

分析化学实验

刘根起◎主编



西北工业大学出版社

FENXI HUAXUE SHIYAN

分析化学实验

刘根起 主编

西北工业大学出版社

西安

【内容简介】 本书系统介绍了分析化学实验室安全知识和分析化学实验基础知识,详细介绍了定量化学分析基本操作,包括分析天平称量基本操作、滴定分析基本操作和重量分析基本操作等。书中有基础分析化学实验、综合性和创新性实验共 34 个,自拟方案设计性实验备选项目 12 个。实验内容广泛,涉及定量分析基本操作实验、酸碱滴定、络合滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定和重量分析、光度分析以及分离分析等。

本书内容全面,层次多样,可作为高等学校化学、化工、应用化学、材料、环境、生物、医学、冶金及食品等专业的分析化学实验教材,也可供从事相关工作的专业技术人员学习和参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/刘根起主编. —西安:西北工业大学出版社,2018.3

ISBN 978-7-5612-5898-9

I. ①分… II. ①刘… 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(2018)第 052074 号

策划编辑:雷 军 查秀婷

责任编辑:张珊珊

出版发行:西北工业大学出版社

通信地址:西安市友谊西路 127 号 邮编:710072

电 话:(029)88493844 88491757

网 址:www.nwpu.com

印 刷 者:兴平市博闻印务有限公司

开 本:787 mm×1 092 mm 1/16

印 张:10

字 数:236 千字

版 次:2018 年 3 月第 1 版 2018 年 3 月第 1 次印刷

定 价:30.00 元

前 言

分析化学实验是化学、化工、材料、环境及生物医学等专业的实验基础课程之一,通过该课程的学习,可使学生掌握分析化学的基本操作技能,提高动手能力,培养分析问题、解决问题和独立工作能力,在培养实事求是的科学态度和严谨的工作作风方面起着重要的作用。

本书是笔者在长期的教学实践基础上,根据分析化学实验教学的实际情况,结合近年来分析化学的新发展、新要求和教学改革成果编写而成的,具有以下特色:

(1)实验内容分层次编写,即基础分析化学实验、综合性和创新性实验以及自拟方案设计性实验三个层次,分别侧重培养学生的基本操作技能、运用所学知识进行综合实验的能力和初步具备独立科学研究的素质和意识。

(2)实验内容广泛,涉及一般化学试样、生物试样、药物试样及环境试样等的测试,力图做到教学内容的更新,既重视基本操作规范,又符合学科发展的特点和趋势,强调对学生综合素质的提高和“通才”教学目标的实现。

(3)将我们的科研成果转化为创新性实验,如将《5-Br-PADMA 分光光度法测定微量铜》和《目视催化动力学法测定钼(VI)》引入教材中,启发学生的科研创新精神。

此外,鉴于计算机数据处理软件的飞速发展,部分实验中引入 Origin 软件处理实验数据,开拓学生视野。

使用本书作为教材时,可以根据学时数和实验的简繁情况,可一次安排一个或两个内容相关的实验。

本书由刘根起担任主编,吕玲、辛文利、刘建勋参与了第一章和第二章的部分编写工作。本书是西北工业大学规划教材立项项目,获得了西北工业大学教务处和出版社的大力支持;此外,西北工业大学基础化学教学组的各位老师也对本书的编写提出了宝贵意见,在此一并表示感谢!编写本书时参阅了相关文献资料,在此,谨向其作者深表谢意。

由于水平有限,书中难免有错误或疏漏之处,敬请读者批评指正。

编 者

2017 年 12 月

目 录

第一章 分析化学实验室安全知识	1
1.1 学生实验守则	1
1.2 化学实验室的一般安全知识	1
1.3 化学实验室常用安全设备	3
1.4 实验室中意外事故的急救处理	3
1.5 实验室防火与灭火常识	5
第二章 分析化学实验基础知识	7
2.1 绪论	7
2.2 分析用纯水	7
2.3 化学试剂	8
2.4 滤纸和滤器	10
2.5 定量分析中的常用器皿和用具	12
2.6 玻璃器皿的洗涤	13
2.7 实验数据的记录、处理和实验报告	14
第三章 定量分析仪器及基本操作	17
3.1 分析天平	17
3.2 滴定分析基本操作	30
3.3 重量分析基本操作	37
第四章 基础分析化学实验	43
实验一 半自动电光分析天平称量练习	43
实验二 电子分析天平称量练习	45
实验三 容量仪器的准备和洗涤	47
实验四 容量仪器的校准	48
实验五 酸碱溶液的配制及体积比较	51
实验六 盐酸标准溶液的标定	54
实验七 混合碱的测定	57
实验八 NaOH 标准溶液的标定	59

实验九 食醋中总酸量的测定	60
实验十 酸碱指示剂 pH 变色域的测定	62
实验十一 络合滴定 EDTA 标准溶液的配制和标定	65
实验十二 水的总硬度测定	68
实验十三 白云石中钙、镁含量的测定	70
实验十四 铋、铅混合溶液中 Bi^{3+} 和 Pb^{2+} 的连续滴定	71
实验十五 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	73
实验十六 石灰石中钙的测定	75
实验十七 过氧化氢含量的测定	78
实验十八 硫酸亚铁铵含量的测定	80
实验十九 硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	82
实验二十 铜盐中铜的测定	84
实验二十一 碘量法测定维生素 C 的含量	85
实验二十二 漂白粉有效氯含量的测定	87
实验二十三 工业苯酚纯度的测定	89
实验二十四 可溶性氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	91
实验二十五 酱油中氯化钠含量的测定(佛尔哈德法)	93
实验二十六 可溶性钡盐中钡含量的测定(重量分析法)	95
实验二十七 邻二氮杂菲分光光度法测定铁	97
实验二十八 水中六价铬的测定	102
第五章 综合性和创新性实验	104
实验一 目视催化动力学法测定钼(VI)	104
实验二 5-Br-PADMA 分光光度法测定微量铜	112
实验三 水样中甲醛含量的测定	115
实验四 菠菜叶中叶绿体色素的提取和薄层色谱分离	118
实验五 混合液中 HCl 和 HAc 的电位滴定	122
实验六 阿司匹林片剂中乙酰水杨酸含量的测定	126
第六章 自拟方案设计性实验	129
6.1 实验目的和要求	129
6.2 实验方案设计思路	129
6.3 设计性实验备选项目	130
附录	138
附录 I 常用指示剂	138

附录 II	常用缓冲溶液的配制.....	143
附录 III	pH 值测定用标准缓冲溶液	144
附录 IV	常用浓酸、浓碱的密度和浓度	145
附录 V	常用基准物质的干燥条件和应用.....	145
附录 VI	元素的相对原子质量.....	146
附录 VII	常用化合物的相对分子质量.....	148
附录 VIII	化学分析实验基本操作考查评分表(以扣分计).....	150
参考文献		151

第一章 分析化学实验室安全知识

1.1 学生实验守则

(1) 实验室是教学和科研的重要基地,学生进入实验室做实验必须严格遵守实验室各项规章制度,服从指导教师和实验技术人员的管理。

(2) 实验前必须做好预习,明确实验目的、内容和步骤,了解仪器、设备的操作规程和实验药品、试剂的特性。爱护仪器,节约试剂。

(3) 按时上实验课,进入实验室要做到衣冠整齐,不把与实验课无关的物品带进实验室。

(4) 在实验室内不准喧哗、打闹和吸烟,不准乱丢杂物。

(5) 实验过程中,应严格遵守操作规程,认真观察并如实记录。实验后,如实完成实验报告。

(6) 实验时要注意安全,防止发生意外。若发生事故,应及时向实验指导老师报告,并采取相应的措施,减少事故造成的损失。

(7) 实验完毕,将玻璃仪器洗净,设备复位,整理实验台面,打扫实验室,关闭相关水、电、气,经实验指导教师允许后方可离开。

1.2 化学实验室的一般安全知识

在分析化学实验中经常使用腐蚀性的、易燃、易爆或有毒的化学试剂等,为确保实验的正常进行和人身安全,必须严格遵守以下安全规则。

(1) 实验室内严禁饮食、吸烟。接触过化学药品后,应立即洗手。水、电、燃气等使用完毕后,应立即关闭。离开实验室时,应仔细检查水、电、气瓶、煤气、门、窗是否已关好。

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

(3) 加热或进行剧烈反应时,人不得离开。

(4) 使用精密仪器时,应严格遵守操作规程。仪器使用完毕后,将仪器各旋钮恢复到原来位置,关闭电源,拔出插头。

(5) 取用试剂后应立即盖好试剂瓶盖。绝不可将取出的试剂倒回原试剂瓶内。

(6) 汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品,使用时应特别小心。氰化物不得接触酸,否则会产生剧毒的氰化氢气体!氰化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中,使其转化为亚铁氰化铁盐,然后作废液处理,严禁直接倒入下水道或废液缸中。接触过有毒化学药品后,应立即洗手。

(7) 将玻璃管或温度计插入塞子前,要用水或适当的润滑剂加以润湿,再用毛巾包住玻璃管或温度计插入塞子。操作时两手不要分开太远,以免玻璃折断划伤手。

(8)闻气味时应用手小心地把气体或烟雾扇向鼻子。取浓的 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、 HClO_4 以及氨水等易挥发试剂时,应在通风橱中操作。开启瓶盖时,绝不可将瓶口对着自己或他人!夏季打开浓氨水瓶盖时,最好先用自来水流水冷却。涉及有毒气体(如硫化氢)操作时,一定要在通风橱中进行。

(9)浓酸、浓碱具有腐蚀性,使用时切勿溅在皮肤和衣服上。配制酸溶液时,应将浓酸稀释于水中,而不得将水注入浓酸中。如不小心将酸或碱溅到皮肤上或眼睛内,应立即用大量水冲洗,然后用 $50\text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 碳酸氢钠溶液(酸腐蚀时采用)或 $50\text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 硼酸溶液(碱腐蚀时采用)冲洗,最后用水冲洗。

(10)使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等易燃易挥发有机溶剂时,一定要远离火焰和热源。用后确保试剂瓶盖严,放在阴凉处保存。如实验需加热,低沸点的有机溶剂应在水浴上加热,严禁直接在火焰上或热源(煤气灯或电炉)上加热。

(11)下列实验应在通风橱内进行操作:

1)使用或生成具有刺激性的、恶臭的或有毒的气体(如 H_2S 、 NO_2 、 Cl_2 、 Br_2 、 CO 、 SO_2 以及 HF 等)。

2)加热或蒸发浓 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 等溶液。

3)溶解或消化试样。

4)热、浓的 HClO_4 遇有机物常易发生爆炸。使用 HClO_4 处理有机试样时,应先用浓硝酸加热(使之与有机物发生反应),待有机物被破坏后,再加入 HClO_4 。蒸发 HClO_4 所产生的烟雾易在通风橱中凝聚,如经常使用 HClO_4 的通风橱应定期用水冲洗,以免 HClO_4 的凝聚物与尘埃、有机物作用,引起燃烧或爆炸,造成事故。

(12)如受化学灼伤,应立即用大量水冲洗,同时脱去受污染的衣服;眼睛受化学灼伤或异物入眼,应立即将眼睛睁开,用大量水冲洗,至少持续 15 min;如烫伤,可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏。严重者应立即送医院治疗。

(13)实验产生的废液,禁止直接倒入下水道。应按分类小心倒入相应的废液桶收集,集中处理。

(14)实验室应保持室内整齐、干净。不能将毛刷、抹布扔在水槽中,废纸、废屑应放入废纸箱或实验室规定存放的地方。禁止将固体物、玻璃碎片等扔入水槽内,以免造成下水道堵塞。

(15)实验室如发生火灾,应根据起火的原因进行针对性灭火。酒精及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等有机溶剂着火时,用砂土扑灭,此时绝对不能用水,否则反而扩大燃烧面;导线或电器着火时,不能用水及二氧化碳灭火器,而应首先切断电源,用四氯化碳灭火器灭火,并根据火情决定是否要向消防部门报告。

此外,进入实验室的人员还必须注意以下几点:

(1)进入实验室的人员需穿全棉工作服,不得穿凉鞋、高跟鞋或拖鞋;留长发者应束扎头发;离开实验室时须换掉工作服。

(2)要根据实验情况采取必要的安全措施,如戴防护眼镜、面罩或橡胶手套等。

(3)必须熟悉实验室及其周围的环境,如煤气、水阀、电闸、灭火器、冲淋装置、洗眼器及实验室外消防水源等设施的位置,熟知灭火器和砂箱,以及急救药箱的放置地点和使用方法。

1.3 化学实验室常用安全设备

(1)通风橱。通风橱(见图 1-1)是防止有毒化学烟气危害的一级屏障,可减少实验者和有害气体的接触。使用通风橱时要注意:禁止在未开启的通风橱内进行实验操作,禁止在通风橱内存放或实验易燃易爆物品。禁止在通风橱内做国家禁止排放的有机物质与高氯化物质混合的实验。通风橱台面避免存放过多实验器材或化学物质,禁止长期堆放。

(2)手套式操作箱。操作过程中涉及剧毒物质或必须在惰性气体中或干燥的空气中处理的活性物质时,必须使用密封性好的手套式操作箱。

(3)紧急冲淋装置和洗眼器。紧急冲淋设备和洗眼器是在有毒有害危险作业环境下使用的应急救援设施。当发生有毒有害物质(如酸、碱、有机物等液体)喷溅到工作人员身体、脸、眼或发生火灾引起工作人员衣物着火时,紧急冲淋装置(见图 1-2)和洗眼器(见图 1-3)可以对受伤害者的身体和眼睛进行紧急冲淋或者冲洗。这些设备只是进行初步的处理,不能代替医学治疗,必须尽快进行进一步的医学治疗。

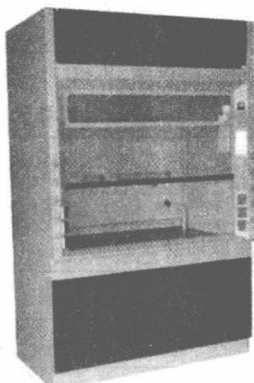


图 1-1 通风橱

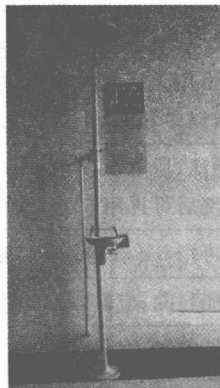


图 1-2 冲淋装置

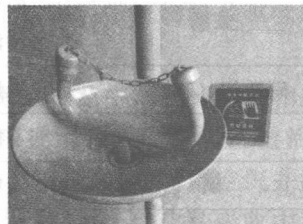


图 1-3 洗眼器

(4)消防和急救设备。每个实验室的天花板上应装有火灾检测器(烟火报警器),实验室内配备灭火器、灭火砂和灭火毯等消防用品。实验室应备有急救箱,箱内备有消毒剂,如碘酒、75%的酒精棉球等;外伤药如紫药水、消炎粉和止血粉;烫伤药如烫伤油膏、凡士林、玉树油、甘油等;化学灼伤药如 5%碳酸氢钠溶液、2%乙酸、1%硼酸、5%硫酸铜溶液、医用双氧水等;治疗用品如药棉、纱布、创可贴、绷带等。

1.4 实验室中意外事故的急救处理

化学实验室的事故对人体可能造成的伤害有:烧伤、化学灼烧、割伤、冻伤、中毒等。本节介绍一些遇到意外事故时的处理办法。

1. 化学灼伤的急救

化学灼伤时,应迅速脱去污染的衣服。首先用手帕、纱布或吸水性良好的纸片等物吸去皮肤上的化学毒物液滴,用大量流动清水冲洗,头、面部烧伤时,要注意眼、耳、鼻、口腔的清洗,再

以适合消除这种有毒化学药品的特种溶剂、溶液或药剂仔细洗涤处理伤处。一般急救或治疗方法见表 1-1。

表 1-1 常见化学灼伤的急救和治疗

化学试剂种类	急救或治疗方法
碱类:氢氧化钠(钾)、氨、氧化钙、碳酸钾	立即用大量水冲洗,再用 2% 乙酸溶液冲洗,或用 3% 硼酸水溶液洗,最后用水冲洗;其中对氧化钙烧伤者,要先清扫掉沾在皮肤上的石灰粉,再用水冲洗,然后可用植物油洗涤、涂敷创面
酸类:盐酸、硝酸、乙酸、甲酸、草酸苦味酸	用大量流动清水冲洗(皮肤被浓硫酸沾污时切忌先用水冲洗),彻底冲洗后可用稀碳酸氢钠溶液或肥皂水进行中和,再用清水洗
碱金属氰化物、氢氰酸	先用高锰酸钾溶液冲洗,再用硫化铵溶液冲洗
溴	被溴烧伤后的伤口一般不易愈合,必须严防防范,一旦有溴沾到皮肤上,立即用清水、生理盐水及 2% 碳酸氢钠溶液冲洗伤处,包上消毒纱布后就医
氢氟酸	先用大量冷水冲洗直至伤口表面发红,然后用 5% 碳酸氢钠溶液清洗,再用甘油镁油膏(2:1 的甘油-氧化镁)涂抹,最后用消毒纱布包扎
铬酸	先用大量清水冲洗,再用硫化铵稀溶液洗涤
黄磷	去除磷颗粒后,用大量冷水冲洗,并用 1% 硫酸铜溶液擦洗,再以 5% 碳酸氢钠溶液冲洗湿敷以中和磷酸,禁用油性纱布包扎,以免增加磷的溶解和吸收
苯酚	先用大量水冲洗,后用 70% 酒精擦拭、冲洗创面,直至酚味消失,再用大量清水冲洗干净,冲洗后可再用 5% 碳酸氢钠溶液冲洗、湿敷
硝酸银、氯化锌	先用水冲洗,再用 5% 碳酸氢钠溶液清洗,然后涂以油膏及磺胺粉
硫酸二甲酯	不能涂油,不能包扎,应暴露伤处让其挥发
碘	淀粉质(如米饭等)涂擦
甲醛	可先用水冲洗后,再用酒精擦洗,最后涂以甘油

2. 眼睛灼伤的处理

眼睛受到任何伤害都必须立即请眼科医生诊治,但在医生救护前,对眼睛的化学性灼伤,应用大量细流清水冲洗眼睛 15 min 以上,洗眼时要保持眼皮张开,如无洗眼器等冲洗设备,可把头埋入清洁盆水中,掰开眼皮,转动眼球清洗。

对于碱灼伤,在洗眼后再用 4% 硼酸或 2% 柠檬酸钠溶液冲洗,然后反复滴氯霉素等微酸性眼药水。对于酸灼伤,则在洗眼后再用 2% 碳酸氢钠溶液冲洗,然后反复滴磺胺乙酸钠等微碱性眼药水。

若电石、石灰颗粒溅入眼内,需先用蘸石蜡或植物油的镊子或棉签去除颗粒,再用水冲洗,冲洗后,用干纱布或手帕遮盖伤眼,去医院治疗。

玻璃屑等异物进入眼睛内时绝不可用手揉擦,也不要试图让别人取出碎屑,用纱布轻轻包住眼睛后,将伤者急送医院处理。

3. 割伤的应急处理

在化学实验室的割伤主要是由玻璃仪器或玻璃管的破碎引发的。由玻璃片造成的外伤,

首先必须除去碎玻璃片,如果为一般轻伤,应及时挤出污血,并用消过毒的镊子取出玻璃碎片,用蒸馏水洗净伤口,涂上碘酒,再用创可贴或绷带包扎;如果为大伤口,应立即捆扎靠近伤口部位 10 cm 处压迫止血,可平均半小时左右放松一次,每次 1 min,再捆扎起来,使伤口停止流血,急送医务室就诊。

4. 冻伤的应急处理

使用制冷剂时一般会产生因低温引起的皮肤冻伤。冻伤的应急处理方法是將冻伤部位放入 38~40℃ 的温水中浸泡 20~30 min。即使恢复到正常温度后,仍要将冻伤部位抬高,在常温下,不包扎任何东西,也不用绷带,保持安静。若没有温水或者冻伤部位不便浸水时,则可用体温(如手、腋下)使其暖和。脱去湿衣物,也可饮适量含酒精的饮料暖和身体。

5. 电击伤的应急处理

发生触电事故时,急救的关键是切断电源后救治触电者。拉闸是最重要的措施,一时不能切断电源时,用绝缘性能好的物品(如木棍、竹竿、塑料制品等)拨开电源,或用干燥的布带、皮带把触电者从电线上拉开,解开妨碍触电者呼吸的紧身衣服,检查触电者的口腔,清理口腔的黏液,如有假牙则取下。立即就地进行抢救,如果触电者停止呼吸或脉搏停跳时,要立即进行人工呼吸或胸外心脏按压,决不能无故中断,并送医院处理。

6. 中毒的应急处理

实验过程中若感觉咽喉灼痛,出现发绀、呕吐、惊厥、呼吸困难和休克等症状时,则可能系中毒所致。发生急性中毒事故,在进行现场急救处理后,要将中毒者送医院急救,并向医院提供中毒的原因、化学物品的名称等以便能对症医疗。如化学物不明,则需带该物料及呕吐物的样品,以供医院及时检测。

在进行现场急救时,实验人员根据化学药品的毒性特点、中毒途径及中毒程度采取相应措施,要立即将患者移至安全地带,并设法清除其体内的毒物。对呼吸道吸入中毒者的救治,首先保持呼吸道畅通,并立即转移至室外,向上风向转移,解开衣领和裤带,呼吸新鲜空气并注意保暖;对休克者应施以人工呼吸,但不要用力对口法,立即送医院急救;对于经皮肤吸收中毒者的救治,应迅速脱去污染的衣服、鞋袜等,用大量流动清水冲洗 15~30 min,也可用温水;对误服吞咽中毒者的救治,常采用催吐、洗胃、清泻、药物解毒等方法。

急救和治疗一般均应由医务人员进行。

1.5 实验室防火与灭火常识

实验室往往使用种类繁多的易燃易爆化学物品,且风干机、烘箱、电炉等大功率电器具较多,其他火源种类也多。因此实验人员必须明确消防器材的放置地点,熟练掌握使用方法和灭火常识,并会报火警。要注意:

(1)实验室内严禁吸烟,有易燃、易爆等危险品的实验室内严禁使用明火。室内严禁大量存放易燃、易爆物品,不得使用汽油、酒精擦拭仪器设备。

(2)不得超负荷用电,不得随意加大保险丝容量,不得乱拉乱接临时电源线。配电盘不得堆放物品。电器设备注意防潮、防腐、防老化、防电线短路,工作完毕要及时切断电源。

(3)在容器中(如烧杯、烧瓶、热水漏斗等)发生的局部小火,用湿布、石棉网、表面皿或木块等覆盖,就可以使火焰熄灭;若因冲料、渗漏、油浴着火等引起反应体系着火时,有效的扑灭方

法是用几层灭火毯包着火部位,隔绝空气使其熄灭。烘箱有异味或冒烟时,应迅速切断电源,使其慢慢降温,并准备好灭火器备用。千万不要打开烘箱门,以免突然供入空气,引起火灾。

(4)实验室常用的灭火器材为砂箱、灭火毯、灭火器。常用灭火器及适用范围见表 1-2。

表 1-2 实验室常用灭火器及其适用范围

灭火器类型	药液成分	适用范围
酸碱式	H_2SO_4 和 NaHCO_3	非油类和电器引起的一般初起火灾
泡沫灭火	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	油类起火
CO_2 灭火器	液态 CO_2	电气设备、小范围油类及忌水化学物品的失火
干粉灭火器	NaHCO_3 、硬脂酸铝、云母粉、滑石粉等	油类、可燃性气体、电气设备、精密仪器、图书文件和遇水易燃物品的初起火灾
1211 灭火器	CF_2ClBr 液化气体	特别适用于油类、有机溶剂、精密仪器、高压设备的失火
水系灭火器	水	可燃固体(A类)、可燃油类(B类)、可燃气体(C类)及 1 000 V 以下带电设备的初起火灾
灭火弹	超细干粉(或砂石)灭火剂	几乎所有类型,尤其是大面积火灾

总之,万一着火,要沉着快速处理。首先要切断热源、电源,把附近的可燃物品移走,再针对燃烧物的性质来采取适当的灭火措施。但不可将燃烧物抱着往外跑,因为跑时空气更流通,会烧得更猛。使用常用的灭火措施时要根据火灾的轻重、燃烧物的性质、周围环境和现有条件进行选择。

若着火或救火过程中衣服着火,应立即用湿抹布、灭火毯等包裹盖熄,或者就近用水龙头、冲淋装置浇灭或卧地打滚以扑灭火焰,切勿慌张奔跑,否则风助火势会造成严重后果。

第二章 分析化学实验基础知识

2.1 绪 论

2.1.1 分析化学实验课程目的和任务

分析化学实验是化学、化工、环境、材料、生物、医药等相关专业的重要基础课程之一,该课程的目的和任务是:

(1)学习并掌握定量分析化学实验的基本知识、基本操作、基本技能,以及典型的分析方法和常用的实验数据处理方法。

(2)确立“量”、“误差”和“偏差”,以及“有效数字”的概念,了解并能掌握影响分析结果的主要因素和关键环节,合理地选择实验条件和实验仪器,以确保定量结果的可靠性。

(3)通过实验加深对有关理论的理解,并能灵活运用所学理论知识和实验知识指导实验设计及操作,提高分析和解决实际问题的能力,培养创新意识和科学探索的兴趣,为将来的独立科研工作打下坚实的基础。

(4)培养严谨和实事求是的实验态度、良好的科学作风和实验素养。

2.1.2 分析化学实验基本要求

(1)实验前必须认真预习,并做好实验预习报告。要理解实验原理,了解实验过程,明确实验步骤和注意事项,做到心中有数。

(2)实验中要严格按照规范认真操作,仔细观察,及时记录。实验中遇到困难和故障时,沉着冷静,设法找出原因并及时排除。若实验失败,应经指导教师同意后,重做实验。

(3)实验过程中要保持室内安静、整洁。爱护公共设施,公用药品和仪器用完后及时放回原处。实验完成后,要及时清理实验台面,仪器、药品要摆放整齐。

(4)及时完成实验报告。实验报告一般包括实验题目、实验日期、实验目的、实验原理、原始记录、结果(附计算公式)和讨论等。

(5)常量分析的基本实验,其平行实验数据之间的相对偏差和实验结果的相对误差,一般要求不超过0.2%和 $\pm 0.3\%$ 。对于自拟方案实验、复杂样品分析和微量分析实验,要求可适当放宽。

2.2 分析用纯水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。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。一般的分析工作,采用一次蒸馏水或一次去离子水即可;超纯物质

的分析,则需纯度较高的“超纯水”。在一般的分析实验中,离子选择电极法、络合滴定法和银量法用的水纯度较高。

2.2.1 纯水的制备方法

纯水常用的制备方法有以下3种。

(1)蒸馏法:蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质,但不能除去易溶于水的气体。同是蒸馏而得的纯水,由于蒸馏器的材料不同,所带的杂质也不同。通常使用玻璃、铜和石英等材料制成的蒸馏器。

(2)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,用此法制得的水通常称为“去离子水”。此法的优点是容易制得大量纯度高的水且成本较低。

(3)电渗析法:是在离子交换技术基础上发展起来的一种方法。它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而使杂质离子自水中分离出来的方法。

纯水并不是绝对不含杂质,只是杂质的含量极微少而已。随制备方法和所用仪器的材料不同,其杂质的种类和含量也有所不同。用玻璃蒸馏器所得的水含有较多的 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等离子;用铜蒸馏器制得的则含有较多的 Cu^{2+} 等;用离子交换法或电渗析法制备的水则含有微生物和某些有机物等。

2.2.2 纯水的检验方法

纯水的质量可以通过检验来了解。检验的项目很多,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)电阻率:25℃时电阻率为 $(1.0 \sim 10) \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为纯水,大于 $10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为超纯水。

(2)酸碱度:要求 pH 值为 6~7。取 2 支试管,各加被检查的水 10 mL,一支加 0.2% 甲基红指示剂 2 滴,不得显红色;另一支加 0.2% 溴麝香草酚蓝(溴百里酚蓝)指示剂 5 滴,不得显蓝色。

在空气中放置较久的纯水,因溶解有 CO_2 , pH 值可降至 5.6 左右。

(3)钙镁离子:取 10 mL 被检查的水,加氨-氯化铵缓冲溶液($\text{pH} \approx 10$),调节溶液 pH 值至 10 左右,加入铬黑 T 指示剂 1 滴,不得显红色。

(4)氯离子:取 10 mL 被检查的水,用 5% HNO_3 1 滴酸化,加 1% AgNO_3 溶液 2 滴,摇匀后不得有白色浑浊现象。

分析用的纯水必须严格保持纯净,防止污染。聚乙烯容器是贮存纯水的理想容器之一。

2.3 化学试剂

2.3.1 化学试剂的规格

化学试剂的规格是以其中所含杂质多少来划分的,一般可分为四个等级,其规格和适用范围见表 2-1。

表 2-1 试剂规格及适用范围

级 别	中文名称	英文标志	标签颜色	主要用途
一级	优级纯	GR	绿	精密分析实验
二级	分析纯	AR	红	一般分析实验
三级	化学纯	CP	蓝	一般化学实验
生物化学试剂	生化试剂、生物染色剂	BR	咖啡色(染色剂:玫红色)	生物化学及医药化学实验

此外,还有光谱纯试剂、基准试剂、色谱纯试剂等。

光谱纯试剂(符号 SP)通常是指经过发射光谱分析过的、纯度较高的试剂。光谱纯是以光谱分析时出现的干扰谱线的数目及强度来衡量的,即其杂质含量用光谱分析法已测不出或杂质含量低于某一限度标准。需要注意的是,光谱纯并不提高纯物质,有时其主成分达不到 99.9% 以上,这种试剂主要用作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。基准试剂用作滴定分析中的基准物是非常方便的,也可用于直接配制标准溶液。

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 GR 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馏水。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,要注意节约原则,不要盲目追求纯度高,应根据具体要求取用。优级纯和分析纯试剂,虽然是市售试剂中的纯品,但有时由于包装或取用不慎而混入杂质,或在运输过程中可能发生变化,或贮藏日久而变质,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,分析者应自己动手精制。

2.3.2 化学试剂的取用

(1)取用试剂时应注意保持清洁。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,以免腐蚀。

(3)用吸管取试剂溶液时,决不能用未经洗净的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,写明试剂的名称、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,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适当使用,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。

2.4 滤纸和滤器

2.4.1 滤纸

化学分析中使用的滤纸有定性滤纸和定量滤纸两类。它们各有快速、中速和慢速三类。定量滤纸经盐酸和氢氟酸处理、蒸馏水洗涤,灰分很少,一般在灼烧后,每张滤纸的灰分不超过 0.1 mg,因而也称为“无灰”滤纸,适用于精密定量分析;定性滤纸灰分较多,供一般的定性分析和分离使用,不能用于重量分析。另外,还有用于色谱分析的层析滤纸。各种定量滤纸在滤纸盒的包装上用白带(快速)、蓝带(中速)、红带(慢速)作为标记加以区别。滤纸外形有圆形和方形两种。常用的圆形滤纸有 $\phi 7$ cm、 $\phi 9$ cm 和 $\phi 11$ cm 等规格,方形滤纸有 30 cm $\times$ 30 cm 和 60 cm $\times$ 60 cm 等规格。表 2-2 列出定量和定性分析滤纸的主要规格。

表 2-2 定量和定性滤纸规格

项 目	单 位	定量滤纸			定性滤纸		
		快速(白)	中性(蓝)	慢速(红)	快速	中速	慢速
定量	$\text{g} \cdot \text{m}^{-2}$	75	75	80	75	75	80
过滤测定示例		$\text{Fe}(\text{OH})_3$	ZnCO_3	BaSO_4	$\text{Fe}(\text{OH})_3$	ZnCO_3	BaSO_4
水分(不大于)	%	7	7	7	7	7	7
灰分(不大于)	%	0.01	0.01	0.01	0.15	0.15	0.15
含铁量(不大于)	%	—	—	—	0.003	0.003	0.003
水溶性氯化物 (不大于)	%	—	—	—	0.02	0.02	0.02

2.4.2 滤器

这类滤器都焊有多孔滤板,滤板是通过加热烧结玻璃、石英、陶瓷、金属、塑料等材料的颗粒,使之粘接在一起的方法制成的。其中最常用的是玻璃滤器。

玻璃滤器是用玻璃粉末在 600℃ 左右烧结制成的多孔性滤板,焊接在相同或相似膨胀系数的玻壳或玻管上制成的一类滤器。有各种形式,如坩埚形(砂芯坩埚或称微孔玻璃坩埚)、漏斗形(砂芯漏斗)和管状(筒式滤器)等。

根据国家标准《实验室烧结(多孔)过滤器——孔径、分级和牌号》(GB 11415—1989),过滤器的牌号规定以每级孔径的上限值(μm)前冠以字母“P”表示,对滤板的分级及牌号的具体规定见表 2-3,另外,一些仍在使用的过滤器的旧牌号及其孔径范围见表 2-4。

表 2-3 过滤器的分级、牌号及一般用途

牌 号	孔径分级/ μm	一般用途
P1.6	≤ 1.6	滤除大肠杆菌及葡萄球菌
P4	1.6~4	滤除极细沉淀及较大杆菌