



“十二五”职业教育国家规划教材
经全国职业教育教材审定委员会审定
专业基础课教材系列

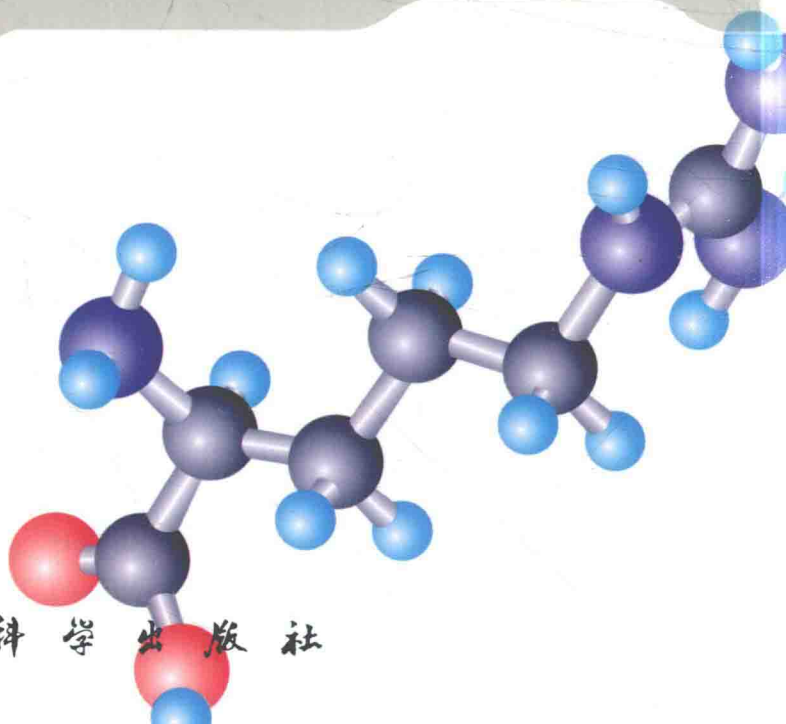
分析化学及实验 (第二版)

ANALYTICAL CHEMISTRY AND
EXPERIMENT

吴明珠 曹子英 主编



科学出版社





“十二五”职业教育国家规划教材
经全国职业教育教材审定委员会审定

专业基础课教材系列

分析化学及实验

(第二版)

主 编	吴明珠	曹子英
副主编	邓冬莉	李春梅
	项朋志	费文庆
参 编	李 芬	傅深娜
	周永福	陈本寿
	刘振平	王春燕
	刘 超	严和平

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书是“十二五”职业教育国家规划教材。全书分为绪论、滴定分析实验准备、酸碱平衡与强碱滴酸法、酸碱平衡与强酸滴碱法、配位平衡与配位滴定法、氧化还原平衡与氧化还原滴定法、沉淀平衡与沉淀滴定法、重量分析法共8个项目,每个项目均用相应的实验引出理论知识,具有内容实用、教学针对性强等特点。

本书既可作为化工、医药、食品、环保、轻工等高等职业院校、应用型本科院校的专业用书,也可作为化学分析检验工作者的参考用书。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学及实验/吴明珠,曹子英主编.—2版.—北京:科学出版社,2015

“十二五”职业教育国家规划教材·经全国职业教育教材审定委员会审定
·专业基础课教材系列

ISBN 978-7-03-042939-1

I. ①分… II. ①吴…②曹… III. ①分析化学-化学实验-高等职业教育-教材 IV. ①0652.1

中国版本图书馆CIP数据核字(2015)第000291号

责任编辑:沈力匀/责任校对:刘玉靖

责任印制:吕春珉/封面设计:耕者设计工作室

版式设计:科地亚盟

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

北京鑫丰华彩印有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2012年9月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2016年1月第 二 版 印张:20 1/2

2016年1月第一次印刷 字数:460000

定价:46.00元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈鑫丰华〉)

销售部电话 010-62134988 编辑部电话 010-62135235 (VC04)

版权所有,侵权必究

举报电话:010-64030229; 010-64034315; 13501151303

第二版前言

根据教育部职业教育与成人教育司制定的《高等职业学校专业教学标准》(以下简称《标准》)规定,分析化学与分析化学实验(实训)课程是高职高专生化与药品类专业(如工业分析与检验、药物分析技术、药品质量检测技术、食品分析与检验、环境监测与治理技术等)的基础课程。《标准》建议:分析化学课程应开设 50~90 学时理论和 50~80 学时实验(实训)。重庆工业职业技术学院工业分析与检验专业开设分析化学理论及实验(实训)课程各为 76 学时,应用化工技术、化学制药技术等相关专业开设分析化学及实验(实训)课程各为 57 学时。分析化学理论及实验(实训)课程设置的初衷是使学生通过理论学习,解决分析工作中的实际问题。

然而,目前绝大多数的教材及教学方法机械地把分析化学与分析化学实验(实训)割裂开来,导致理论与实践严重脱节,使学校通过理论与实践一体化课程培养高端技能型人才的目标无法实现。

本书在重庆工业职业技术学院、重庆工贸职业技术学院、云南国防工业职业技术学院等国家、省市示范高职院校多年教学探索与改革的基础之上编写而成。编者主张从实际操作中学习理论、在经验中积累知识,要求学生将“做中学技能”和“做中学理论”贯穿于“做中学”的全过程。全书内容以化学分析工、检验工《国家职业标准》为基准,对分析化学课程的体系进行了重构。将理论知识与实验技能相结合,共由八大项目构成,每个项目细分为 2~5 个任务,任务难度依次递增。每个任务又由多个子任务串联而成,第一个子任务为“做中学”的“做”,现象解释、公式运用、误差分析等子任务则为“做中学”的“学”。学生在每个任务中,通过完成具体的实验(实训),达到学习技能和反馈知识缺陷的目标,再通过相应的理论串讲填补空白,以解决同类任务中的实际问题。

本书有五大特点:

(1) 符合认知规律。编者按照循序渐进、熟能生巧的认知规律,注重项目之间和项目内各任务之间的递进关系,使学生达到即学即用的目的。

(2) 重点和难点用相似的实验进行重复强化,而不是简单地一删了之,达到从感性认识上升到理性认知的目的。

(3) 实用性强。本书中的实验都是日常教学实验,仪器和药品容易购买,不涉及剧毒药品,可操作性强。

(4) 翻阅方便。每个实验均有其对应的理论知识点,不用像翻阅字典一样在课本上寻找。

(5) 针对性强。本书另附针对高职学生需要通过职业技能考试的配套习题集《分析化学学习指导与习题集》。

《分析化学及实验》(第一版)已在重庆工业职业技术学院、云南国防工业职业技术

学院等多所院校作为教材使用。编者充分研究了第一版在使用过程中反映出的经验和瑕疵，予以修改、补充和完善，完成了本书的编写工作。本书由重庆工业职业技术学院吴明珠（项目3~项目5，全书统编）、重庆工贸职业技术学院曹子英（项目6、项目7）担任主编；重庆工业职业技术学院邓冬莉（项目2）、重庆大学李春梅（项目1）、云南国防工业职业技术学院项朋志（项目8）、重庆医药高等专科学校费文庆（附录）担任副主编。参与本书编写的人员还有重庆工业职业技术学院李芬、傅深娜和周永福，重庆化工职业学院陈本寿，重庆安全技术职业学院刘振平，重庆能源职业学院王春燕，红河卫生职业学院刘超、红河学院严和平等，在此表示衷心感谢！

本书的编写工作是在重庆工业职业技术学院、重庆工贸职业技术学院、重庆化工职业学院、重庆安全技术职业学院、云南国防工业职业技术学院等校领导的决策和支持下完成的，在此表示衷心感谢！

在编写本书过程中，编者参考了本书所列的国内相关著作，从中得到了许多启发和收益，在此一并表示感谢！

由于编者水平有限，编写时间紧迫，书中难免存在疏漏和不妥之处，恳请读者批评指正。

第一版前言

分析化学及实验是化学化工类专业必修的一门基础性理论和实践课程。然而，目前的教材和教学方法多把该课程分为理论和实验两个部分进行，从而导致理论与实践严重脱节。本书是作者在多年的教学探索与改革的基础上编写而成。本书在内容上注重内容的前后递进和衔接，实践技能与理论知识相结合体现适度、够用和适用的特点。教学模式一改传统的“理论→实践”模式为“实践→理论→实践提高”模式。教学过程充分体现以学生为中心，要求学生在完成教师提出的一个实验任务后提出相应的问题及知识点，教师针对知识点及学生遇到的问题进行理论知识的讲解与拓展。实践证明这种方式极大地提高了学生的学习主动性和对分析化学及实验的热爱，同时也加深了学生对知识的掌握和理解。

本书由重庆工业职业技术学院的吴明珠担任主编，重庆工业职业技术学院李芬、云南国防工业职业技术学院周明善和重庆化工职业学院陈本寿担任副主编，重庆工业职业技术学院李应担任主审。同时参与编写的人员还有重庆工业职业技术学院付深娜和邓冬莉、云南国防工业职业技术学院项朋志、重庆化工职业学院高小丽和刘筱琴。

本书的开发是在重庆工业职业技术学院、云南国防工业职业技术学院和重庆化工职业学院领导的决策和支持下完成的，在此表示衷心感谢！

本书既可作为高等院校特别是高等职业学院化工、医药、环保等专业的分析化学及实验教材，也可作为成人高校化工类专业学生及化工、制药、环保等企业人员的参考用书。

由于编者水平有限，编写时间紧迫，书中难免存在错误和不妥之处，恳请读者批评指正。

目 录

项目 1 绪论	1
任务 1.1 认识分析化学	1
任务 1.2 认识分析化学实验	7
项目 2 滴定分析实验准备	12
任务 2.1 认识分析用水和化学试剂	12
任务 2.2 认识和操作滴定分析常用量器	17
任务 2.3 校准滴定分析常用量器	31
项目 3 酸碱平衡与强碱滴酸法	39
任务 3.1 配制与标定强碱标准溶液	39
任务 3.2 强碱滴定一元强酸模式	50
任务 3.3 强碱滴定一元弱酸模式	69
任务 3.4 强碱滴定多元弱酸模式	83
任务 3.5 强碱滴定极弱酸模式	96
项目 4 酸碱平衡与强酸滴碱法	99
任务 4.1 配制与标定强酸标准溶液	99
任务 4.2 强酸滴定一元弱碱模式	107
任务 4.3 强酸滴定混合碱模式	115
任务 4.4 强酸滴定一元强碱模式下测量数据的处理和表达	118
项目 5 配位平衡与配位滴定法	153
任务 5.1 配位滴定法	153
任务 5.2 无副反应的配位滴定模式	165
任务 5.3 有副反应的配位滴定模式	189
任务 5.4 控制酸度分步准确滴定的配位滴定模式	198
项目 6 氧化还原平衡与氧化还原滴定法	210
任务 6.1 可逆对称氧化还原滴定模式（铈量法）	210
任务 6.2 不可逆对称氧化还原滴定模式（高锰酸钾法）	232
任务 6.3 不可逆对称氧化还原滴定模式（间接碘量法）	242
任务 6.4 不可逆对称氧化还原滴定模式（直接碘量法）	248

项目 7 沉淀平衡与沉淀滴定法	254
任务 7.1 莫尔法	254
任务 7.2 佛尔哈德法	270
任务 7.3 法扬司法	276
项目 8 重量分析法	283
任务 8.1 直接灰化法 (气化法)	283
任务 8.2 沉淀重量法	289
主要参考文献	301
附录	302
附录 1 常用酸碱的密度和浓度	302
附录 2 常用缓冲溶液的配制	302
附录 3 常用基准物质的干燥条件和应用	303
附录 4 常用指示剂	304
附录 5 弱酸/弱碱在水中的离解常数 (25°C , $I=0$)	307
附录 6 配合物的稳定常数 ($18\sim 25^{\circ}\text{C}$)	309
附录 7 氨羧配位剂类配合物的稳定常数 ($18\sim 25^{\circ}\text{C}$, $I=0.1$)	313
附录 8 标准电极电位表 ($18\sim 25^{\circ}\text{C}$)	314
附录 9 某些氧化还原电对的条件电位	317
附录 10 微溶化合物的溶度积常数 ($18\sim 25^{\circ}\text{C}$, $I=0$)	317

项目 1 绪 论

人类在物质世界中生存,就要认识和评估各种物质,以便生产和利用,保持人与自然的可持续发展。为此,除了认识物质的物理性质之外,还要获得物质的化学组成和性质的信息,这就需要分析化学。

任务 1.1 认识分析化学



任务分析

本任务要求学生在学习分析化学课程之前,首先从分析化学的任务和作用出发,从历史发展的角度,用与时俱进的观点定义分析化学的概念,认识分析化学是由化学分析法和仪器分析法共同组成的。分析化学按照方法可分为分离和分析两部分,按照任务可以分为定性、定量、结构分析三部分。要求学生有端正的学习态度,在了解样品分析测试的一般过程的基础上,对分析化学进行分类,并展望分析学科的发展趋势。



知识平台

1.1.1 了解分析化学的历史变革

化学源于炼金术,早在古代的青铜冶炼、酒类酿造等工艺中,就已经蕴含了简易的分析鉴定手段。“火法试金”的分析含义就更为明确。15~16 世纪,化学开始摆脱炼金术的束缚,但仍从属于医学和冶金,没能成为一门独立的学科。17 世纪,欧洲的冶金、机械等工业相当发达,积累了丰富的金属分析知识,英国化学家波义耳(R. Boyle)把这些知识加以整理,第一次提出“分析化学”这一名称。到了 19 世纪中叶,德国化学家 C. R. 富雷新尼乌斯(C. R. Fresenius)、F. 莫尔(F. Mohr)、W. 奥斯特瓦尔德(W. Ostward)等先后发表了专著《定性分析导论》、《定量分析导论》和《化学分析滴定法专论》,标志着分析化学作为一门化学的分支学科已经初步形成。

1894 年,奥斯特瓦尔德指出,“分析化学,即鉴定各种物质和测定其成分的技术,在科学的应用中占有显著地位。因为,为了科学和技术的目的而应用化学过程的任何场合,都会出现用分析化学才能解答的问题。”在 20 世纪 50~60 年代的教科书中,则称分析化学是研究物质的组成的测定方法和有关原理的一门科学。按照任务的不同,分析化学可分为定性分析和定量分析两个部分。定性分析的任务是确定试样由哪些组分(元

素、离子或化合物)组成;定量分析的任务则是测定物质中各组分的含量,或确定物质中各组成部分的量的关系,如物质组成的质量分数、溶液的浓度等。分析化学中的分析是分离和测定的结合,分离和测定是构成分析方法的两个既相互独立又相互联系的基本环节。无论是天然存在的还是人工制造的物质,都不是绝对纯的,分离是使物质纯化的一种手段,一般有两条基本途径:一条是将所要分析的物质从混合物中提取出来;另一条则是将杂质提取出来。这两条途径是同一原理的不同实现方式。20世纪90年代,结构分析归入了分析化学。因此,分析化学是以解决实际问题为目的,是测量物质的组成和结构的学科,也是研究分析方法的学科,它不直接提供和合成新型的材料或化合物,而是提供与这些新材料、新化合物的化学成分和结构相关的信息,以及研究获取这些信息的最优方法和策略。

1.1.2 区别化学分析法和仪器分析法

分析化学常常细分为化学分析法和仪器分析法两大类。

化学分析法是以化学反应为基础,依据实验测定的质量或体积,利用化学计量关系来确定试样中某成分含量的方法。化学分析法根据测量仪器的不同,可再分为滴定分析法和重量分析法。对于滴定分析法,关键是要有标准物质,指示剂能正确指示出终点,且滴定反应的方程式计量关系成立。对于重量分析法,不需要标准物质,只要求沉淀的形式与其化学式一致。化学分析法多使用酸式滴定管、碱式滴定管、锥形瓶、烧杯、坩埚等简单的分析仪器,进行常量分析(被测组分含量 $>1\%$)时,有经验的工作者可以做到相对误差达 $0.1\%\sim 0.2\%$,因而准确度较高,但不适用于微量分析(被测组分含量 $<1\%$)。该法由于历史悠久,是分析化学的基础,因此又称为经典分析法。

到19世纪中叶,在吸收、融合了各学科的最新成果后,特别是在相对原子质量、元素周期律及物理化学中的溶液理论的基础上,经典分析法得到了极大的发展,主要表现在四个方面。一是建立了一大批适合于不同物质的分离技术和分析方法,如沉淀分离、溶剂萃取分离、离子交换分离、电解分离等。但分离是有限度的,有些混合物性质相似,导致分离非常困难,如果不分离,共存的组分又互相干扰。在化学分析中,常常从分离操作中演变出其他方法,如掩蔽方法等。二是设计、创制了一大批实验器具。三是为基本化学定律的确立做出了贡献。四是为探寻新元素(尤其是那些分散的性质相近难以分离的新元素)提供了条件。经过19世纪的发展,到20世纪20~30年代,化学分析法已基本成熟,它不再是各种分析方法的简单堆砌,已经从经验上升到了理论认识阶段,建立了分析化学的基本理论,如分析化学中的滴定曲线、滴定误差、指示剂的作用原理、沉淀的生成和溶解等基本理论。

20世纪40年代以后,一方面由于生产和科学技术发展的需要,另一方面由于物理学革命使人们的认识进一步深化,分析化学也发生了革命性的变革,从传统的化学分析法发展为仪器分析法。仪器分析法是指采用比较复杂或特殊的仪器设备,通过测量物质的某些物理或物理化学性质的参数及其变化来获取物质的化学组成、成分含量及化学结构等信息的一类方法。也就是说,仪器分析法是利用各种学科的基本原理,采用电学、

光学、精密仪器制造、真空、计算机等先进技术探知物质化学特性的分析方法。因此仪器分析法是体现学科交叉、科学与技术高度结合的一个综合性极强的科技分支。

在仪器分析的历史上,首先兴起的是电重量分析法。美国化学家 J. W. 吉布斯(J. W. Gibbs)把电化学反应应用于分析化学中,用电解法测定铜,但这种电重量分析法存在耗时长、易氧化的缺点,化学家在研究中把物质的电化学性质与容量分析法结合起来,发展了电位滴定法、极谱分析法和库仑分析法等容量分析法。1906 年,俄国植物学家茨维特认识到色谱现象和分离方法有密切联系,他用这种方法分离了植物色素,并系统地研究了上百种吸附剂,奠定了色谱分析法的基础。20 世纪 30 年代,具有离子交换性能的合成树脂问世,提高了色谱分离技术。由于单纯的分离意义不大,20 世纪 50 年代,人们开始将分离方法和各种检测系统连接起来,分离与分析同时进行,于是人们设计和制造了大型色谱分析仪。除了上述的方法以外,现代仪器分析法还有磁共振法、射线分析法、电子能谱法、质谱法、光谱法等。仪器分析的发展极为迅速,应用前景极为广阔。

随着 20 世纪初仪器分析法的崛起,有些经典分析法失去了实际使用价值,但有许多方法仍然被继续发展和应用。在今天,滴定分析法和重量分析法作为标准的常规分析方法,仍在许多领域发挥着重要作用。本书主要讨论经典分析法中目前应用最广泛的滴定分析法和重量分析法所涉及的有关化学概念及知识,这些概念和知识也是仪器分析法的化学背景。

1.1.3 分类分析化学

现代分析化学的发展,已要求它的任务从单纯的提供数据上升到解决实际问题,求得目标答案,这就需要应用各种分析方法达到目的。因此,有必要按照分析任务、分析对象、测定原理、操作方法和具体要求不同对分析化学进行分类,如图 1.1 所示。

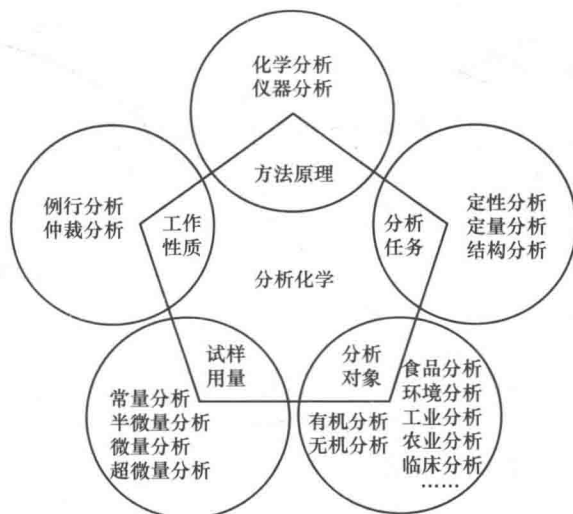


图 1.1 分析化学的分类

根据分析任务,若测量目的不同,分析化学可分为定性分析、定量分析和结构分析。定性分析的任务是鉴定物质的组分,即物质由哪些元素、原子团或有机官能团组成;定量分析的任务是测定物质中有关组分的含量;结构分析的任务是研究物质内部的分子结构或晶体结构。日常工作中应用最多的往往是定量分析。若测量范围不同,分析化学可再分为全分析和特定组分分析。全分析是指找出样品中的所有组分,所有组分的质量之和等于原始样品的质量,如探月岩石分析就属于全分析。特定组分分析是指找出样品中一个或几个特定组分,如通过对大气中的 NO_x 、 SO_2 等的分析就可以得出空气污染信息。日常分析工作中往往以特定组分分析居多。

根据分析对象,若物质属性不同,分析化学可分为无机分析和有机分析。无机分析通常要求鉴定试样由哪些元素或哪些原子、离子或化合物组成,各组分含量是多少,有时也要求测定其存在形式。由于有机物的组成元素不多,结构一般比较复杂,有机分析除了要求鉴定组成元素外,更重要的是进行官能团分析和结构分析。

根据试样用量,若操作规模不同,分析化学可分为常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析,分类情况如表 1.1 所示。

表 1.1 不同分析方法的试样、试液用量

方 法	试样用量/g	试液用量/mL	方 法	试样用量/mg	试液用量/mL
常量分析	>0.1	>10	微量分析	$0.1 \sim 10$	$0.01 \sim 1$
半微量分析	$0.01 \sim 0.1$	$1 \sim 10$	超微量分析	<0.1	<0.01

另外,出于不同的分析目的,分析化学也可以分为:在分析过程中并不损坏试样的无损分析;对试样的微小空间中的物质进行分析的微区分析;对固体试样的表面组成和分布进行分析的表面分析;一般化验室日常生产中的例行分析;不同实验室对分析结果有争议时,呈请上级检验机关或作为第三者的权威机构,用公认的方法进行裁判的仲裁分析等。若按照分析物的自然属性分类,分析化学还可以分为水质分析、食品分析、钢铁分析、矿物分析、环境分析等。

1.1.4 分步实施分析过程

在实际的分析过程中,根据选择的分析方案,从样品中被测组分和共存组分的性质与含量,以及对分析测定的具体要求等出发,制定具体的测定方法。在确定样品的分析方法之后,经过采样、预处理、测定、分析结果处理和表达等几个环节,才能得到准确的分析结果。

1. 采样

分析样品是分析对象的代表,采样时必须注意所取分析样品的代表性。一次成功的采样在统计上应满足两点:一是样本均值能提供总体均值的无偏差估计,这个目的只有当总体中所有组成部分都有机会被抽入样本时才能达到;二是样本分析结果应能够提供总体方差无偏差估计,以便进行显著性试验,这个目的只有使用随机采样方法才能达到,即将分析对象全体划分成不同编号的部分,再根据随机数进行采样。

食品分析常采用随机采样法,如图1.2所示。将36箱产品按顺序编号。36的平方根为6,可以从36箱中选择6箱作为样品。可以采用两种方法随机选取6个箱子。一种方法是,把36箱分别编号的纸条放在一个盒子中,随机抓取一张记下号码,再将那张纸条放回盒子,以保证抽取的概率不变。重复上述做法,直到选取不同的号码。另一种方法是,确定每个箱子中有36小包,应当在选出的6个箱子中每个选出6小包。先把第一只箱子腾空,留下6小包,再从其余5箱中每箱取出6小包,放回第一只箱子中,然后将第一只箱子中取出的30小包分别填满其余5个箱子,并将其重新封装好,放回大批之中。这种做法又称为“回填法”。

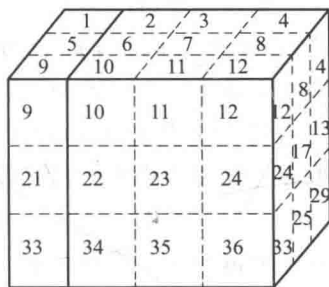


图1.2 随机采样方法示例

为降低成本,实际工作中常常采用非随机采样法。例如,环境分析中的土壤采样,一般采样深度取耕作层的20~40cm,布点视情况不同,灌溉污染田块用对角线等距采样法,小面积的均匀土壤用梅花形采样法,中等面积的用棋盘式采样法,大面积的整地块用蛇形采样法,如图1.3所示。

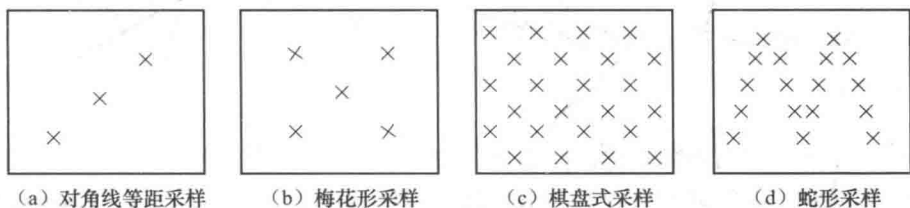


图1.3 环境分析中土壤采样布点法示例

由于采样收集到的原始样品量常常相当大,需要通过一定的步骤进行缩减。以组成不均匀的矿石物料为例,原始样品需要经过多次破碎、过筛、混匀和缩分才能获得测定所需的样品。破碎样品时,由于不同矿物的机械强度不同,破碎程度不同,有的矿会富集在粗粒中,有的矿会富集在细粒中,因此,过筛时没有通过筛孔的粗粒不能丢弃,应该重新破碎,直到全部通过筛孔为止。在缩分时,如果样品量较大,则多采用机械分样器;如果样品量较小,则可用“四分法”进行缩分。将原始样品混匀后,堆成锥状,再压扁成圆饼状,然后通过中心垂直分割成4等份,弃去任意对角的2份,样品的量便缩减到原来的一半,如图1.4所示。

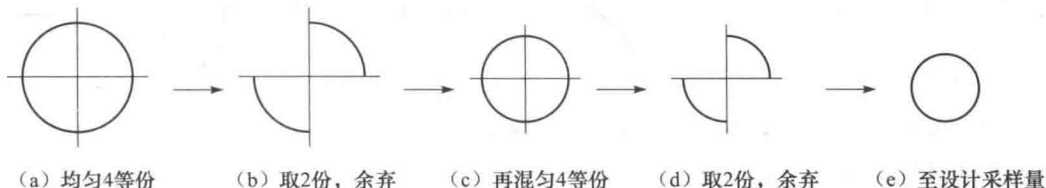


图1.4 “四分法”缩分样品过程示例

液体样品可以分为天然水(河、湖、海、地下)、用水(饮用、工业、灌溉)、排放水(工业废水、城市污水),均是采上、中、下层水样进行混合。根据分析项目要求,采样位置有多变性:大河河水取左右两岸和中心线;中小河河水采样时,先3等分中小河,距岸1/3处取样;湖水从四周入口、湖心和出口采样;海水可粗分为近岸和远岸取水;生活污水取样与作息时间和季节性食物种类有关;工业废水取样与产品和工艺过程及排放时间有关。

气体样品的采集主要有网格、同心圆、扇形、功能区等四种布点法。污染源较多而且很分散时用网格布点法。将整个监测区域画成方形网格,在网格线的结点或方格的中心布设采样点。点的数目和间距要根据人力、物力和实际情况决定。有多个较集中的污染源时用同心圆布点法,以污染源为中心,在地面上画出若干个同心圆,再从圆心向周围引出若干条辐射线,同心圆的间距越向外越大(如4:10:20:40),在每个圆上分别设几个采样点。针对单个高架点源采用扇形布点法,以烟羽流向为轴线,在点源下风方向的地面上定出一个扇形区域作为布点范围,扇形的角度一般约为 45° ,也可取 60° ,但不宜大于 90° 。采样点设在扇形面内距点源不同距离的若干条(如3、4条)弧线上,其中有一条弧线必须处在最大落地浓度出现频率最高的距离上(约10倍于烟囱有效高度处),每条弧线上至少设三个采样点,彼此间的间隔为 $10^\circ\sim 20^\circ$ 。功能区布点法,将要求监测的区域按工业区、居民区、商业区、交通枢纽、文化区、公园等分成若干个功能区,并在各功能区布设一定数量的监测点。

2. 预处理

预处理包括制样和消除干扰两层含义。样品分析时,为了使测量过程产生最大的、有效的响应信号,往往需要建立一个合适的待测样品体系,需要将采集得到的样品转化为测定需要的形态。例如,大多数分析方法要求将待测样品转化为溶液状态,这就需要对固体样品进行浸出,对气体样品进行溶剂吸收,对有悬浮物的液体样品进行过滤,制成可以直接测定的试样。对同一样品的不同分析方法,有着不同的预处理方法。若试样中的共存组分对测定有干扰,尽量以化学掩蔽法来消除它。当掩蔽法不能达到消除干扰的目的时,可以采用化学分离法将干扰组分除去。

3. 测定

在定量分析法中,测定是指进行的有关化学反应的操作过程,以及对参与反应的标准物质或反应产物的量进行计量的过程。在仪器方法的定量分析中,测定是指试样进入分析系统,与能量之间发生相互作用,产生待测组分的强度信号。本书着重强调化学测定方法,尤其是滴定分析法和重量分析法对参与反应的标准物质或反应产物的量进行计量的过程。

4. 分析结果处理和表达

测定数据记录只是原始记录,不能直接提供相关分析信息。实际操作中,必须运用建立在统计学基础上的误差理论来进行计算和正确表达,直接去除错误的的数据,误差较小的数据可以通过各种检验法进行验证。只有保证所得数据都是有效的,才能进一步求出平均值或者其他待测量,这是本书除了测定方法外,着重介绍的一个内容。

任务 1.2 认识分析化学实验



任务分析

通过本任务学习,学生要明确分析化学实验的任务和目的,在实验中养成遵守实验室规则、不迟到或早退、不涂改原始记录等良好习惯,并按照正确的格式撰写实验报告。由于实验中会经常使用有腐蚀性、有毒、易燃、易爆各类试剂,使用易破损的玻璃仪器、各种电器设备及煤气等,因此为保证实验操作的正常进行,分析人员必须遵守《实验室安全守则》,掌握实验室发生意外事故时的急救方法。



知识平台

1.2.1 熟悉《实验室安全守则》

为保证分析人员人身安全,需要在实验前学习《实验室安全守则》,该守则规定如下。

(1) 实验室内严禁饮食、吸烟。严禁任何药品入口或接触伤口,不能用玻璃仪器代替餐具。所有试剂、试样均应有标签,绝不可在容器内装有与标签不相符的物质。

(2) 实验室内应保持洁净、整齐。报纸、废屑和碎玻璃片、火柴杆等废物应投入垃圾箱内,废酸和废碱应小心倒入废液缸内,中和后排放,以免腐蚀下水道。洒落在实验台上的试剂要随时清理干净。

(3) 稀释浓 H_2SO_4 必须在烧杯等耐热容器中进行,且只能将硫酸在不断搅拌下缓缓注入水中,温度过高时应冷却降温后再继续加入。配制氢氧化钠、氢氧化钾等浓溶液时,也必须在耐热容器中进行。如需将酸碱中和,则必须各自先行稀释再中和。

(4) 使用浓 HNO_3 、浓 H_2SO_4 、浓 HCl 、浓 HClO_4 或浓 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 或有 HCN 、 NO_2 、 H_2S 、 SO_3 、 Br_2 、 NH_3 等有毒、腐蚀性气体时,必须在通风橱中进行。若不注意可能引起中毒。

(5) 绝不允许任意混合各种化学药品,以免发生事故。使用氰化物、砷化物、汞盐等剧毒物质时要采取防护措施。实验残余的毒物应采取适当的方法处理,切勿随意丢弃或倒入水槽中。装过有毒、强腐蚀性、易燃、易爆物质的器皿,应由操作者亲自洗净。

(6) 极易蒸发和引燃的有机溶剂,如乙醚、乙醇、丙酮、苯等,使用时必须远离明火,用后要立即塞紧瓶塞,放入阴凉处。用过的试剂要倒入回收瓶中,不要倒入水槽。

(7) 易燃溶剂加热应采用水浴或沙浴,应避免用明火。灼热的物品不能直接放置在实验台上,各种电加热器及其他温度较高的加热器都应放在石棉网或石棉板上。

(8) 将玻璃棒、玻璃管、温度计插入或拔出胶塞时应有垫布,且需要有水作润滑

剂,不可强行插入或拔出。

(9) 实验室内不得有裸露的电线头,不要用电线直接插入电源接通电灯、仪器等,以免引起电火花而导致爆炸和火灾等事故。

(10) 实验进行时,不得擅自离开岗位。水、电、煤气、酒精灯等一经使用完毕,立即关闭。实验结束后要洗手,离开实验室时,应认真检查水、电、煤气及门、窗是否已经关好。

1.2.2 掌握实验室意外事故的急救措施

为保证分析人员人身安全,若实验过程中发生意外事故,分析人员还需要掌握必要的急救措施,具体如下。

1. 实验室灭火的紧急措施

原则是移去或隔绝燃料的来源,隔绝空气(氧),降低温度。对于不同物质引起的火灾,采取不同的补救方法。

(1) 防止火势蔓延,首先切断电源、熄灭所有加热设备;然后快速移去附近的可燃物,关闭通风装置,减少空气流通。

(2) 立即扑灭火焰,设法隔断空气,使温度下降到可燃物的着火点以下。

(3) 火势较大时,可用灭火器扑救,灭火器的种类和使用范围如表 1.2 所示。

表 1.2 灭火器的种类和使用范围

种 类	可扑救下列物质引起的火灾	不宜扑救下列物质引起的火灾
CO ₂ 灭火器	油类、电器、酸类物质	K、Na、Mg、Al 等物质
泡沫灭火器	油类、有机溶剂	电器
干粉灭火器	油类、有机物、遇水燃烧物质	—
1211 灭火器	油类、有机溶剂、精密仪器、文物档案	—
CCl ₄ 灭火器	电器	不溶于水,密度大于水的易燃与可燃液体

2. 实验室灭火注意事项

(1) 能与水发生猛烈作用的物质,如金属 Na、电石、浓 H₂SO₄、P₂O₅、过氧化物等失火时,不能用水灭火,小面积范围燃烧可用防火砂覆盖;比水轻、不溶于水的易燃与可燃液体,如石油烃类化合物和苯类等芳香族化合物失火时,禁止用水扑灭;溶于水或稍溶于水的易燃物与可燃液体,如醇类、醚类、酯类、酮类等失火时,若数量不多,可用雾状水、化学泡沫、皂化泡沫等扑灭;不溶于水,密度大于水的易燃与可燃液体,如 CS₂等引起的火灾,可用水扑灭,因为水能浮在液面上将空气隔绝,禁止使用 CCl₄灭火器。

(2) 电气设备及电线着火时,首先用 CCl₄灭火器灭火,电源切断后才能用水扑救。严禁在未切断电源前用水或泡沫灭火器灭火。

(3) 回流加热时,若因冷凝管效果不好,易燃蒸气在冷凝管顶端着火,应先切断加

热源, 再行扑救。绝对不可用塞子或其他物品堵住冷凝管, 防止爆炸。

(4) 若敞口的器皿中发生燃烧, 应尽快先切断加热源, 设法盖住器皿口, 隔绝空气使火熄灭。

(5) 扑灭产生有毒蒸气的火灾时, 要特别注意防毒。

3. 实验室意外事故的紧急处理

(1) 化学烧伤。化学烧伤是由操作者的皮肤触及腐蚀性化学试剂所致, 其急救措施如表 1.3 所示。

表 1.3 化学烧伤的急救措施

腐蚀性试剂	试 剂	急救措施
强酸类	HF 及其盐	酸蚀伤, 应立即用大量水冲洗, 然后用 2% 的 NaHCO_3 溶液或稀 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 冲洗, 最后再用水冲洗, 必要时局部注射 10% 葡萄糖酸钙
强碱类	碱金属的氢化物、 浓 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、氢氧化物	碱蚀伤, 先用大量水冲洗, 再用约 0.3mol/L HAc 溶液洗, 最后用水冲洗。如果碱溅入眼中, 则先用 2%~5% 的硼酸溶液洗, 再用水洗
氧化剂	30% H_2O_2	立即用水冲洗, 然后用 3% KMnO_4 或 2% Na_2CO_3 溶液冲洗。必要时可注射苯巴比妥钠
单质	Br_2	立即用 20% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液冲洗, 再用大量水冲洗干净, 包上消毒纱布后就医

(2) 烫伤。烫伤是操作者身体直接接触及高温、过冷物品(低温引起的冻伤, 其性质与烫伤类似)所造成的。若被烫伤, 可先用稀 KMnO_4 或苦味酸溶液冲洗灼伤处, 再在伤口处抹上黄色的苦味酸溶液、烫伤膏、牙膏或万花油, 切勿用水冲洗。

(3) 割伤。发生割伤后, 应先取出伤口内的异物, 然后在伤口处涂上红药水或撒上消炎粉后用纱布包扎。

(4) 吸入刺激性、有毒气体。当不慎吸入 Cl_2 、 HCl 、 Br_2 蒸气时, 可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之溶解。由于吸入 H_2S 气体而感到不适时, 应立即到室外呼吸新鲜空气。

(5) 触电。不慎触电时, 首先切断电源, 必要时进行人工呼吸。

上述意外发生以后, 在进行紧急处理后, 应送医院进行进一步治疗。

1.2.3 明确分析化学实验的目的和要求

分析化学实验是分析化学课程的实践部分。通过完成实验, 可进一步加深对基础理论的理解。通过掌握基本操作技能, 培养学生严谨的工作作风, 提高学生观察、分析和解决实际问题的能力, 树立严格的“量”的概念, 为学习后继课程和将来从事分析工作打下坚实的基础。做好分析化学实验, 要求学生在实验前认真阅读参考资料或观看录像来明确目的、理解原理和熟悉步骤。实验前撰写预习报告时, 提出注意事项; 实验中按预习报告独立操作, 仔细观察实验现象, 认真测定数据, 如实记录原始记录; 实验后分析实验现象, 整理实验数据, 从感性认识上升为理性思维。具体要求如下: