



新世纪高等学校教材

化学系列教材

分析化学实验 (I)

唐波 主编



北京师范大学出版集团
BEIJING NORMAL UNIVERSITY PUBLISHING GROUP
北京师范大学出版社

FENXI HUAXUE SHIYAN

新世纪高等学校教材

化学系列教材

分析化学实验 (I)

FENXI HUAXUE SHIYAN

唐波 主编

山东师范大学

广西师范大学

河南师范大学

鲁东大学

合 编



北京师范大学出版集团
BEIJING NORMAL UNIVERSITY PUBLISHING GROUP
北京师范大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验. I /唐波主编. —北京: 北京师范大学出版社, 2014. 8

新世纪高等学校教材. 化学系列教材

ISBN 978-7-303-17758-5

I. ①分… II. ①唐… 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 (2014) 第 171859 号

营销中心电话 010-58802181 58805532
北师大出版社高等教育分社网 <http://gaojiao.bnup.com>
电子信箱 gaojiao@bnupg.com

出版发行: 北京师范大学出版社 www.bnup.com
北京新街口外大街 19 号
邮政编码: 100875

印 刷: 三河兴达印务有限公司
经 销: 全国新华书店
开 本: 170 mm×230 mm
印 张: 8
字 数: 144 千字
版 次: 2014 年 8 月第 1 版
印 次: 2014 年 8 月第 1 次印刷
定 价: 16.00 元

策划编辑: 范 林	责任编辑: 范 林
美术编辑: 焦 丽	装帧设计: 焦 丽
责任校对: 李 菡	责任印制: 陈 涛

版权所有 侵权必究

反盗版、侵权举报电话: 010-58800697

北京读者服务部电话: 010-58808104

外埠邮购电话: 010-58808083

本书如有印装质量问题, 请与印制管理部联系调换。

印制管理部电话: 010-58800825

前 言

本书为分析化学理论课程的配套实验教材。主要包括分析化学实验基础知识、定量分析仪器和基本操作介绍以及化学分析的基础实验。共包含 26 个实验，每个实验包括实验目的、实验原理、仪器和试剂、实验步骤、思考题等内容。

本书的特点是配合分析化学课堂教学，立足基础训练，密切联系实践，突出对学生综合实验能力的培养。注重教材内容的实用性与适应性，强调培养学生树立分析化学中“量”的概念以及独立解决分析检测问题的能力。

本书既可作为高等院校化学类专业本科生的分析化学实验教材，同时也可用作化工、材料、冶金、食品、环境等相关专业开设分析化学实验的教材，还可作为科研、生产部门有关科技人员、各行业分析测试人员的参考书。

本书由山东师范大学唐波教授主编，由山东师范大学、广西师范大学、河南师范大学、鲁东大学联合编写。其中，定量分析仪器和基本操作、酸碱滴定实验由山东师范大学编写，分析化学实验的基础知识、络合滴定实验由广西师范大学编写，氧化还原滴定实验由河南师范大学编写，沉淀滴定和附录由鲁东大学编写。在编写过程中，得到了许多从事分析化学工作的教师和实验技术人员的支持与帮助，并获得分子与纳米探针教育部重点实验室经费资助，在此一并致谢！

由于编者水平有限，书中难免有不妥和错误之处，敬请读者批评指正。

编者

2014 年 6 月

目 录

第 1 章	分析化学实验基础知识 /1	
第 1 节	实验室规则	1
第 2 节	实验室安全知识	2
第 3 节	实验室用水规格、制备及 检测方法	7
第 4 节	玻璃仪器的洗涤	10
第 5 节	化学试剂及其取用方法	12
第 6 节	溶液的浓度、溶液的配制及 分析化学中的计算式	15
第 7 节	实验数据的记录、处理和实验 报告的撰写	17
第 2 章	定量分析实验仪器和基本操作 /20	
第 1 节	分析天平	20
第 2 节	滴定分析仪器及其基本操作	25
第 3 节	重量分析法基本操作	33
第 3 章	定量分析实验 /45	
实验 1	滴定分析基本操作练习	45
实验 2	容量仪器的校准	48
实验 3	有机酸摩尔质量的测定	50

实验 4	食用白醋中 HAc 浓度的测定	52
实验 5	化肥 (铵盐) 中含氮量的测定 (甲醛法)	53
实验 6	工业纯碱总碱度的测定	55
实验 7	阿司匹林药品中乙酰水杨酸含量的测定	57
实验 8	酸碱滴定设计实验	58
实验 9	自来水总硬度的测定	60
实验 10	铋、锌含量的连续测定	63
实验 11	铝合金中铝含量的测定	65
实验 12	Zn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的连续滴定	67
实验 13	络合滴定法测定试样中的镍	69
实验 14	络合滴定方案设计实验	70
实验 15	过氧化氢含量的测定	71
实验 16	水样中化学需氧量的测定 (高锰酸钾法)	74
实验 17	白云石中钙的测定 (高锰酸钾法)	76
实验 18	铁矿中全铁含量的测定	78
实验 19	碘量法测定铜合金中铜含量	80
实验 20	葡萄糖含量的测定 (碘量法)	83
实验 21	氧化还原滴定方案设计	85
实验 22	可溶性氯化物中氯的测定 (莫尔法)	86
实验 23	银合金中银含量的测定 (佛尔哈德法)	88
实验 24	二水合氯化钡中钡含量的测定 (硫酸钡重量法)	89
实验 25	硫酸四氨合铜 (II) 的制备及组成分析	92
实验 26	硅酸盐水泥中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	94

附 录 /99

附录 1	容量器皿的绝对校准	99
附录 2	常用指示剂	100
附录 3	常用缓冲溶液的配制	106

附录 4	常用浓酸、浓碱的相对密度与浓度 (20 °C)	107
附录 5	常用基准物质的干燥条件和应用	108
附录 6	相对原子质量表	109
附录 7	常用化合物的相对分子质量表	114
附录 8	定量化学分析实验常用仪器清单	119

第1章 分析化学实验基础知识

第1节 实验室规则

.....

1. 实验前应认真预习,明确实验目的和要求,了解实验内容和基本原理,并能初步预测实验的结果。开始实验前应检查实验用品是否齐全,装置是否妥当。

2. 严格遵守实验室纪律和操作规程,保持安静,严禁喧哗。实验过程中如遇特殊情况,应立即报告教师,并采取适当措施妥善处理。实验时对仪器的使用应小心谨慎,爱护公物,节约试剂。

3. 实验过程中,应认真操作,随时观察、记录实验中的现象和有关数据,并运用所学理论知识进行思考判断,认真分析问题、处理数据。如遇实验结果与理论不符,应分析原因或重做实验,得出正确结论。

4. 实验后的废液、废物不得任意乱倒乱扔,必须倒入指定的废液缸或废物缸中。

5. 实验完毕后拆下仪器装置并检查缺损。如有短缺或破损应如实报告教师,填好实验仪器破损单,由教师按规定酌情处理。

6. 实验后应将所用仪器洗涤干净,并整齐地放回原处,实验台及试剂架必须擦净,每次实验后由学生轮流值勤,负责打扫和整理实验室。离开实验室前,应关闭水源、电源,以保持实验室的整洁和安全。

7. 实验课后应认真思考实验现象和原理,按实验记录和数据完成实验作业(实验报告、思考题)。书写实验报告应字迹端正,简明扼要,整洁清楚,并准时送交实验教师。

第2节 实验室安全知识

.....

一、实验室安全守则

在分析化学实验中，经常会接触许多化学试剂和仪器，其中包括一些有毒、易燃、易爆、有腐蚀性的试剂以及玻璃器皿、电气设备、加压和真空器具等。如不按照使用规则进行操作就可能发生中毒、火灾、爆炸、触电或仪器设备损坏等事故。为了确保实验的正常进行和人身安全，必须严格遵守实验室的安全规则：

(1)水、电、煤气一经使用完毕应立即关闭。离开实验室时，要仔细检查水、电、煤气、门、窗是否已关好；

(2)一切有毒或有刺激性气体的实验都应在通风橱内进行；

(3)绝对不允许任意混合各种化学药品，以免发生意外事故；

(4)浓酸、浓碱具有强腐蚀性，切勿溅在皮肤或衣服上。使用浓 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、 HClO_4 、氨水时，均应在通风橱中操作，绝不允许在实验室加热。稀释时(特别是浓硫酸)，应将它们沿烧杯壁慢慢倒入水中，而不能将水加入浓硫酸中，以避免迸溅；夏天使用浓氨水时，应先将氨水瓶放在自来水流下冷却后，再进行开启；使用四氯化碳、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时，要远离火源和热源，用后将试剂瓶盖紧放在阴凉处保存；

(5)有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物，特别是氰化物)不得进入口内或接触伤口；剩余的废液也不能随便倒入下水道，应倒入废液缸中；

(6)热、浓的 HClO_4 遇有机物常易发生爆炸，不能单独使用。如果试样为有机物时，应先用浓硝酸加热，使之与有机物发生反应，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，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；

(7)将玻璃管、温度计、漏斗等插入橡皮塞(或软木塞)时，应涂以水或甘油等润滑剂，并用布垫好，以防玻璃管破碎时被刺伤。操作时应手持塞子的侧面，切勿将塞子握在手掌中；

(8)严禁性质不明的物料入口，实验室严禁吸烟、饮食，离开实验室前应

先洗手；若使用过有毒物还应漱口；

(9)实验室所有药品不得携带出室外，用剩的药品应交还给教师。

二、实验室事故处理

(1)割伤：在伤口上抹上红药水或紫药水，撒些消炎粉并包扎好。

(2)烫伤：切勿用水冲洗，应在伤口处抹些黄色苦味酸溶液、烫伤膏、红花油等，严重者应立即送医院治疗。

(3)酸碱溅到皮肤或眼内：首先用大量水冲洗，然后对于酸用饱和碳酸氢钠溶液冲洗，对于碱用柠檬酸或硼酸($50 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$)溶液冲洗，最后再用水冲洗。

(4)毒物入口：将几毫升稀硫酸铜溶液倒入一杯温水中内服后，用手指伸入咽喉促使呕吐，然后去医院就医。

(5)吸入有毒气体：可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气，然后到室外呼吸新鲜空气。

(6)触电：立刻切断电源，必要时进行人工呼吸。

(7)起火：立即一边灭火，一边防止火势扩展，如拉开电闸、关闭煤气、移开易燃易爆物质等。灭火要根据起火原因采取不同方法。一般小火用湿布、石棉布或沙土覆盖即可灭火。火势大时可用泡沫灭火器，但是电器设备起火，不能用泡沫灭火器，以免触电，只能用四氯化碳或二氧化碳灭火器，使燃烧物与空气隔绝而将火扑灭。

三、实验室消防常识

在实验室中经常要使用许多易燃物质，如乙醇、甲醇、苯、甲苯、丙酮、煤油等。这些易燃物质挥发性强，着火点低，在明火、电火花、静电放电、雷击等因素的影响下极易引燃起火，造成严重损失，因此使用易燃物品时应严格遵守操作规程。在发生火灾的情况下，应针对起火原因及周围环境情况采取适宜的灭火方法进行处理。一般灭火方法主要遵循两条原则：降低燃烧物温度；将燃烧物与空气隔绝。常用的灭火器材有水、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、酸碱灭火器、泡沫灭火器等。

1. 水

水是常用的灭火物质。在常用的固体和液体物质中，水的比热(使 1 g 物质温度升高 $1 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 所吸收的热量)最大(即 $4.1868 \times 10^3 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)；水的汽化热(液体在一定温度下转化为气体时所吸收的热量)也很大(为 $40.8 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$)。因此，水有优良的冷却能力，可以有效地降低燃烧区域的温度，而使火焰熄灭。

其次,水蒸发成水蒸气时体积大为膨胀,可增加至原体积的1 500倍以上,可以大大降低燃烧区可燃气体及助燃气体的含量,有利于扑灭火焰。但是在下列情况下,严禁以水灭火。

(1)由比水轻并与水不相溶的液体燃烧而引起的火灾,如石油、汽油、煤油、苯等。这些可燃性液体比水轻,能浮在水面上继续燃烧,并且随着水的流散,使燃烧面积扩大。

(2)由电器设备引起的火灾。消防用水中含有各种盐类,是良好的电解质。因此,在电器设备区域(特别是高压区)使用可能造成更大的损失。

(3)火灾地区存有钾、钠等金属时,钾、钠与水发生剧烈作用并放出氢气,氢气逸散于空气中即成为爆炸性的混合物,极易爆炸。

(4)火灾地区存有电石时,水与电石反应放出乙炔,同时放出大量热,且能使乙炔着火爆炸。

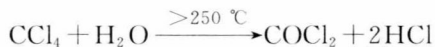
有时在用水灭火时,也可以在水中溶入一定量的氯化钙(CaCl_2)、硫酸钠(Na_2SO_4),水蒸发后这些盐附着在燃烧物表面,对熄灭火焰也有一定作用。一般情况下,所用溶液的浓度为: CaCl_2 30%~35%, Na_2SO_4 25%。大气中的水蒸气含量高于35%时即可遏止燃烧,因此在装有锅炉设备的场所应用过热蒸气灭火具有显著的效果。但使用时必须注意安全,防止被烫伤。

2. 四氯化碳(CCl_4)

四氯化碳为无色、易挥发、不燃烧的液体,有特殊的臭味。0℃时密度为 $1.63\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$,沸点为76.7℃,凝固点为25℃,不导电,因此适用于电器、电机、电线、配电设备等的灭火。

四氯化碳汽化时吸收的热量并不显著,但产生的不支持燃烧的四氯化碳气体密度大(是空气密度的5.3倍)。此种气体可有效地覆盖在燃烧物表面并与燃烧产物混合而遏制燃烧,空气中只要含有10%的 CCl_4 蒸气,就可以达到灭火效果。但是四氯化碳蒸气有毒,人若吸入2~4 mL就可能死亡。

在250℃以上温度条件下,四氯化碳能与水作用产生剧毒的光气,反应如下:



有灼热金属存在时,该反应更为剧烈。由于四氯化碳灭火器不仅灭火效率低,而且四氯化碳本身有毒,在高温时产生剧毒的光气,因此已被淘汰。

3. 二氧化碳(CO₂)

二氧化碳比空气重，在空气中一般积存于下层。临界压力为 7.3 MPa，在此条件下即为液体，液体体积仅为标准状态下气体体积的 1/500。二氧化碳气体不导电，因此广泛用于电器设备灭火。

二氧化碳灭火器是将气态二氧化碳压缩在钢制容器中，气体喷出时经过一扁平喇叭形扩散器(又名造雪器)，使部分二氧化碳凝固为雪花，喷出的雪花状二氧化碳温度可降至 -78 ℃ 左右；雪花状二氧化碳在燃烧区直接气化吸收大量热而使燃烧物温度急剧下降，同时产生的 CO₂ 气体覆盖在燃烧物表面将火熄灭。

二氧化碳灭火器在 90 s 内即喷射完毕。因此，使用时应尽量靠近燃烧区。打开开关后将喷流对准火焰，由于化雪时的强冷却作用，可能使手冻伤，应注意防护。此种灭火器保存时应防止受热，如有漏气而质量减轻 1/10 时，即应充气。

酸碱灭火器与泡沫灭火器是利用灭火器中化学物质相互作用而放出二氧化碳。常见反应如下：



灭火时，二氧化碳气体易为气流所冲散，为了克服这一缺点，可在碳酸氢钠溶液中加入一定量的发泡剂，使产生的 CO₂ 气体包含在泡沫中，喷出的泡沫覆盖在燃烧物表面，隔绝空气，从而熄灭火焰。由于泡沫层比较轻，能浮在比重不大的液体(如汽油、煤油、香蕉水等)的表面，因此也适用于这类物质的灭火。

酸碱灭火器或泡沫灭火器的药液是强电解质，不能用于电器设备的灭火。另外，药液腐蚀性强，灭火后应及时清理现场。

4. 灭火药粉

灭火药粉的主要成分为碳酸氢钠，再加入滑石粉、硅藻土、石棉粉等混合而成。灭火粉撒于燃烧物表面能分解出二氧化碳而起到灭火作用。一般灭火粉装在钢筒中以压缩二氧化碳喷射。

5. 黄沙

黄沙也是常用的灭火材料，向燃烧区域撒盖黄沙，使燃烧物与空气隔绝而使燃烧停止。

6. 石棉毯

这是一种常用的有效灭火用具，将石棉毯覆盖在燃烧物表面既可隔绝空气又可迅速降低燃烧区域的温度而使燃烧停止。

实验过程中发生火灾，如果起火范围小可以立即用合适的灭火器材进行灭火，但若火势有蔓延趋势，必须同时立即报警。常用的灭火器及其适用范围见表 1-1。

表 1-1 常用的灭火器及其适用范围

类型	药液成分	适用范围
四氯化碳	液体 CCl_4	电器失火
二氧化碳	液体 CO_2	电器失火
泡沫式	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 、 NaHCO_3	油类失火
酸碱式	H_2SO_4 、 NaHCO_3	非油类、非电器失火的一般火灾
干粉灭火	粉末主要成分为 NaHCO_3 等盐类物质，加入适量润滑剂、防潮剂等	油类、可燃气体、电气设备、文件档案和遇水燃烧等物品的初起火灾
1211	CF_2ClBr	气体、有机溶剂、高压电器设备、精密仪器等失火

四、实验室“三废”的处理

实验过程中不可避免会产生一些没有应用价值的气体、液体和固体，需要及时排弃。但这些废弃物，特别是其中的某些剧毒物质，如果直接排出就可能污染周围空气和水源，使环境受到污染，甚至损害人体健康。因此，对废液和废气、废渣必须经过一定的处理，才能排弃。

对于产生少量有毒气体的实验，可在通风橱内进行，通过排风设备将少量有毒气体排到室外，以免污染室内空气。对于产生毒气量较大的实验，必须备有吸收或处理装置。如二氧化硫、氯气、硫化氢、氟化氢等可用碱溶液吸收，一氧化碳可直接点燃使其转化为二氧化碳。少量有毒的废渣可埋于地下(应有固定地点)。下面主要介绍常见废液处理的一些方法。

(1) 实验产生的废液中量较大的是废酸液，可先用耐酸塑料网纱或玻璃纤维过滤，滤液用石灰或碱中和，调 pH 至 6~8 即可排出。少量的滤渣可埋于地下。

(2) 实验中含铬废液量较大的是废铬酸洗液，可用高锰酸钾氧化法使其再

生,继续使用。方法是:先在110~130℃下加热浓缩(不断搅拌),除去水分后,冷却至室温,缓缓加入高锰酸钾粉末,每1000 mL中加入10 g左右,直至溶液呈深褐色或微紫色(注意不要加过量),边加边搅拌,然后直接加热至有三氧化硫出现,停止加热。稍冷,通过玻璃砂芯漏斗过滤,除去沉淀,冷却后析出红色三氧化铬沉淀,再加适量硫酸使其溶解即可使用。少量的洗液可加入废碱液或石灰使其生成氢氧化铬沉淀,将废渣埋于地下。

(3)氰化物是剧毒物质,含氰废液必须认真处理。少量的含氰废液可先加氢氧化钠调至pH大于10,再加入少量高锰酸钾使 CN^- 氧化分解。量大的含氰废液可用碱性氯化法处理,先用碱调至pH大于10,再加入漂白粉,使 CN^- 氧化成氰酸盐,并进一步分解为二氧化碳和氮气。

(4)含汞盐废液应先调pH至8~10后,加适当过量的硫化钠,生成硫化汞沉淀,同时加入硫酸亚铁生成硫化亚铁沉淀,从而吸附硫化汞沉淀下来。静置后分离,再离心过滤,清液中的含汞量可降到 $0.02 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 以下,可直接排放。少量残渣可埋于地下,大量残渣需要用焙烧法回收汞,但要注意,一定要在通风橱内进行。

(5)含重金属离子的废液,最有效和最经济的处理方法是,加碱或硫化钠将重金属离子变成难溶性的氢氧化物或硫化物而沉积下来,从而过滤分离,少量残渣可埋于地下。

第3节 实验室用水规格、制备及检测方法

.....

一、实验室用水规格及技术指标

分析化学实验室用水的纯度决定着分析结果准确与否,关系到空白值、分析方法的检出限,特别是微量、痕量分析对水质有很高的要求。分析人员对用水级别、规格应当有所了解,以便正确选用。分析化学实验室经常使用的一般是蒸馏水或去离子水。有的实验要求用二次蒸馏水或更高规格的纯水(如电分析化学、液相色谱等的实验)。纯水并非绝对不含杂质,只是杂质含量极微而已。

参照广泛使用的国际标准,我国颁布了分析实验室用水规格和实验方法的国家标准,其中规定了分析实验室用水的级别及主要技术指标,见表1-2。实际工作中,若实验对用水有特殊要求,则还要检验有关的项目。

表 1-2 分析化学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 °C)	—	—	5.0~7.5
电导率(25 °C)/mS · m ⁻¹ (≤)	0.01	0.10	0.50
可氧化物(以 O 计)/mg · L ⁻¹ (≤)	—	0.08	0.4
蒸发残渣(105±2 °C)/mg · 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)/mg · L ⁻¹ (≤)	0.01	0.02	—

注：电导率是纯水质量的综合指标。一级水和二级水的电导率必须“在线”(将测量电极安装在制水设备的出水管道内)测量。纯水在储存或与空气接触过程中，容器材料中可溶解成分的引入或吸收空气中的 CO₂ 等杂质，都会引起电导率的变化。水越纯，其影响越显著。一级水必须临用前制备，不宜存放。在实践中人们往往习惯于用电阻率衡量水的纯度，如果以电阻率来表示，则上述一级、二级、三级水的电阻率应分别等于或大于 10 MΩ · cm、1 MΩ · cm、0.2 MΩ · cm。另外，由于在一级、二级纯度的水中，难于测定真实的 pH，因此，对一级水、二级水的 pH 范围不作规定；由于在一级水的纯度下，难于测定可氧化物和蒸发残渣，对其限量不作规定，可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

二、纯水的制备方法

制备分析实验室用水的原水应当是饮用水或其他适当纯度的水。三级水是最普遍使用的纯水，一是直接用于某些实验，二是用于制备二级水乃至一级水。

1. 一级水

可用二级水经过石英设备蒸馏或混合床离子交换器处理后，再经 0.2 μm 微孔滤膜过滤来制取。一级水主要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。

2. 二级水

二级水可用多次蒸馏或离子交换等方法制取。二级水用于无机痕量分析实验，如原子吸收光谱分析、电化学分析实验等。

3. 三级水

三级水可用蒸馏、去离子(离子交换及电渗析法)或反渗透等方法制取。三级水用于一般化学分析实验。

4. 蒸馏水

通过蒸馏方法得到的纯水称为蒸馏水。因蒸馏器的材料不同，蒸馏水中含

有的杂质种类和含量也不同。用玻璃蒸馏器蒸馏所得的水中含有 Na^+ 和 SiO_3^{2-} 等离子；而用铜蒸馏器所制得的纯水中则可能含有 Cu^{2+} 。蒸馏法设备成本低、操作简单，但能耗高、产率低，且只能除掉水中的非挥发性杂质。

5. 去离子水

利用离子交换树脂去除水中的阳离子和阴离子杂质后所得的纯水，称之为离子交换水或“去离子水”。用该方法制备纯水的优点是：操作简便、设备简单、出水量大、成本低。在一般情况下可代替蒸馏水。离子交换处理能除去水中绝大部分盐类、碱和游离酸，但不能除去有机物和非电解质，而且有少量树脂溶在水中。未进行处理的去离子水可能含有微生物和有机物杂质，使用时应注意。为了消除非电解质杂质和提高实验室中离子交换树脂的利用率，应以普通蒸馏水代替自来水进行离子交换处理。

三、纯水质量的检验

纯水的质量检验指标很多，通常有物理方法和化学方法两类。分析化学实验室主要对实验用水的电阻率、酸碱度、钙镁离子、氯离子的含量等进行检测。

1. 电阻率

水的电阻率越高，表示水中的离子越少，水的纯度越高。25℃时，电阻率为 $10 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 的水称为纯水；电阻率大于 $10 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 的水称为高纯水。高纯水应储存在石英或聚乙烯塑料容器中。

2. 酸碱度

用酸度计测量与大气相平衡的纯水的 pH，要求 pH 为 6.6 左右。检验方法如下。

(1) 简易法：取 2 支试管，各加待测水样 10 mL，其中一支试管加入 2 滴 0.2% 甲基红指示剂，应不显红色；另一支试管加 5 滴 0.1% 溴百里酚蓝，不显蓝色为合格。

(2) 仪器法：用酸度计测量与大气相平衡的纯水的 pH，在 6~7 为合格。

3. 钙镁离子

取 50 mL 待测水样，加入 pH=10 的氨—氯化铵缓冲液 1 mL 和少许铬黑 T (EBT) 指示剂，应不显红色；若显纯蓝色，说明水合格。

4. 氯离子

取 10 mL 待测水样，用 2 滴 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HNO}_3$ 酸化，然后加入 2 滴 $10 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$

AgNO₃ 溶液, 摇匀后无浑浊出现为合格。

化学分析法中, 除络合滴定必须用去离子水外, 其他方法均可采用蒸馏水。分析实验用的纯水必须注意保持纯净, 避免被污染。通常采用以聚乙烯为材料制成的容器盛装实验用纯水。

第 4 节 玻璃仪器的洗涤

一、仪器的洗涤

分析化学实验室经常使用玻璃仪器和瓷器, 用不干净的仪器进行实验时, 往往由于污物和杂质的存在而得不到准确的结果, 所以仪器应该保证干净。“干净”两字的含义主要是指“不含有妨碍实验准确性的杂质”。一般来说, 玻璃仪器洗干净后, 内壁附着的水应均匀, 既不聚成滴, 也不成股流下。洗涤仪器的方法很多, 应根据实验的要求、污物的性质和污染的程度加以选择。一般来说, 附着在仪器上的污物有尘土和其他不溶性物质、可溶性物质、有机物质及油污等。针对这些情况, 可分别采用下列方法洗涤。

1. 用自来水洗

用自来水冲洗可有效除去水溶性物质以及附着在仪器上的尘土及其他不溶物, 但难以除去油污及某些有机物。对于有机污染物, 则应选取相应的有机溶剂洗涤。

2. 用合成洗涤剂洗

这类洗涤剂主要是去污粉、洗洁精等。一般的器皿都可以用该类洗涤剂洗涤, 可有效去除油污及某些有机化合物。洗涤时, 在器皿中加入少量的洗涤剂和水, 然后用毛刷反复刷洗, 再用水冲洗干净。若仍未洗干净, 可用热碱液洗。容量仪器不能用洗衣粉和毛刷刷洗, 以免磨损器壁, 使容积发生变化。

3. 用洗液冲洗

进行定量分析实验时, 即使少量杂质也会影响实验的准确性。必要时可用洗液清洗容量仪器。

铬酸洗液是含有饱和 K₂Cr₂O₇ 的浓硫酸溶液, 具有强氧化性和强酸性, 适于洗涤无机物和部分有机物。洗液的去污能力很强, 洗涤时往容器内加入洗液, 其用量为容器总容积的 1/3, 然后将容器倾斜, 慢慢转动容器, 使容器的内壁全部被洗液润湿, 然后将洗液倒入原来瓶内, 再用水将洗液洗去。如果用