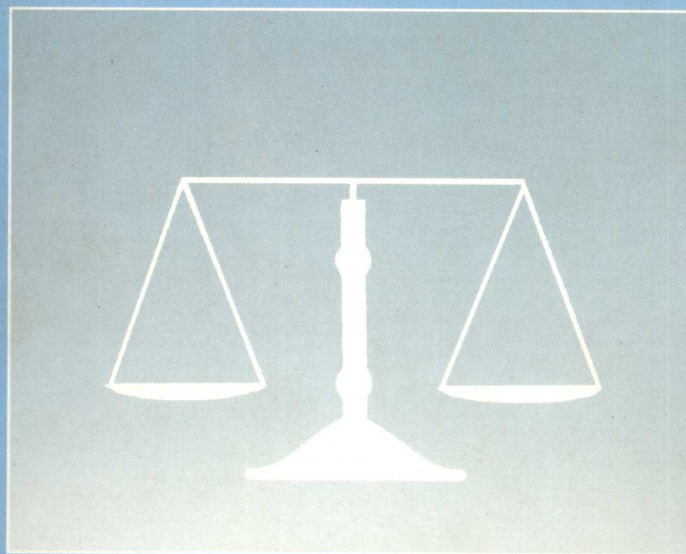


Analytical Chemistry Experiment

分析化学 实验 (第二版)

陈焕光/李焕然/张大经/谢天尧/黄 滨/等编著



中山大学出版社

O652.1
C440:1

分析化学实验

(第二版)

陈焕光 李焕然 张大经 等编著
谢天尧 黄 滨

中山大学出版社

·广州·

版权所有 翻印必究

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验(第二版)/陈焕光,李焕然,张大经,谢天尧,
黄滨等编著. —广州:中山大学出版社,1998.9

ISBN 7-306-01455-2

I. 分…

II. ①陈… ②李… ③张… ④谢… ⑤黄…

III. 分析化学-化学实验

IV. O652.1

中山大学出版社出版发行

(地址:广州市新港西路135号 邮编:510275)

电话:020-84111998、84037215

广东新华发行集团股份有限公司经销

番禺市市桥印刷厂印刷

(地址:番禺市市桥镇环城西路201号 邮编:511400 电话:84881937)

787毫米×1092毫米 16开本 15.5印张 358千字

1998年9月第2版 2001年4月第3次印刷

印数:4 001~7 000册 定价:20.00元

如发现因印装质量问题影响阅读,请与承印厂联系调换

内 容 简 介

本书共分四部分:第一部分介绍分析化学实验的基本知识;第二部分是定性分析,编有8个定性分析实验;第三部分介绍定量分析仪器及基本操作;第四部分为定量分析实验,包括定量分析基本操作训练、酸碱滴定法、络合滴定法、氧化还原滴定法、沉淀滴定法、重量分析法、分光光度法、分离方法、设计实验和计算机在分析化学中的应用等实验46个,还有3个英文文献实验。

本书可作综合性大学、师范、工科等各类大专院校的有关专业的实验教材,也可供从事化学检验工作的科技人员学习、参考。

第二版前言

分析化学方法以其所用原理分类,可分为化学分析和仪器分析两大类。经典分析专指重量分析和滴定分析,它是化学分析的主要组成部分。经典分析有悠久的历史,还有过辉煌的时期。随着仪器分析的发展和普及,化学分析和仪器分析构成分析化学的两大支柱^①。本书的主要内容是化学分析实验。基于以下的情况,化学分析仍应是分析化学基础课的两大支柱之一。

1. 就物质成分的定量分析而言,尽管现在仪器分析已得到迅速的发展和普及,但它主要用于微量和痕量组分的测定,而常量组分的精确分析仍然主要依靠经典化学分析。化学分析和仪器分析二者仍然保持相辅相成、互相补充的格局。化学分析不但仍被广泛应用,而且还在继续发展^{②③}。

2. 化学分析是分析化学的基础。

3. 经典分析实验是使学生确立严格的“量”的概念,培养认真、细致的工作作风和实事求是的科学态度的一种好形式,在学生科学素质的培养上起着重要的作用。

美国 Analytical Chemistry 杂志曾于 1991 年发表了 Charles M Beck II 的长文“经典分析过去、现在和未来”。1994 年,上述论文仅作个别修饰后又在 Analytical Chemistry 重新发表^④。这种罕见的做法表明这篇论文具有特殊的意义。Beck II 在文中指出:在美国由于近几十年来过分削弱了经典分析的教学,以致“已难以找到合格的经典分析工作者”。“想成为经典分析工作者的年青人试图找旧课本和参考书学习时,却发现这些书大多数已绝版”。“最近一百年表明,经典分析经历了一个不可思议的颠倒。在 19 世纪末,分析工作者大都具有极好的技术,尽管他们的理论是非常有限的。直到 20 世纪中叶,经典分析的技术和理论都令人满意。今天的化学工作者有很好的理论,但非常缺乏经典分析的实践经验。这种现状必须改变,否则将给美国的工业带来严重的经济后果”。最后 Beck II 还提出“复兴经典分析教育”的建议。

关于经典分析,由于我们的国情等方面的原因,迄今我国还不致于像美国那样“已难以找到合格的经典分析工作者”。但是,各种隐忧还是不同程度地存在。我们应当借鉴人家的教训,尽量少走人家已经走过的弯路。现在,学生要学的新知识很多,课程教学时数的调整势在必行。基础化学分析多少学时才恰当,以及如何在有限的学时内搞好基础化学分析的教学,确是值得探讨的问题。

基于上述的看法,我们认真总结了本教材第一版在我校化学与化学工程学院、生命科学学院和地球与环境科学学院的使用情况,深入领会原国家教委 1992 年颁布的高等学校化学专业、应用化学专业“基本培养规格和教学基本要求”,以及原国家教委化学教学指导委员会无机与分析化学教学指导组 1996 年在呼和浩特召开的分析化学教学与教材研讨会纪要的精神,并参考了国内外一些较新的有关教材,进行本教材的修订工作。

掌握化学分析的基本知识和基本操作,是分析化学实验的基本任务之一。修订版进一步充实了这两方面的内容,使其较适合于自学。

修订本进一步优化了典型的传统分析化学实验和其它形式的实验(研究式实验、条件试验和分析方案设计等),并将几种常用的标准溶液的配制和标定分别编成独立的实验,使叙述较为方便,又可使学生对某种标准溶液的配制和标定有较全面的了解。

修订本将试剂毒性大或价格高而终点灵敏的三个实验改编成半微量滴定法,增加了分离富集方法实验,计算机在分析化学中的应用实验和文献实验都进一步充实,同时删去一些实验。

在原有将一些适于教学的科研新成果改编成新颖的教学实验的基础上,修订本进一步将一些有关的新成果(如利用微波能分解试样和灼烧沉淀等)渗透到教材的相关部分,并较详细地介绍了电子天平,力求推陈出新。

使用本教材时,可根据各专业的要求和实验室的条件,对实验内容作适当取舍。英文文献实验既可作课外读物,也可作教学实验。

本书第一部分五、六、七(三)(四),第四部分实验三十七至四十一由李焕然执笔;第三部分二(四),第四部分实验三、二十二、二十五、二十六和附表由黄滨执笔(罗学军参加实验二十二、二十五和二十六的实验工作);第四部分实验二十一、三十二、三十三和三十六由张静执笔;第四部分实验四十三至四十六由谢天尧和邹小勇执笔;其余部分由陈焕光执笔。张大经阅读了全部书稿并提出了修改意见。最后,由陈焕光负责全部书稿的修改和统一编纂。

在修订过程中,容庆新教授、陈淑群教授、张润建教授和庄冠发高级工程师都提了宝贵的意见,特此致谢。

由于编者水平所限,这次修订后仍可能存在不少缺点或错误,恳请读者批评指正。

编 者

1998年1月

① 梁树权. 分析化学过去、现在和展望. 分析试验室, 1993, 12(1): 11~15

② 李克安, 赵凤林, 江子伟. 分析化学的发展及教学改革. 大学化学, 1997, 12(5): 9~12

③ 方国楨, 方 梅, 林维明. 滴定分析. 分析试验室, 1997, 16(6): 82~104

④ Charles M Beck II. Classical Analysis a Look at the Past, Present and Future. Analytical Chemistry, 1994, 66(4): 224A~239A(经典分析过去、现在和未来. 陈焕光, 陈朝湘摘译. 化学通讯, 1996, (6): 5~8)

第一版前言

近几年来,我们总结了我们的分析化学基础课教学小组的多年教学实践经验,并参考了1985年11月在武汉制定的《分析化学和分析化学实验教学大纲(草案)》,以及国内外一些较新的有关教材,先后编写了《分析化学实验》和《新编分析化学实验》两本讲义用于教学。本书是以上述讲义为蓝本,经补充修订而成的。

考虑到本书为我校化学系、生物系及地学院等有关专业通用,同时也可与其他院校的有关专业选用,因而所编实验内容稍多一些,有些实验还可适应复杂或简单试样的分析,各专业可根据各自的要求和实验室的条件作适当取舍。

本书主要想在如何有利于培养学生的实验能力方面进行一些探索。

本书对分析化学基本操作安排有比较全面和足够的练习内容,包括观看基本操作录像,对天平使用和滴定分析基本操作还尝试制定出较明确的考核标准(实验十)。

对于实验步骤的叙述,开头一些实验比较详细,甚至附有实验报告示例;以后则一般写得比较简单,有些细节留给学生思考,甚至有些实验步骤要求学生自己拟订。

在定性分析实验中,硫化氢(以硫代乙酰胺代替)系统分析是重要内容。我们适当精简了验证性的基本分析反应和系统分析的内容,而从第一个实验开始就穿插了一些研究性质的小试验、分析方案设计和简单未知物分析,希望这样可以克服“照方配药”的毛病,促使学生主动思考问题,学得活。

对于定量分析实验,在选题方面,既考虑了配合分析化学理论教学的典型性,同时也注意到实用性,并适当将一些适于教学的我系科研新成果改编成实验(实验十四、二十九、三十和三十一)。此外,还安排了分析方案设计(实验三十二),以及几个在不同程度上带有研究性质的机动实验(实验八、十四、二十和二十六)。

我们希望这样的尝试,会使学生不仅学到分析化学实验的知识,而且有利于培养学生解决分析化学实际问题以及进行科学实验的初步能力。

教材末尾选编的两个文献实验,取材于80年代美国的大学分析化学教材。选编文献实验的目的在于让学生了解国外分析化学实验的现状,也有利于提高学生学习专业外语的兴趣。这两个实验,既可作为教学实验,也可作为课外读物。

在本书编写过程中,得到了我校教务处、化学系和分析化学教研室的有关负责同志,以及分析化学基础课教学小组的同志们们的热情鼓励 and 大力支持。我省有关院校及分析界的专家也提出了不少宝贵意见。我国分析化学界老前辈陈永兆教授对本书的编写,一直给予关怀和指导。本书承容庆新教授和陈淑群副教授审阅,并具体提出了许多宝贵的意见。在此一并表示感谢。

由于我们水平有限,本书难免有不少缺点或错误,希望专家和读者指正。

编者

1991年2月

目 录

分析化学实验课的目的、要求与考核	(1)
第一部分 分析化学实验的基本知识	(3)
一、分析实验室用水	(3)
二、玻璃器皿的洗涤及洗液的配制和使用	(6)
(一) 玻璃器皿的洗涤	(6)
(二) 洗液的配制和使用	(7)
三、试剂、溶液的浓度及其配制	(7)
(一) 试剂	(7)
(二) 溶液浓度的表示法	(8)
(三) 一般溶液的配制	(10)
(四) 标准溶液的配制和标定	(10)
四、实验室安全知识	(11)
五、分析化学文献简介	(11)
(一) 期刊与文摘	(12)
(二) 标准分析方法与分析方法专著	(14)
(三) 分析化学大型参考书、教科书、专著与手册	(15)
(四) 分析化学文献检索方法	(17)
六、试样的采取、制备和分解	(18)
(一) 分析试样的采取和制备	(18)
(二) 试样的分解	(21)
七、实验数据的记录和处理	(27)
(一) 实验数据的记录	(27)
(二) 一般分析数据的处理	(28)
(三) 测量结果的图解处理	(30)
(四) 一元线性回归	(31)
第二部分 定性分析	(34)
一、半微量定性分析的预备知识	(34)
(一) 常用仪器及主要操作技术	(34)
(二) 试液和试剂	(41)
(三) 如何做好定性分析实验	(42)
二、实验部分	(43)

实验一 阳离子第Ⅰ组(银组)的分析	(43)
实验二 阳离子第Ⅱ组(铜锡组)的分析	(46)
实验三 阳离子第Ⅲ组(铁组)的分析	(50)
实验四 阳离子第Ⅳ组(钙组)、Ⅴ组(钠组)的分析	(54)
实验五 阳离子第Ⅰ~Ⅴ组的分析	(58)
实验六 常见阴离子的分析	(59)
实验七 未知易溶盐的定性分析	(64)
实验八 合金的定性分析	(64)
第三部分 定量分析仪器及基本操作	(67)
一、一般仪器	(67)
二、分析天平	(72)
(一) 分析天平的分类	(72)
(二) 等臂(双盘)天平称量原理	(72)
(三) 双盘半机械加码分析天平	(73)
(四) 电子天平	(79)
三、滴定分析仪器及基本操作	(83)
(一) 吸管	(83)
(二) 容量瓶	(86)
(三) 滴定管	(87)
四、重量分析基本操作	(93)
(一) 样品的溶解	(93)
(二) 沉淀	(93)
(三) 过滤和洗涤	(94)
(四) 干燥和灼烧	(98)
五、分光光度法常用仪器及基本操作	(100)
(一) 721 型分光光度计	(100)
(二) 721B 型分光光度计	(102)
六、酸度计及其使用方法	(103)
(一) 酸度计简介	(103)
(二) pH5-25 型酸度计	(105)
第四部分 定量分析实验	(108)
一、定量分析基本操作训练	(108)
实验一 天平称量及滴定分析基本操作(观看教学录像)	(108)
实验二 分析天平称量练习	(108)
实验三 分析天平计量性能的检定	(110)
实验四 滴定分析基本操作练习	(113)
实验五 容量仪器的校准	(116)

实验六 重量分析基本操作 (观看教学录像)	(118)
二、酸碱滴定法实验	(119)
实验七 盐酸标准溶液的配制和标定	(119)
实验八 氢氧化钠标准溶液的配制和标定	(121)
实验九 食醋中总酸量的测定	(123)
实验十 纯碱中总碱度的测定	(125)
实验十一 硫酸铵含氮量的测定 (甲醛法)	(126)
实验十二 金属材料酸洗液中游离酸的测定	(128)
实验十三 滴定分析实验操作考查 (HCl 溶液浓度的标定)	(130)
三、络合滴定法实验	(131)
实验十四 EDTA 标准溶液的配制和标定	(131)
实验十五 水的总硬度的测定	(134)
实验十六 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	(136)
实验十七 络合滴定法测定铝 (铝盐或合金等)	(138)
实验十八 金属指示剂的研究——5-Br-PADAT 作为络合滴定指示剂的研究	(140)
四、氧化还原滴定法实验	(144)
实验十九 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	(144)
实验二十 高锰酸钾法测定过氧化氢的含量	(145)
实验二十一 水中化学耗氧量 (COD) 的测定 (酸性高锰酸钾法)	(147)
实验二十二 重铬酸钾法测定铁矿石中的铁 (半微量滴定分析法)	(149)
实验二十三 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	(152)
实验二十四 碘量法测定铜 (铜合金或铜盐)	(154)
实验二十五 碘量法测定铜合金中的铜 (半微量滴定分析法)	(156)
实验二十六 直接碘量法测定维生素 C 的含量 (半微量滴定分析法)	(159)
实验二十七 氧化-还原滴定的一些条件试验	(160)
五、沉淀滴定法实验	(162)
实验二十八 可溶性氯化物中氯含量的测定 (莫尔法)	(162)
实验二十九 银合金中银含量的测定 (佛尔哈德法)	(164)
六、重量分析法实验	(165)
实验三十 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡的测定 (硫酸钡重量法)	(165)
实验三十一 钢铁中镍含量的测定 (丁二酮肟镍重量法)	(169)
七、分光光度法实验	(172)
实验三十二 邻二氮菲分光光度法测定铁的条件试验和络合物组成的测定	(172)
实验三十三 邻二氮菲分光光度法测定微量铁	(174)
实验三十四 生 (铸) 铁、钢铁中磷含量的测定 (磷钼蓝吸光光度法)	(176)
实验三十五 土壤中有有效磷的光度测定	(178)
实验三十六 5-Br-PADAP 分光光度法测定废水中微量铬	(180)
八、分离方法实验	(182)
实验三十七 氢氧化物沉淀分离测定铝 (小体积沉淀分离法)	(182)

实验三十八 离子交换树脂总交换容量的测定	(184)
实验三十九 钴、镍的离子交换分离与络合滴定法测定	(185)
实验四十 萃取分离—光度法测定环境水样中微量铅	(188)
实验四十一 纸上色谱分离——氨基酸的分离与鉴别	(190)
九、设计实验	(192)
实验四十二 分析方案设计	(192)
十、计算机在分析化学中的应用	(194)
实验四十三 弱酸溶液 pH 的计算机数值求解	(194)
实验四十四 多元酸溶液中各种型体分布的计算机模拟	(196)
实验四十五 分析数据的一元线性回归和统计分析	(198)
实验四十六 弱酸表观离解常数的计算机辅助测定	(200)
十一、文献实验	(202)
EXPERIMENT 1 Acid-Base Titrations	(202)
EXPERIMENT 2 Complex Formation Titrations with EDTA—Determination of Magnesium, Calcium and Water Hardness	(208)
EXPERIMENT 3 Titration with Potassium Dichromate—Determination of Iron in an Ore	(212)
附表	(216)
附表 1 定性分析试剂配制法	(216)
附表 2 常用酸、碱溶液的密度和浓度	(220)
附表 3 常用指示剂	(221)
附表 4 常用缓冲溶液的配制	(224)
附表 5 常用基准物质及其干燥条件和应用	(225)
附表 6 常用滤器及其使用	(225)
附表 7 常用溶剂和坩埚	(226)
附表 8 相对原子质量表 (纯粹与应用化学国际联合会 1993 年公布)	(228)
附表 9 常用化合物的相对分子质量表	(229)
附表 10 学生常用分析化学实验仪器	(232)
附表 11 滴定分析实验操作考查表 (HCl 溶液浓度的标定)	(233)
主要参考书目	(234)

分析化学实验课的目的、要求与考核

(一) 实验课的目的

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验课与分析化学理论课联系密切，互相配合。

分析化学实验（化学分析部分）的目的，是使学生通过实验，加深对分析化学基本理论的理解，训练学生正确、熟练地掌握化学分析的基本操作，学习分析化学实验的基本知识，确立准确的“量”的概念，提高学生观察、分析和解决问题的能力，培养学生实事求是的科学态度和认真、细致的工作作风，为学习后续课程和今后从事工作打下良好的基础。通过本课程的学习之后，学生应该具有解决某些分析化学实际问题以及进行简单科学实验的能力。

(二) 实验课的要求

为了达到上述目的，要求做到：

1. 认真预习

实验前要认真预习实验教材，并复习与实验有关的理论。通过预习，明确实验目的，领会实验原理，了解实验步骤和注意事项，做到心中有数。实验前可以先写好实验报告中的部分内容，设计好表格，以便实验时及时、准确地进行记录。

2. 做好实验

遵守操作规程，不要为了贪图“方便”、“省事”而不按规范进行操作。仔细观察实验数据和现象，并及时、如实记录在实验报告本上。实验中不要匆匆忙忙赶进度，要善于思考，要学习用有关的理论解释实验中的问题，如尚有疑惑，可与指导教师讨论，或写入实验报告中。要保持实验桌和整个实验室的整洁。

3. 写好实验报告

实验报告要求整洁、条理清晰、简明扼要。实验报告应包括：

- (1) 实验题目、日期；
- (2) 实验的简单原理；
- (3) 实验原始记录，包括称量、滴定体积以及实验特殊现象记录；
- (4) 实验结果，可用表格形式列出并附上计算公式；
- (5) 实验讨论，讨论实验结果的误差来源，经验教训或心得体会等。

上述几项内容的繁简、取舍，应根据各个实验的具体情况而定。报告中的一些内容，如原理、表格、计算公式等，要求在实验预习时准备好，其它内容则可在实验过程中以及实验完成后填写。

(三) 实验课的考核

学生实验成绩的评定，应考虑以下几种因素：(1) 实验态度；(2) 实验基本操作；(3) 实验结果（准确度和精密度）；(4) 实验报告表达；(5) 整洁。

应该重视实验能力的培养和考核。学生的实验能力可概括为基本操作能力、分析问题解决问题的能力、查阅文献资料的能力、以及总结表达能力等四方面。在教学的不同阶段和不同实验，训练和考核的侧重点有所不同。

第一部分 分析化学实验的基本知识

一、分析实验室用水

在分析实验室里，玻璃器皿经洗涤剂洗涤和自来水冲洗后，还要用少量纯水涮洗内壁 2~3 次后才能使用。分析化学实验中，最常用的溶剂是水，但必须用纯水，不能用自来水。根据分析的任务和要求的不同，对水的纯度要求也有所不同。

国家标准 GB 6682-86 “实验室用水规格”规定了实验室用三个等级净化水的技术指标、制备方法及检验方法。

一级水：基本上不含有溶解或胶态离子杂质及有机物。电导率 (25°C) $\leq 0.1 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ ；吸光度 (254 nm, 1 cm 光程) ≤ 0.001 ；二氧化硅含量 $\leq 0.02 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。一级水可由二级水经进一步处理制得，例如可将二级水用石英蒸馏器再蒸馏、通过离子交换混合床或 $0.2 \mu\text{m}$ 的过滤膜的方法制备。一级水用于制备标准水样或超痕量物质的分析。

二级水：可含有微量的无机、有机或胶态杂质。电导率 (25°C) $\leq 1.0 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ ；吸光度 (254 nm, 1 cm 光程) ≤ 0.01 ；二氧化硅含量 $\leq 0.05 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。可用蒸馏、反渗透或离子交换法制得的水进行再蒸馏的方法制备。二级水用于精确分析和研究工作。

三级水：pH 值范围 (25°C) 为 5.0~7.5；电导率 (25°C) $\leq 5.0 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ 。可将饮用水或其它比较纯净的水用蒸馏、反渗透或去离子（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，过去多采用蒸馏的方法制备（通常称为蒸馏水），目前多改用离子交换法、电渗析法或反渗透法制备。三级水适用于一般实验室工作（包括化学分析）。

蒸馏法设备成本低，操作简单，但能量消耗大，只能除去水中非挥发性杂质，不能完全除去水中溶解的气体杂质。通常使用铜、玻璃或石英等材料制成的蒸馏器。用铜蒸馏器蒸馏所得的水含有较多的 Cu^{2+} 离子等；用玻璃蒸馏器制得的则含有较多的 Na^{+} 、 SiO_3^{2-} 等离子。

离子交换法是应用离子交换树脂分离出水中的杂质离子的方法。此法的优点是容易制得大量纯度高的水而成本较低，但不能除去水中非离子型杂质，水中常含有微量的微生物和有机物。

用离子交换法制得的纯水叫去离子水。制取去离子水的方法常用的有“复柱法”，即使原料水流经阴离子交换柱，再流过阳离子交换柱得到去离子水。有时也用“混合

柱”法，即使原料水流过按一定比例混合的阳离子交换树脂与阴离子交换树脂的混合柱而得到去离子水。实验室制取去离子水常用“复柱法”，简便易行。

实验室制取去离子水可按下列方法进行：

制取去离子水常常用氢型强酸性阳离子交换树脂和氢氧型强碱性阴离子交换树脂。市售的强酸性阳离子交换树脂为 Na^+ 型的，强碱性阴离子交换树脂为 Cl^- 型的，应分别经过预处理使其变成 H^+ 型和 OH^- 型才能使用。取 300 g 强酸性阳离子交换树脂（强酸 1 号）及 450 g 强碱性阴离子交换树脂（强碱 201 号）分别倒入 2 个 2 L 烧杯中。在阳离子交换树脂中加入 900 mL 2 mol/L 盐酸溶液；在阴离子交换树脂中加入 1 350 mL 2 mol/L 氢氧化钠溶液。充分搅拌，静置 24 小时。然后分别将两种树脂连同溶液倒入二个玻璃交换柱（直径 5 cm、长 60 cm）中。打开交换柱旋塞，控制一定的流速，使再生液流出，直到液面接近树脂顶端时，关闭旋塞。然后再往二个交换柱中倒入去离子水，洗去残余再生液，一直洗到接近中性即可。对于阳离子交换柱，可用 0.1 mol/L 硝酸银溶液检验，流出水应无 Cl^- 。对于阴离子交换柱，可用 pH 试纸检验，流出水应接近中性。处理完毕，使树脂浸没于水中，按图 1-1 所示联好仪器，控制一定流速使原料水自 10 L 下口瓶中流出，流过一个阴离子交换柱，再流过一个阳离子交换柱后流入 10 L 细口瓶中备用。自阳离子交换柱中流出的去离子水经过一个三通管后再流入细口瓶中。该三通管上端与大气相通，为液面控制管。它可使下口瓶中的蒸馏水流完后交换柱中树脂仍浸于水中而不致使水流尽，即可自动控制液面。下口瓶供水也可改为虹吸供水。

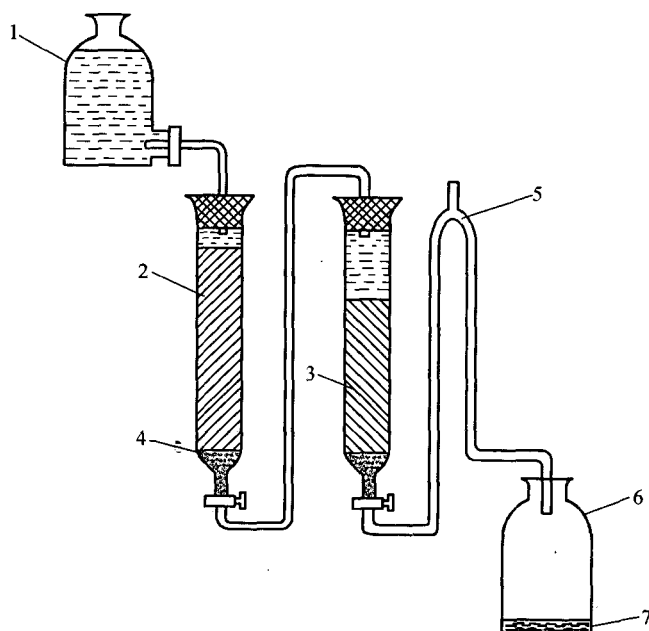


图 1-1 离子交换装置

- | | | | |
|--------------|------------|--------------|----------|
| 1. 10 L 下口瓶； | 3. 阳离子交换柱； | 5. 玻璃三通； | 7. 去离子水。 |
| 2. 阴离子交换柱； | 4. 玻璃毛； | 6. 10 L 细口瓶； | |

用电导仪检查水质,当发现水质不合格,离子交换树脂的交换能力降低很多时,应停止交换。分别将二种树脂取出后进行再生。再生方法与树脂的预处理相同,再生完毕的树脂可循环使用。

电渗析法是在直流电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对原料水中存在的阴、阳离子选择性渗透的性质而去除离子型杂质。同离子交换法相似,电渗析法也不能除去非离子型杂质,水中常含有微量的微生物和有机物。

纯水的质量检验项目很多,现仅结合一般分析实验室的要求,简略介绍主要的检查项目如下:

(1) 电导率或电阻率

电导率或电阻率是纯水质量的综合指标,可用电导仪来测定。一级和二级水的电导率或电阻率必须“在线”(即将电极装入制水设备的出水管道中)测定;测定三级水时,用烧杯接取约 300 mL 水样测定则可。在实践中人们往往习惯于用电阻率衡量水的纯度,并把 25℃ 时电阻率为 $1.0 \times 10^6 \sim 10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水称为纯水, $>10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水称为超纯水。

(2) pH 值

用酸度计测定与大气平衡的纯水的 pH 值,一般应为 6.0 左右。采用简易化学方法检测时,取两支试管,各加被检查的水 10 mL,一管加 2 滴 0.2% 甲基红(变色范围 pH 4.4~6.2),不得显红色;另一管加 5 滴 0.2% 溴百里酚蓝(变色范围 pH 6.0~7.6),不得显蓝色。

(3) 硅酸盐

取 30 mL 水于小烧杯中,加入 (1+3) 硝酸 5 mL, 5% 钼酸铵溶液 5 mL, 室温下放置 5 分钟,加入 10% 亚硫酸钠溶液 5 mL。如呈现蓝色则水中硅酸盐含量不合格。

(4) 镁、钙、锌、镉、铅、锰、铜、钴、镍、铁和铝等金属离子

取水 25 mL 于烧杯中,加 pH 10 的氨-氯化铵缓冲液 5 mL, 0.2% 铬黑 T 指示剂一滴,若呈现蓝色,说明上述离子含量甚微或不存在,水质合格。如呈现红~紫红色,则说明水质不合格。

(5) 氯化物

取 20 mL 水于小烧杯中,用 (1+3) 硝酸 1 滴酸化,加 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 硝酸银溶液 1~2 滴,摇匀,如有白色混浊,则水质不合格。

纯水在贮存过程中或与空气接触时,由于容器材料微溶解成分的引入,或吸收空气中 CO_2 等气体及其它杂质,都会引起水质的改变。高纯水宜临用前制备。聚乙烯容器是贮存纯水的理想容器之一。

在实际工作中;有些实验对水还有特殊的要求,可参考有关资料制取。

二、玻璃器皿的洗涤及洗液的配制和使用

(一) 玻璃器皿的洗涤

本课程包括定性分析、定量分析两部分。定性实验中常用的玻璃仪器有离心试管、滴管和毛细吸管等。在半微量定性分析中离子鉴定反应都很灵敏，所用试液的浓度及用量都较小，器皿内壁少量的杂质也会影响鉴定反应的结果。而在定量分析实验中，常使用量度溶液体积的玻璃器皿（简称容量器皿），如容量瓶、滴定管、移液管、吸量管等。如果这些容量器皿的内壁不干净，则直接影响测量体积的准确程度和产生杂质离子的影响，引入测量误差。因此，为了保证分析结果的准确性和良好的精密度，在分析实验中，必须保持所使用的玻璃器皿的清洁。

洗净的玻璃器皿应该内、外清洁透明，而且水沿内壁流下后，均匀润湿，不挂水珠。

洗涤玻璃仪器要根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度等来选用洗涤剂。一般来说，附着在仪器上的污物有尘土和其它不溶性物质、可溶性物质、有机物等。一般用自来水和刷子刷洗可除去仪器上的尘土、不溶性物质和可溶性物质；用去污粉、肥皂和合成洗涤剂可以洗去油污和有机物质。也就是说，一般的玻璃器皿如烧杯、锥形瓶、离心试管等，先用自来水冲洗，再用去污粉或肥皂水刷洗，接着用自来水冲洗，最后从洗瓶挤出少量蒸馏水涮洗2~3次。如还不能洗净，可以根据污垢的性质选用适当的洗液来洗涤。

带刻度的容量器皿如容量瓶、吸量管、滴定管等，为了保证容积的准确性，不宜用刷子刷洗，应选用适当的洗液（通常用铬酸洗液）来洗，具体办法如下：

1. 移液管和吸量管的洗涤

为了使量出的溶液体积准确，要求管内壁和下部的内壁不挂水珠。先用自来水冲洗，再用洗耳球吹出管内残留的水，然后将移液管尖插入洗液瓶内，再用洗耳球将洗液缓缓吸入移液管球部或吸量管全管约1/4处，用右手食指堵住移液管上口，将移液管横置，左手托住没沾洗液的下端，右手指松开，平转移液管，使洗液润洗内壁，然后将洗液由上口放回原瓶，再用自来水充分冲洗，最后从洗瓶挤出少量蒸馏水涮洗内壁2~3次即可。

2. 容量瓶的洗涤

先用自来水涮洗内壁，倒出水后，内壁如不挂水珠，即可用蒸馏水涮洗备用，否则必须用洗液洗。用洗液之前，将瓶内残留的水倒出，装入约15 mL洗液，转动容量瓶，使洗液润洗内壁后，稍停一回，将其倒回原瓶，用自来水充分冲洗，最后从洗瓶挤出少量蒸馏水涮洗2~3次即可。

3. 滴定管的洗涤

滴定管分酸式和碱式两种。一般用自来水冲洗，零刻度以上部位可用毛刷蘸洗涤剂刷洗，零刻度线以下部位如不干净，则采用洗液洗（碱式滴定管应除去乳胶管，用橡胶乳头将滴定管下口封住）。少量的污垢可装入10 mL洗液，双手平托滴定管的两端，不