
- (2) 一个实验报告大体包括下列内容:实验名称、实验日期、实验目的、简要原理、实验主要步骤的简要描述及注意事项、实验数据(以表格形式)及其处理、问题讨论。其中前五项及数据记录表格应在实验预习时写好,其余内容则应在实验过程中以及实验结束时填写。
- (3) 记录和计算必须准确、简明、清楚,要使他人容易看懂。

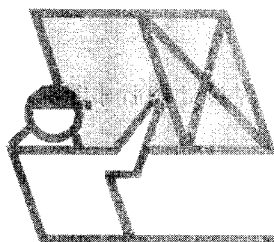
(4) 记录和计算若有错误,应划掉重写,不得涂改。每次实验结束时,应将所得数据交教师审阅,然后进行计算,绝不允许伪造数据。

(5) 记录测定数据时,应注意有效数字的位数。

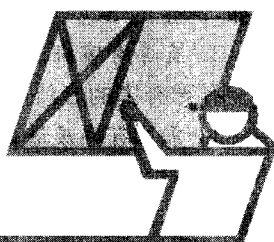
三、实验成绩的评定

实验成绩按以下五方面进行综合评定:

- (1) 对实验原理和实验中的主要环节的理解程度;
- (2) 实验的工作效率和实验操作的正确性;
- (3) 良好的实验习惯是否养成;
- (4) 实验作风是否实事求是;
- (5) 实验数据的精密度与准确度是否达到要求,实验报告的撰写以及总结讨论是否认真、深入等。



第一部分



分析化学实验基础知识

1.1 实验室安全守则

(1) 实验室内严禁饮食、吸烟,切勿以实验用容器代替水杯、餐具使用,防止化学试剂入口,实验结束后要洗手。

(2) 严禁任意混合各种化学药品。实验室中的所有药品不得擅自带离实验室。

(3) 汞盐、钡盐、铬盐、 As_2O_3 、氰化物等均有剧毒,使用时要特别小心,用过的废物、废液不得乱扔、乱倒,要回收或加以特殊处理。

(4) 使用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性的试剂时,操作要小心,防止溅伤和腐蚀皮肤、衣物等。易挥发的有毒或有强烈腐蚀性的液体和气体,要在通风橱中操作(尤其是用它们热分解试样时),溅到实验台上或地面上时要立刻用水稀释后擦掉。

(5) 分析天平、分光光度计、酸度计、自动电位滴定仪等是定量分析实验中常用的精密仪器,要在阅读仪器操作规程后或经教师讲解后再动手操作,不要随便拨弄仪器,以免损坏或发生其他事故,使用后应将仪器各部分旋钮恢复到原来位置。使用高压气体钢瓶时,应严格按操作规程进行操作。

(6) 使用电器设备时,应特别仔细,切不可用湿润的手开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不要使用,以免触电。

(7) 实验室应保持室内整齐、干净,不要将毛刷、抹布扔在水槽中。保持水槽清洁,禁止将固体物、玻璃碎片、废纸等扔入水槽内,以免造成下水道堵塞,应将其放入废纸篓。废酸、废碱等应小心倒入塑料提筒内,切勿倒入水槽,以免腐蚀下水管。

(8) 实验进行过程中,不得擅自离开实验室,水、电、煤气、酒精灯等一经使用完毕,立即关闭。离开实验室时,应仔细检查水、电、煤气及门、窗等是否关好。

1.2 三废的处理

在化学实验中会产生各种有毒有害的废气、废液和废渣。为了降低对环境的污染,要对三废进行处理。

1. 有毒气体的排放

做少量有毒气体产生的实验,应在通风橱中进行。通过排风设备把有毒废气排到室外,利用室外的大量空气进行稀释。如果实验产生大量有毒气体,应安装气体吸收装置来吸收这些气体,例如,产生的 SO_2 气体可以用 NaOH 溶液吸收后排放。

2. 有毒有害废渣的处理

有毒有害的废渣应埋在指定的地点,但是能溶解于地下水的废渣必须经过处理后才能深埋。

3. 常见有毒废液的处理

含六价铬化合物:加入还原剂(FeSO_4 , Na_2SO_3)使之还原为三价铬后,再加入碱(NaOH , Na_2CO_3),调 pH 至 6~8,使之形成氢氧化铬沉淀除去。

含氰化物的废液:一是加入硫酸亚铁,使之变为氰化亚铁沉淀除去;二是加入次氯酸钠,使氰化物分解为二氧化碳和氮气而除去。

含汞化物的废液:加入 Na_2S 使之生成难溶的 HgS 沉淀而除去。

含砷化物的废液:加入 FeSO_4 ,并用 NaOH 调 pH 至 9,以便使砷化物生成亚砷酸钠或砷酸钠与氢氧化铁共沉淀而除去。

含铅等重金属的废液:加入 Na_2S 使之生成硫化物沉淀而除去。

1.3 实验室用水的规格、制备及检验方法

1.3.1 规格及技术指标

分析化学实验对水的质量要求较高,既不能直接使用自来水或其他天然水,因为一般天然水和自来水(生活饮用水)中常含有氯化物、碳酸盐、硫酸盐、泥沙等少量无机物和有机物,影响分析结果的准确度。也不能一概使用高纯水造成浪费,而应根据分析任务和要求的不同,合理地选用不同规格的纯水。

我国已建立了实验室用水规格的国家标准(GB/T6682—92),国家标准中规定了实验室用水的一般技术指标、制备方法及检验方法。国家标准规定的实验室用水的级别分别为一级、二级、三级(表 1.3.1)。在实际工作中,有些实验对水还有特殊的要求,还需进一步检验有关的项目。

表 1.3.1 分析实验室用水的级别及主要技术指标

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
可氧化物质(以 O 计)含量/($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	—	< 0.08	< 0.4
蒸发残渣(105±2℃)含量/($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	—	≤ 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)含量/($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	< 0.01	< 0.02	—

注:1. 由于在一级水、二级水的纯度下,难以测定其真实的 pH,因此对其 pH 范围不做规定。

2. 一级水、二级水的电导率需用新制备的水“在线”测定。

3. 由于在一级水的纯度下,难以测定可氧化物质和蒸发残渣,因此,对其限量不做规定,可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

4. 人们也惯用 $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 作为电导率的单位,换算关系为 $1\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}=0.1\text{mS}\cdot\text{m}^{-1}$ 。

1.3.2 制备方法

1. 常规制备方法

(1) 蒸馏法 目前使用的蒸馏器有玻璃、石英等材料的。蒸馏法只能除去水中非挥发性的杂质,而并不能除去易溶于水的气体,蒸馏水中含有的主要杂质有 Mn^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{3+} , Mo(VI) 等,其中杂质的含量和使用蒸馏器的材料有关。

(2) 离子交换法 用离子交换法制取的纯水称为去离子水,目前多采用阴、阳离子交换树脂的混合床装置来制备。此方法的优点是制备的水量大,成本低,除去离子的能力强;缺点是设备及操作较复杂,不能除去水中非电解型杂质,使去离子水中常含有微量的有机物,而且有微量树脂溶于水中。

(3) 电渗析法 电渗析法是在离子交换法的基础上发展起来的一种方法,它是在直流电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对原水中存在的离子选择性渗透的性质而使杂质离子自水中分离出去,从而达到净化水的目的。电渗析法也不能除去非离子型杂质,且此法除去杂质的效果较低,水的质量较差,只适用于一些要求不太高的分析工作。

2. 实验室用一、二、三级水的用途及制备方法

一级水:基本上不含有溶解或胶态离子杂质及有机物。用于有严格要求的分析实验,包括对颗粒有要求的实验,如高效液相色谱分析用水。可用二级水经进一步处理制得,例如可将二级水用石英蒸馏器进一步蒸馏,通过离子交换混合床或 $0.2\ \mu\text{m}$ 的过滤膜的方法制备。

二级水:可含有微量的无机、有机或胶态杂质。用于无机痕量分析等实验,如原子吸收光谱分析、电化学分析用水。可采用蒸馏、反渗透或去离子后再经蒸馏等方法制备。

三级水:适用于一般实验室工作(包括化学分析)。可以采用蒸馏、反渗透、去离子(离子交换及电渗析法)等方法制备。三级水是最普遍使用的纯水。

制备实验室用水的原料水应当是饮用水或其他比较纯净的水。如有污染,则必须进行预处理。

1.3.3 水质检验

纯水并不是绝对不含杂质,只是杂质的含量极微少而已。纯水的检验有物理方法(测定水的电导率)和化学方法两类。根据一般分析实验室要求,现将检验纯水的主要项目介绍如下。

1. 电导率

纯水质量的主要指标是电导率,一般的分析化学实验都可参考这项指标选择适用的纯水。水的电导率越低,表示水中的离子越少,水的纯度越高。 $25\ ^\circ\text{C}$ 时,电导率为 $0.01\sim 0.05\ \text{mS}\cdot\text{m}^{-1}$ 的水称为纯水,电导率小于 $0.01\ \text{mS}\cdot\text{m}^{-1}$ 的水称为高纯水,高纯水应保存在石英或塑料容器中。

测定电导率应选用适于测定高纯水的(最小量程为 $0.002\ \text{mS}\cdot\text{m}^{-1}$)电导率仪。测定一、二级水时,电导池常数为 $0.01\sim 0.1\ \text{m}^{-1}$,进行“在线”测定(即将电极装入制水设备的出水管道中进行测定)。测定三级水时,电导池常数为 $0.1\sim 1\ \text{m}^{-1}$,用烧杯接取约 $300\ \text{mL}$ 水样,立即测定。

2. 吸光度

将水样分别注入 $1\ \text{cm}$ 和 $2\ \text{cm}$ 的比色皿中,用紫外可见分光光度计于波长 $254\ \text{nm}$ 处,以 $1\ \text{cm}$ 比色皿中的水为参比,测定 $2\ \text{cm}$ 比色皿中的水的吸光度。一级水的吸光度应 ≤ 0.001 ; 二

级水的吸光度应 ≤ 0.01 ;三级水可不测水样的吸光度。

3. pH

用酸度计测定与大气相平衡的纯水的 pH,一般应为 6 左右。在空气中放置较久的纯水,因溶解有 CO_2 , pH 可降至 5.6 左右。采用简易化学方法测定:取两支试管,各加入 10 mL 水,于其中一支试管中滴加 2 滴 0.2% 甲基红指示剂,不得显红色;于另一支试管中滴加 5 滴 0.2% 溴百里酚蓝指示剂,不得显蓝色。

4. 硅酸盐

取 30 mL 水样于一小烧杯中,加入 5 mL $4 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HNO}_3$, 5 mL 5% 钼酸铵溶液,室温下放置 5 min 后,加入 5 mL 10% Na_2SO_3 溶液,摇匀,目视有否蓝色,如呈现蓝色则为不合格。

5. 易氧化物

取 100 mL 二级水或 100 mL 三级水于烧杯中,加入 10 mL $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硫酸溶液,煮沸后再加入 5 滴 $0.02 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{KMnO}_4$ 溶液,盖上表面皿,将其煮沸并保持 5 min,溶液仍呈粉红色则符合易氧化物限度要求,如无色则不符合易氧化物限度要求。

6. 氯化物

取 20 mL 待检验的水于试管中,用 1 滴 $4 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HNO}_3$ 酸化,加入 2 滴 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{AgNO}_3$ 溶液,摇匀后如出现白色乳状物,则不合格。

7. 钙镁离子

取 10 mL 待检验的水,加 5 mL pH=10 的氨性缓冲溶液及 1 滴铬黑 T 指示剂,如呈现紫红色则不合格。

8. 二氧化碳

取水样 30 mL 于玻璃塞磨口锥形瓶中,加入 25 mL 氢氧化钙试液,塞紧塞子,摇匀后静置 1 h,不得有浑浊。

9. 不挥发物

取 100 mL 水样,在水浴上蒸干,并在烘箱中于 105°C 干燥 1 h,所留残渣不超过 0.1 mg 为合格。

1.3.4 纯水的合理选用

纯水来之不易,也较难于存放,要根据不同的情况选用适当级别的纯水。在保证实验要求的前提下,要注意节约用水。在定量化学分析实验中,一般使用三级水,有时需将三级水加热煮沸后使用。特殊情况下也需使用二级水。

本书中实验用水为去离子水,是自来水经电渗析器提纯后再经离子交换树脂处理制备的离子交换水。也可使用只经电渗析器提纯的水,其质量接近于三级水。

1.4 化学试剂的一般知识

1.4.1 试剂的分类

化学试剂是一类具有各种纯度标准,用于教学、科学研究、分析测试,并可作为某些新兴工业

所需的纯和特纯的功能材料和原料的精细化学品。化学试剂种类繁多,目前世界各国对化学试剂尚无统一的分类方法和分级标准,各国都有自己的国家标准或其他标准(如行业标准、学会标准等)。近年来,国际标准化组织(ISO)已陆续颁布了很多种化学试剂的国际标准,国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)对化学标准物质的分类方法也已做了规定。

我国化学试剂的产品标准有国家标准(GB)、化学工业部标准(HG)和企业标准(QB)三级。我国编制的化学试剂经营目录,按试剂用途、化学组成将化学试剂分为十大类,如表 1.4.1 所示。

表 1.4.1 化学试剂分类表

序 号	名 称	说 明
1	无机分析试剂	用于化学分析的无机化学品,如金属、非金属单质、氧化物、酸、碱、盐等
2	有机分析试剂	用于化学分析的有机化学品,如烃、醛、酮、醚及其衍生物等
3	特效试剂	在无机分析中测定、分离、富集元素时所专用的一些有机试剂,如沉淀剂、显色剂、螯合剂等
4	基准试剂	主要用于标定标准溶液的浓度。这类试剂的特点是纯度高、杂质少、稳定性好、化学组成恒定
5	标准试剂	用于化学分析、仪器分析时作对比的化学标准品,或用于校准仪器的化学品
6	指示剂和试纸	用于滴定分析中指示滴定终点,或用于检验气体或溶液中某些物质存在的试剂。试纸是用指示剂或试剂溶液处理过的滤纸条
7	仪器分析试剂	用于仪器分析的试剂
8	生化试剂	用于生命科学研究的试剂
9	高纯试剂	用作某些特殊需要的工业材料(如电子工业原材料、单晶、光导纤维)和一些痕量分析用试剂。其纯度一般在 4 个“9”(99.99%)以上,杂质总量控制在 0.01% 以下
10	液晶	液晶是液态晶体的简称,它既具有流动性、表面张力等液体的特征,又具有光学各向异性、双折射等固态晶体的特征

1.4.2 试剂的规格

化学试剂的规格又称试剂级别,反映试剂的质量。试剂规格一般按试剂的纯度、杂质含量来划分。我国的试剂规格基本上按纯度划分为高纯、光谱纯、基准、分光纯、优级纯、分析纯和化学纯等 7 种。国家和主管部门颁布质量指标的化学试剂规格主要是优级纯、分析纯、化学纯和实验试剂 4 种规格(见表 1.4.2)。

表 1.4.2 化学试剂的规格和适用范围

名 称	级 别	英 文 符 号	标 签 颜 色	适 用 范 围
优级纯试剂 (保证试剂)	一级品	GR (guarante reagent)	绿 色	精密分析实验
分析纯试剂	二级品	AR (analytical reagent)	红 色	一般分析实验
化学纯试剂	三级品	CP (chemical pure)	蓝 色	一般化学实验

续表

名 称	级 别	英 文 符 号	标 签 颜 色	适 用 范 围
实验试剂	四级品	LR (laboratorial reagent)	棕 色 或其他颜色	一般化学实验辅助试剂

1.4.3 试剂的选用

在分析工作中,应根据分析方法及其灵敏度与选择性、分析对象的含量及对分析结果准确度的要求等具体情况合理选用相应级别的试剂,因为化学试剂的纯度越高,其生产或提纯过程越复杂且价格越高,高纯试剂和基准试剂的价格就要比一般试剂高数倍至数十倍。所以,在满足实验要求的前提下,选用试剂的级别应就低不就高,做到既不超级别造成浪费,亦不能随意降低试剂级别而影响分析结果。试剂的选用应考虑以下几点:

(1) 滴定分析中常用的标准溶液,一般应先用分析纯试剂进行粗略配制,再用工作基准试剂进行标定。对于某些对分析结果要求不是很高的实验也可以用优级纯或分析纯试剂代替工作基准试剂。如果实验所需标准溶液的量很少,也可用工作基准试剂直接配制标准溶液。滴定分析中所用的其他试剂一般均为分析纯。

(2) 仪器分析实验中,一般选用优级纯、分析纯或专用试剂,测定痕量成分时应选用高纯试剂。

(3) 在仲裁分析中,一般选用优级纯和分析纯试剂。

(4) 很多种试剂就其主体含量而言优级纯和分析纯相同或相近,只是杂质含量不同。如果实验对所用试剂的主体含量要求高,则应选用分析纯试剂。如果所做实验对试剂的杂质含量要求很严格,则应选用优级纯试剂。

(5) 如果现有试剂的纯度不能满足实验的要求时,或对试剂的质量不能确定时,可对试剂进行适当的检验或进行一次乃至多次提纯后再使用。

本书中的实验,除另有注明外,所用试剂的级别均为分析纯。

1.4.4 试剂的存放

化学试剂如存放保管不善则会发生变质,变质试剂不仅是导致分析误差的主要原因,而且还会使分析工作失败,甚至引起事故。因此,了解影响化学试剂变质的原因,妥善存放保管化学试剂在实验室中是一项十分重要的工作。

1. 影响化学试剂变质的因素

(1) 空气的影响 空气中的氧易使还原性试剂氧化而破坏。强碱性试剂易吸收二氧化碳而变成碳酸盐;水分可以使某些试剂潮解、结块;纤维、灰尘能使某些试剂还原、变色等。

(2) 温度的影响 试剂变质的速度与温度有关。夏季高温会加快不稳定试剂的分解;冬季寒冷会促使甲醛聚合而沉淀变质。

(3) 光的影响 日光中的紫外线能加速某些试剂的化学反应而使其变质。例如银盐,汞盐,溴和碘的钾、钠、铵盐和某些酚类试剂。

(4) 杂质的影响 不稳定试剂的纯净与否对其变质情况的影响不容忽视。例如纯净的溴化

汞实际上不受光的影响,而含有微量的溴化亚汞或有机物杂质的溴化汞遇光易变黑。

(5) 贮存期的影响 不稳定试剂在长期贮存后可能发生歧化聚合、分解或沉淀等变化。

2. 化学试剂的存放

一般化学试剂应存放在通风良好、干净和干燥的地方,应远离火源,并注意防止水分、灰尘和其他物质的污染。

(1) 固体试剂应保存在广口瓶中,液体试剂应保存在细口瓶或滴瓶中,见光易分解的试剂如 AgNO_3 , KMnO_4 , 过氧化氢, 草酸等应盛在棕色瓶中并置于暗处;容易侵蚀玻璃而影响试剂纯度的如氟化物、氢氧化钾等,应保存在塑料瓶中。盛碱的瓶子要用橡皮塞,不能用磨口塞。

(2) 吸水性强的试剂,如无水碳酸钠、苛性碱、过氧化钠等应严格用蜡密封。

(3) 剧毒试剂应设专人保管,经一定程序取用,以免发生意外。

(4) 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。易燃的试剂如乙醇、乙醚、苯等与易爆炸的试剂如高氯酸、过氧化氢、硝基化合物,应分开存在阴凉通风的地方。灭火方法相抵触的化学试剂不能同室存放。

(5) 特种试剂如金属钠应浸在煤油中、白磷应浸在水中保存。

1.4.5 试剂的取用

1. 固体试剂的取用

取用固体试剂时应使用洁净、干燥的牛角匙或不锈钢药匙、塑料匙等,注意必须专匙专用。要称取一定量固体试剂时,可将试剂放在称量纸上或称量瓶、表面皿等干燥洁净的玻璃容器内,根据要求选用不同精度的天平进行称量。注意称量具有腐蚀性或易潮解的试剂时,不能使用称量纸。

2. 液体试剂的取用

(1) 从细口试剂瓶中取用试剂的方法 取下瓶塞,左手拿住试管或量筒等容器,右手握住试剂瓶贴有标签的一面,倒出所需量的试剂,倒完后应将瓶口在容器内壁上靠一下,注意处理好“最后一滴试剂”,再移开试剂瓶,以免液滴沿试剂瓶外壁流下。

将液体试剂倒入烧杯时,应用右手握试剂瓶贴有标签的一面,左手拿玻璃棒,使玻璃棒的下端斜靠在烧杯壁上,将瓶口靠在玻璃棒上,使液体沿玻璃棒流入烧杯中。

(2) 滴瓶中试剂的取用方法 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排去空气,再把滴管伸入试剂瓶中吸取试剂。向试管中滴加试剂时,滴管口应置于试管口的上方滴加,严禁将滴管伸入试管内。一个滴瓶上的滴管不能用来移取其他试剂瓶中的试剂,且不能将滴管放在原滴瓶以外的任何地方以免沾污,此外也不能将自己的滴管伸入公用试剂瓶中吸取试剂造成污染。

注意在取用试剂前,要核对标签,确认无误后方能取用。各种试剂瓶的瓶盖取下不能随意乱放,一般应倒放在实验台上。取用试剂后要及时盖好瓶塞,不要盖错,并将试剂瓶及时放回原处,避免影响他人使用。

取用试剂要注意节约,用多少取多少,多余的试剂不应倒回原试剂瓶内,有回收价值的,可放入回收瓶中。

取用易挥发的试剂,如浓 HCl , 浓 HNO_3 , Br_2 等,应在通风橱中操作,防止污染室内空气。