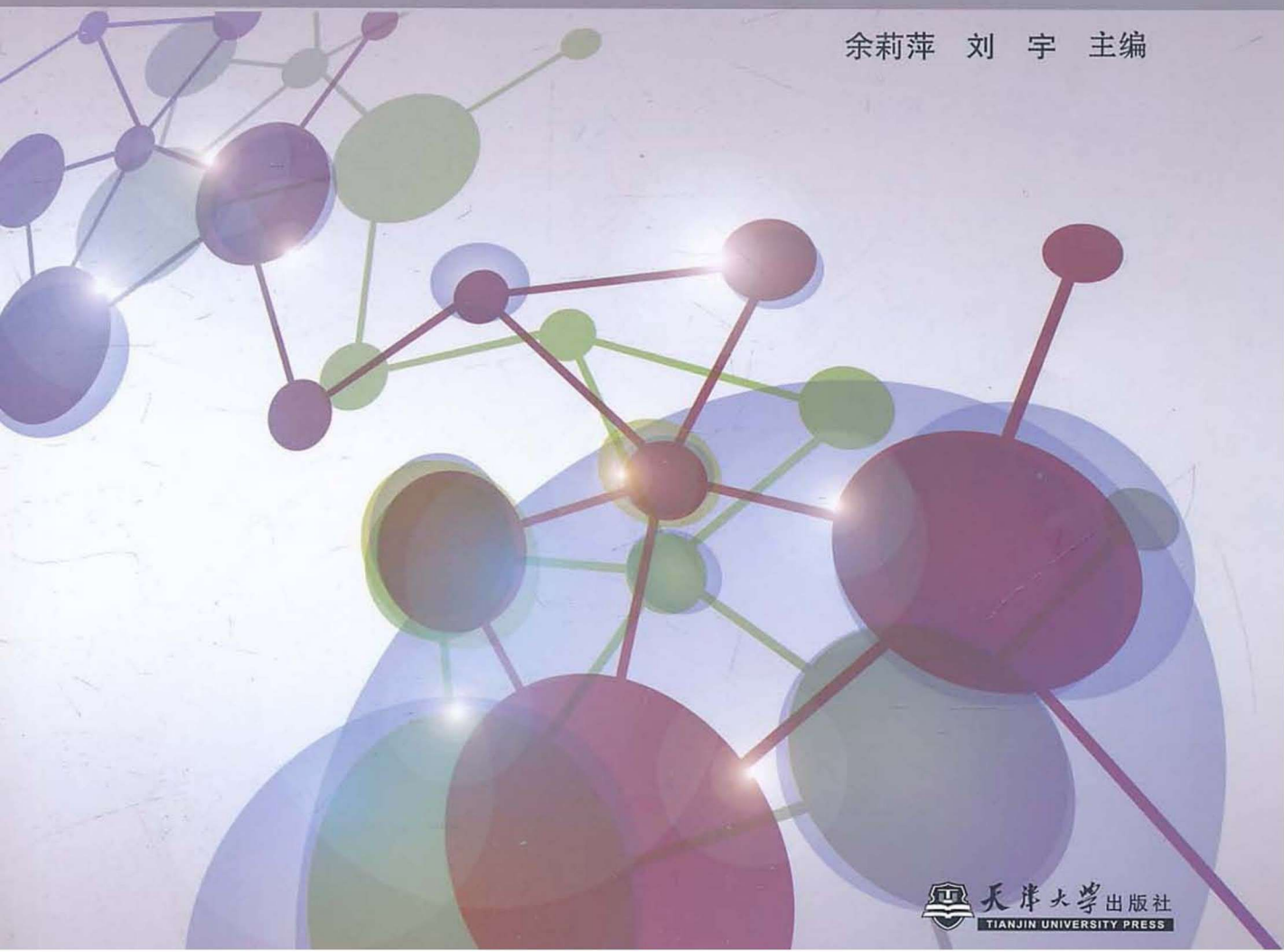


分析化学实验

FENXIHUAXUESHIYAN

余莉萍 刘 宇 主编



分析化学实验

余莉萍 刘 宇 主 编



天津大学出版社
TIANJIN UNIVERSITY PRESS

内 容 提 要

编写本教材的目的是为三本院校的化学、化工类专业以及近化学类专业学生提供一本实用性强的分析化学实验教材。本书的主要内容包括分析化学实验基础知识、分析化学基本操作、常用分析仪器的原理和使用以及实验部分。实验内容包括定量化学分析实验和仪器分析实验两部分,共有 25 个实验可供选用,以基本实验为主,重在培养学生的基本操作技能。

本书也适用于高职、高专学校的学生以及实验室工作人员,可作为实验教材或参考书。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/余莉萍,刘宇主编. —天津:天津大学出版社,2011.5

ISBN 978-7-5618-3876-4

I. ①分… II. ①余…②刘… III. ①分析化学—化学实验—高等学校—教材 IV. ①0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 071702 号

出版发行 天津大学出版社
出 版 人 杨欢
地 址 天津市卫津路 92 号天津大学内(邮编:300072)
电 话 发行部:022-27403647 邮购部:022-27402742
网 址 www.tjup.com
印 刷 廊坊市长虹印刷有限公司
经 销 全国各地新华书店
开 本 185mm × 260mm
印 张 6.5
字 数 162 千
版 次 2011 年 5 月第 1 版
印 次 2011 年 5 月第 1 次
印 数 1—3 000
定 价 15.00 元

凡购本书,如有缺页、倒页、脱页等质量问题,烦请向我社发行部门联系调换

版权所有 侵权必究

前 言

编写本教材的目的是为三本院校和高职、高专学校的化学、化工以及近化学类专业学生提供一本实用性强的分析化学实验教材。根据培养一线应用型人才的培养目标,三本院校和高职、高专学校分析化学课程以培养精细化学品、食品、药品及其他工业产品分析检测人员和其他岗位应用型人才为目标。要满足企业的发展需求,分析检验岗位工作人员必须能熟练、准确地进行分析检验操作,能够进行常规检测数据处理,并出具正确的检验报告,能熟练运用化学分析法、仪器分析法的基础知识和相应的检测方法解决实际生产问题。

为适应分析化学课程的这一目标,本书重在培养学生实际工作中必须掌握的基本知识和基本技能,避免学校教学和实践脱节。主要内容包括滴定分析操作技能、重量分析操作技能和基础仪器分析操作技能的训练。每种技能训练从实验基础知识和基本技能掌握两个方面进行,采用基础知识、基本操作和单元实验三个层次的进阶式教学。实验内容的选择也尽量做到专业需求、生产实际应用和分析化学传统知识的有机结合。例如,在学习完“EDTA 标准溶液的配制和标定”后,工业分析专业的学生可以选择传统实验“铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定”,也可以选择实用性实验“自来水总硬度的测定”和“石灰石中钙、镁含量的测定”;药学、食品等专业的学生则可以选择“钙制剂中钙含量的测定”。此外,基础分析仪器使用注意事项的介绍,每个实验后的注释和思考题,可以帮助学生加深对实验方法和原理的理解以及对操作要领的了解,希望学生阅读后在做实验时心中有数,以取得更好的实验效果。

全书由天津大学肖新亮教授通读、修改和定稿,谨在此致以深切的谢意。

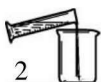
由于编者水平有限,教材中难免存在错误与不妥之处,敬请各位专家和读者批评指正。

编者
2010 年 8 月



目 录

第一章 分析化学实验基础知识	(1)
1.1 分析化学实验基本要求	(1)
1.2 分析实验室安全规则	(1)
1.3 分析实验室用水	(2)
1.3.1 分析实验室用水的规格	(2)
1.3.2 各种纯水的制备方法	(2)
1.4 玻璃仪器的洗涤与干燥	(3)
1.4.1 常用玻璃仪器	(3)
1.4.2 玻璃仪器的洗涤	(5)
1.4.3 玻璃仪器的干燥	(6)
1.5 化学试剂	(6)
1.5.1 化学试剂的规格	(6)
1.5.2 基准物质和标准溶液	(7)
1.5.3 试剂的存放	(8)
1.5.4 试剂的取用	(8)
1.5.5 试剂的配制	(9)
1.6 实验数据的记录、处理和分析	(9)
1.6.1 实验数据的记录	(10)
1.6.2 实验数据的处理和分析	(10)
1.6.3 实验报告的书写	(11)
第二章 定量化学分析实验的基本操作技术	(13)
2.1 天平的使用	(13)
2.1.1 台秤的使用	(13)
2.1.2 分析天平的使用	(13)
2.1.3 电子天平的使用	(15)
2.1.4 称量方法	(16)
2.2 滴定分析基本操作	(18)
2.2.1 滴定管及其使用	(18)
2.2.2 容量瓶及其使用	(22)
2.2.3 移液管(吸量管) 及其使用	(23)
2.3 重量分析基本操作	(24)
2.3.1 沉淀的制备	(25)
2.3.2 沉淀的过滤和洗涤	(25)



2.3.3 沉淀的灼烧和恒重	(27)
第三章 常用分析仪器的原理和使用	(30)
3.1 酸度计	(30)
3.1.1 酸度计工作原理	(30)
3.1.2 pH—3B 型酸度计	(31)
3.1.3 pH—2C 型酸度计	(32)
3.1.4 酸度计使用注意事项	(33)
3.2 紫外—可见分光光度计	(33)
3.2.1 紫外—可见分光光度法的原理	(33)
3.2.2 722S 型可见分光光度计	(34)
3.2.3 TU—1900 双光束紫外—可见分光光度计	(35)
3.2.4 紫外—可见分光光度计使用注意事项	(36)
3.3 原子吸收分光光度计	(36)
3.3.1 原子吸收分光光度计工作原理	(36)
3.3.2 TAS—990 原子吸收分光光度计	(37)
3.3.3 PE—AA400 原子吸收分光光度计	(38)
3.3.4 原子吸收分光光度计使用注意事项	(40)
3.4 气相色谱仪	(40)
3.4.1 气相色谱分离的基本原理	(40)
3.4.2 GC—14C 气相色谱仪操作规程	(40)
3.4.3 瓦里安 CP 3800 气相色谱仪操作规程	(41)
3.4.4 气相色谱仪使用注意事项	(42)
3.5 高效液相色谱仪	(42)
3.5.1 高效液相色谱分离原理	(42)
3.5.2 高效液相色谱仪常规操作规程	(43)
3.5.3 Agilent 1100 高效液相色谱仪操作规程	(43)
3.5.4 高效液相色谱仪使用注意事项	(44)
3.6 气体钢瓶、减压阀	(45)
3.6.1 气体钢瓶	(45)
3.6.2 减压阀	(45)
3.6.3 钢瓶和减压阀使用注意事项	(46)
第四章 定量化学分析实验	(47)
实验1 分析天平称量练习	(47)
实验2 滴定分析基本操作练习	(48)
实验3 酸碱标准溶液浓度的标定	(50)
实验4 混合碱的测定	(53)
实验5 EDTA 标准溶液的配制和标定	(54)
实验6 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	(56)



实验 7	石灰石中钙、镁含量的测定	(58)
实验 8	钙制剂中钙含量的测定	(59)
实验 9	自来水总硬度的测定	(60)
实验 10	KMnO_4 标准溶液的配制和标定	(62)
实验 11	过氧化氢含量的测定	(64)
实验 12	石灰石中钙含量的测定	(65)
实验 13	硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	(67)
实验 14	硫酸铜中铜含量的测定	(68)
实验 15	可溶性钡盐中钡含量的测定	(69)
第五章 仪器分析实验		(72)
实验 16	电位法测定水样的 pH 值	(72)
实验 17	离子选择性电极法测定水中氟含量	(73)
实验 18	恒电流电解法测定铜含量	(76)
实验 19	邻二氮菲分光光度法测定微量铁	(77)
实验 20	有机化合物的紫外吸收光谱及溶剂对光谱的影响	(80)
实验 21	原子吸收光谱法测定自来水中钙、镁的含量	(81)
实验 22	原子吸收光谱法测定含铜废液中铜的含量	(82)
实验 23	醇系物的气相色谱分析	(83)
实验 24	苯系物的气相色谱定性鉴定	(85)
实验 25	苯系物的高效液相色谱分析	(86)
附录		(88)
附录 1	相对原子质量表(国际纯粹与应用化学联合会 1993 年公布)	(88)
附录 2	常用化合物的相对分子质量表	(89)
附录 3	常用酸碱试剂的密度、体积分数和近似浓度	(91)
附录 4	常用基准物及其干燥条件	(91)
附录 5	常用酸碱指示剂	(92)
附录 6	常用氧化还原指示剂	(92)
附录 7	常用配位指示剂	(93)
附录 8	常用 pH 标准缓冲溶液的配制	(93)
附录 9	pH 标准缓冲溶液在不同温度下的 pH 值	(94)
参考文献		(95)



第一章 分析化学实验基础知识

1.1 分析化学实验基本要求

分析化学是化学四大基础课之一,是一门实践性很强的学科。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。学生通过分析实验课程的学习应达到以下目标。

- (1) 正确、熟练地掌握分析化学实验的基本操作技能。
- (2) 学习并掌握典型的分析方法。
- (3) 充分运用所学的理论知识指导实验,提高实验能力。
- (4) 学会正确、合理地选择实验条件和实验仪器,以保证实验结果的可靠性。
- (5) 培养严谨的科学态度与良好的科学实验素养,为学习后继课程以及实际工作打下良好的基础。

为了达到上述教学目标,获得较好的实验效果,学生必须做到以下几点。

1) 认真预习

每次实验前必须理解实验原理,了解实验步骤和注意事项,写好预习报告,做到心中有数。

2) 仔细实验,如实记录,积极思考

实验过程中,要认真地学习有关分析方法的基本操作,在教师的指导下正确使用仪器,严格按照规范进行操作。细心观察实验现象,及时将实验条件和现象以及分析测试的原始数据记录在实验记录本上,不得随意涂改;同时要勤于思考、分析问题,培养良好的实验习惯和科学作风。

3) 认真写好实验报告

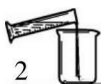
根据实验记录进行认真整理、分析、归纳、计算,并及时写好实验报告,正确地处理和评价数据。

4) 严格遵守实验室规则,注意安全

保持实验室内安静、整洁。实验台面应保持清洁,仪器和试剂按照规定摆放,整齐有序。爱护实验仪器设备,实验中如发现仪器工作不正常,应及时报告教师处理。实验中要注意节约。安全使用电、水和有毒或腐蚀性的试剂。每次实验结束后,应将所用的试剂及仪器复原,清洗好用过的器皿,整理好实验室。

1.2 分析实验室安全规则

分析化学实验中,经常使用水、电、大量易破损的玻璃仪器和一些具有腐蚀性甚至易燃、易



爆或有毒的化学试剂。为确保人身和实验室的安全,且不污染环境,实验中须严格遵守实验室的安全规则。

(1) 禁止将食物和饮料带进实验室,实验中注意不用手摸脸、眼等部位。一切化学药品严禁入口,实验完毕后必须洗手。

(2) 使用浓酸、浓碱以及其他腐蚀性试剂时,切勿溅在皮肤和衣物上。涉及浓硝酸、浓盐酸、浓硫酸、高氯酸、浓氨水等的操作,均应在通风橱内进行。夏天开启装有浓氨水、浓盐酸的容器时,一定先用自来水将其冲冷却,再打开瓶盖。使用汞、汞盐、砷化物、氰化物等剧毒品时,要实行登记制度,取用时特别小心,切勿泼洒在实验台面和地面上,用过的废物、废液切不可乱扔,应分别回收,集中处理。实验中的其他废物、废液也要按照环保的要求妥善处理。

(3) 注意防火。万一发生火灾,要保持镇静,立即切断电源或燃气源,并采取有针对性的灭火措施。一般的小火用湿布、防火布或沙子覆盖燃烧物灭火。不溶于水的有机溶剂以及能与水起反应的物质(如金属钠)一旦着火,绝不能用水浇,应用沙土压或用二氧化碳灭火器灭火。如电器起火,不可用水冲,应当用四氯化碳灭火器灭火。情况紧急应立即报警。

(4) 使用各种仪器时,要在教师讲解或自己仔细阅读并理解操作规程后,方可动手操作。

(5) 安全使用水、电。离开实验室时,应仔细检查水、电、气、门窗是否关好。

(6) 如发生烫伤和割伤,应及时处理,严重者应立即送医院治疗。

1.3 分析实验室用水

1.3.1 分析实验室用水的规格

分析实验室用于溶解、稀释和配制溶液的水,都必须先经过纯化。分析要求不同,对水质纯度的要求也不同。

根据中华人民共和国国家标准 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》的规定,分析实验室用水分为一级水、二级水和三级水三个级别。

一级水用于有严格要求的分析试验,包括对颗粒有要求的试验,如高效液相色谱分析用水。一级水可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后,再经 $0.2\ \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤来制取。

二级水用于无机痕量分析等试验,如原子吸收光谱分析用水。二级水可用多次蒸馏或离子交换等方法制取。

三级水用于一般化学分析试验。三级水可用蒸馏或离子交换等方法制取。

1.3.2 各种纯水的制备方法

实验室常规的纯水制备方法有以下几种。

1. 蒸馏法

将自来水在蒸馏装置中加热汽化,然后将蒸汽冷凝即可得到蒸馏水。由于杂质离子一般不挥发,所以蒸馏水中所含的杂质比自来水少得多,比较纯净,可达到三级水的指标,但还有少量金属离子、二氧化碳等杂质。

为了获得比较纯净的蒸馏水,可以进行重蒸馏,并在准备重蒸馏的蒸馏水中加入适当的试

剂以抑制某些杂质的挥发。如加入碱性高锰酸钾可破坏有机物,并防止二氧化碳蒸出。二次蒸馏水一般可达到二级水指标。第二次蒸馏通常采用石英亚沸蒸馏器,其特点是在液面上方加热,使液面始终处于亚沸状态,可使水蒸气带出的杂质量减至最低。

2. 离子交换法

去离子水是使自来水或普通蒸馏水通过离子树脂交换柱后所得的水。制备时,一般将水依次通过阳离子树脂交换柱、阴离子树脂交换柱、阴阳离子树脂混合交换柱。这样得到的水纯度比蒸馏水纯度高,质量可达到二级或一级水指标,但对非电解质及胶体物质无效,同时会有微量的有机物从树脂溶出,因此,根据需要可对去离子水进行重蒸馏,以得到高纯水。

3. 电渗析法

在外加直流电场作用下,利用阴阳离子交换膜分别选择性地允许阴阳离子透过,使一部分离子透过离子交换膜迁移到另一部分水中去,从而使一部分水纯化,另一部分水浓缩。电渗析水的纯度一般低于蒸馏水,能满足一些工业用水的需要。

1.4 玻璃仪器的洗涤与干燥

1.4.1 常用玻璃仪器

分析实验室中常用的玻璃仪器有烧杯、锥形瓶、滴定管、移液管、容量瓶、量筒等。分析实验常用玻璃仪器示意图 1-1。



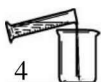
图 1-1 分析实验常用玻璃仪器

1. 烧杯、锥形瓶(三角瓶)

仪器规格:以容积(单位: mL)表示,有 50、100、250、500、1 000 等多种规格。

用途:烧杯多用于配制试剂溶液和加热,锥形瓶用作滴定容器。

注意事项:烧杯和锥形瓶应置于石棉网上加热,使受热均匀,所盛反应液体一般不能超过容积的 2/3。



2. 量筒、量杯

仪器规格: 以容积(单位: mL)表示, 有 10、20、50、100、200 等多种规格。10 mL 规格精密度为 0.1 mL, 100 mL 规格精密度为 1 mL。

用途: 用于量取一定体积的液体。

注意事项: 不能量取热的液体, 不能加热, 不可用作反应容器。

3. 容量瓶

仪器规格: 以容积(单位: mL)表示, 有 50、100、250、1 000 等多种规格。

用途: 用于配制准确浓度的溶液。

注意事项: ①不能加热, 不能量取热的液体; ②瓶和磨口瓶塞应配套使用, 不能互换。

4. 移液管和吸量管

仪器规格: 以容积(单位: mL)表示, 有 1、2、5、10、25、50 等规格。

用途: 用于精确量取一定体积的液体。

注意事项: ①管口无“吹出”字样者, 使用时末端的溶液不允许吹出; ②不能加热。

5. 酸式滴定管、碱式滴定管

仪器规格: 以容积(单位: mL)表示, 常用酸式、碱式滴定管的容积为 50 mL。

用途: 用于滴定分析或量取较准确体积的液体。

注意事项: ①量取溶液时应先排除滴定管尖端部分的气泡; ②不能加热以及量取热的液体; ③酸、碱滴定管不能互换使用。

6. 称量瓶

仪器规格: 以外径(单位: mm) × 高(单位: mm)表示, 有高型、扁型两类。

用途: 用于准确称量试样或基准物。

注意事项: 称量时盖紧盖子, 不能用手直接拿取, 应用洁净的纸带套住称量瓶。

7. 长颈漏斗、漏斗

仪器规格: 以口径(单位: mm)表示。

用途: 用于过滤或倾注液体。

注意事项: 不能用火加热。

8. 抽滤瓶、布氏漏斗、玻璃砂芯漏斗

仪器规格: 抽滤瓶以容积(单位: mL)表示, 布氏漏斗或玻璃砂芯漏斗以容积(单位: mL)或口径(单位: mm)表示。

用途: 用于减压过滤。

注意事项: ①不能加热; ②过滤时, 先倒入少许溶剂或水, 使滤纸在负压作用下与底部贴紧后再倒入待滤物。

9. 干燥器

仪器规格: 以外径(单位: mm)表示。

用途: 用于盛放需干燥的固体或液体。

注意事项: ①不得放入过热物体; ②搬移干燥器时务必用双手拿着干燥器和盖子的沿口, 绝对禁止用单手拿, 以防盖子滑落打碎。

10. 试剂瓶

仪器规格: 以容积表示(单位: mL), 有广口瓶、细口瓶两种, 又分磨口、不磨口, 无色、棕色等多种。

用途: 广口瓶用于盛放固体试剂, 细口瓶用于盛放液体试剂。

注意事项: ①盛碱性物质的试剂瓶要用橡皮塞; ②受光易分解的物质要用棕色瓶盛放; ③取用试剂时瓶塞要倒放在台面上。

1.4.2 玻璃仪器的洗涤

分析化学实验中所使用的器皿应洁净, 用不干净的容器进行实验时, 会由于污物和杂质的存在而得不到准确的结果。清洗玻璃器皿的方法有很多, 一般根据实验的要求、污物的性质和污染的程度来选用清洗方法。黏附在器皿上的污物, 有可溶性物质, 也有不溶性物质和尘土, 还有油污和有机物质等, 针对各种情况, 采用不同的洗涤方法。

1. 玻璃仪器的洗涤方法

1) 能用毛刷刷洗的玻璃器皿的清洗方法

能用毛刷刷洗的玻璃器皿有烧杯、试剂瓶、锥形瓶、量筒等广口玻璃器皿, 根据要洗涤的玻璃器皿的形状选择合适的毛刷, 如烧杯刷、滴定管刷等。其清洗方法如下。

(1) 用水刷洗。用毛刷蘸水刷洗, 可使可溶性物质溶解, 也可使附着在玻璃器皿上的尘土和不溶物脱落下来, 但往往洗不掉油污和有机物质。

(2) 用洗涤剂刷洗。蘸取洗涤剂, 仔细刷洗玻璃器皿的内外壁(特别是内壁)。为了提高洗涤效率, 可将洗涤剂配成 2% ~ 5% 的水溶液, 加温浸泡要洗的玻璃器皿片刻后, 再用毛刷反复刷洗。刷洗后的玻璃器皿或经洗液浸泡后的玻璃器皿要用自来水反复冲洗, 将洗涤剂彻底冲洗干净后, 再用蒸馏水或去离子水清洗 2 ~ 3 次。将清洗后的玻璃器皿置于器具架上自然沥干, 或置于 105 °C 左右的烘箱中烘干。

2) 不能用毛刷刷洗的玻璃器皿的清洗方法

滴定管、移液管、吸量管、容量瓶等具有精确刻度的仪器不能用毛刷刷洗。这类仪器使用完毕后应及时用自来水冲洗干净, 再用蒸馏水或去离子水润洗 3 次。如果未洗干净, 可用合成洗涤剂浸泡后再洗涤。洗净的玻璃器皿应置于量器架上自然干燥, 不能用烘箱烘干。

3) 光度分析用的比色皿的洗涤法

将比色皿浸泡于热的洗涤液中一段时间后冲洗干净即可, 不能用毛刷刷洗。

2. 玻璃仪器常用的洗涤液

玻璃仪器常用的洗涤液有以下几种。

1) 合成洗涤剂

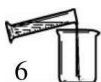
其中有洗衣液、洗洁精等, 适用于去除油污和某些有机物。

2) 盐酸 - 乙醇溶液

化学纯盐酸和乙醇(1:2)的混合溶液, 可用于洗涤被有色物污染的比色皿、容量瓶和移液管等。

3) 有机溶剂洗涤液

其中有丙酮、乙醚或 NaOH 的饱和乙醇溶液, 可用于洗去聚合物、油脂及其他有机物。



3. 特殊污垢的处理方法

有时仪器上会有特殊的污垢,不易清洗,这时就需要视污垢的性质选用合适的试剂,使其经化学作用而除去。几种常见特殊污垢的处理方法见表 1-1。

表 1-1 特殊污垢的处理方法

污 垢	处 理 方 法
沉积的金属,如银、铜	用 HNO_3 处理
沉积的难溶性银盐	用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 洗涤, Ag_2S 用热、浓 HNO_3 处理
黏附的硫磺	用煮沸的石灰水处理
高锰酸钾污垢	用草酸溶液处理(黏附在手上也可用此法)
碘迹	用 KI 溶液浸泡;用温热的 NaOH 或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液处理
瓷研钵内的污迹	用少量食盐在研钵内研磨后倒掉,然后用水洗
一般油污及有机物	用含 KMnO_4 的 NaOH 溶液处理

4. 玻璃仪器清洗干净的标准

玻璃仪器清洗干净的标准是用水冲洗后,仪器内壁能均匀地被水润湿而不黏附水珠。检查容器是否洗净时,将其倒转过来,如已洗净,水即顺着器壁流下,器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜,而不应有水珠。

洗涤容器时应遵循少量(每次用少量洗涤剂)多次的原则。这样既节约,又提高效率。

1.4.3 玻璃仪器的干燥

有时玻璃仪器洗涤干净后即可用来做实验,但有些实验需要在无水条件下进行,仪器常常需要干燥后才能使用。常用的干燥方法如下。

1) 空气晾干

空气晾干又叫风干,是最简单易行的干燥方法,只要将仪器在空气中放置一段时间即可。

2) 烘干

将仪器放入烘箱中,控制温度在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右烘干。待烘干的仪器在放入烘箱前,应尽量将水倒尽,并放在金属托盘上。此法不能用于精密度高的容量仪器。

3) 电风吹干

用吹风机吹干时,一般先用热风吹玻璃仪器的内壁,待干后再吹冷风使其冷却。如果先用易挥发的溶剂(如乙醇、乙醚、丙酮等)淋洗一下仪器,将淋洗液倒尽,然后用吹风机以冷风—热风—冷风的顺序吹,则会干得更快。

1.5 化学试剂

1.5.1 化学试剂的规格

我国的化学试剂按其纯度和杂质含量的高低一般分为四种等级,如表 1-2 所示。

表 1-2 我国常用试剂等级的划分

级别	名称	代号	瓶标颜色	适用范围
一级	优级纯	GR	绿色	痕量分析和科学研究
二级	分析纯	AR	红色	一般的定性、定量分析实验
三级	化学纯	CP	蓝色	一般的化学制备和教学实验
四级	实验试剂	LR	棕色或其他颜色	一般的化学实验辅助试剂

除上述四种级别的试剂外,还有适合某一方面需要的特殊规格试剂,如基准试剂、色谱纯试剂、生化试剂、高纯试剂等,其中高纯试剂又可细分为高纯、超纯、光谱纯试剂等,这类试剂统称为专用试剂。

1.5.2 基准物质和标准溶液

1. 基准物质

用来直接配制标准溶液或标定溶液浓度的物质称为基准物质。基准物质应符合下列要求。

(1) 物质的组成应与化学式完全相符。若含结晶水,其结晶水的含量也应与化学式相符。如草酸 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 硼砂 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 等。

(2) 试剂的纯度要足够高,一般要求其纯度应在 99.9% 以上,而杂质含量应低到不至于影响分析的准确度。

(3) 试剂在一般情况下应该很稳定。例如不易吸收空气中的水分和 CO_2 , 也不易被空气所氧化等。

(4) 试剂最好有比较大的摩尔质量。对相同的物理的量而言,称量时取量较大,能减小称量相对误差。

(5) 试剂参加反应时,应按反应方程式定量进行,而没有副反应。

最常用的基准物质有以下几类。

(1) 用于酸碱反应: 无水碳酸钠 Na_2CO_3 , 硼砂 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, 邻苯二甲酸氢钾 $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$, 苯甲酸 $\text{H}(\text{C}_7\text{H}_5\text{O}_2)$, 草酸 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 等。

(2) 用于配位反应: 硝酸铅 $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, 氧化锌 ZnO , 碳酸钙 CaCO_3 , 硫酸镁 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 及各种纯金属如 Cu 、 Zn 、 Cd 、 Al 、 Co 、 Ni 等。

(3) 用于氧化还原反应: 重铬酸钾 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, 溴酸钾 KBrO_3 , 碘酸钾 KIO_3 , 碘酸氢钾 $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$, 草酸钠 $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, 三氧化二砷 As_2O_3 , 硫酸铜 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 和纯铁等。

(4) 用于沉淀反应: 银 Ag , 硝酸银 AgNO_3 , 氯化钠 NaCl , 氯化钾 KCl , 溴化钾 KBr (由溴酸钾制备) 等。

2. 标准溶液

标准溶液是具有准确浓度的溶液,用于滴定待测试样。其配制方法有直接法和标定法两种。

1) 直接法

准确称取一定量基准物质,溶解后定量转入容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度。根据称取物



的质量和容量瓶的体积,计算出该溶液的准确浓度。

2) 标定法

有些物质不具备作为基准物质的条件,便不能直接用来配制标准溶液,这时可采用标定法。先将该物质配成一种浓度近似于所需浓度的溶液,然后用基准物质(或已知准确浓度的另一份溶液)来标定它的准确浓度。例如 HCl 试剂易挥发,欲配制浓度为 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HCl 标准溶液时,就不能直接配制,而是先将浓 HCl 配制成浓度大约为 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的稀溶液,然后称取一定量的基准物质(如硼砂)对其进行标定,或者用已知准确浓度的 NaOH 标准溶液来进行标定,从而求出 HCl 溶液的准确浓度。

1.5.3 试剂的存放

固体试剂存放在易于取用的广口瓶内,液体试剂则存放在细口的试剂瓶中,一些用量小而使用频繁的液体试剂,如指示剂、定性分析试剂等可盛装在滴瓶中。盛装试剂的试剂瓶都应贴上标签,并写明试剂的名称、纯度、浓度和配制日期,标签外面可涂蜡或用透明胶带等保护。

根据试剂的性质不同,需要采取不同的存放方式。

(1) 在空气中易变质的试剂应隔绝空气密封保存。这类试剂包括:①易被氧化的试剂,如亚铁盐、活泼金属单质、苯酚、硫代硫酸钠等;②易吸收二氧化碳的试剂,如氧化钙、氢氧化钠、氢氧化钙、过氧化钠等;③易吸湿的试剂,如五氧化二磷、无水氯化钙、浓硫酸、无水硫酸铜等;④易风化的试剂,如十水碳酸钠等。

(2) 见光或受热易分解的试剂应用棕色瓶盛放,且置于冷暗处,如硝酸、硝酸银等。过氧化氢虽然也是见光易分解的物质,但不能盛放在棕色的玻璃瓶中,因棕色玻璃中含有重金属氧化物成分,会催化过氧化氢的分解。因此通常将过氧化氢存放于不透明的塑料瓶中,放置于阴凉处。

(3) 易挥发的试剂,如浓氨水、浓盐酸、乙酸乙酯等,要严格盖紧瓶盖,保存在阴凉通风处,取用后要立即盖紧瓶盖。

(4) 易燃、易爆、强氧化性试剂一般需要分类单独存放,要与易燃、可燃物分开隔离存放。

(5) 低沸点的易燃液体要求在阴凉通风的地方存放,并与其他可燃物和易产生火花的器物隔离放置,更要远离明火。

(6) 强碱性试剂(如氢氧化钠、氢氧化钾)及硅酸钠等溶液的瓶塞应换成橡皮塞,以免长期放置互相粘连。

(7) 易腐蚀玻璃的试剂,如氟化物等,应保存在塑料瓶中。

1.5.4 试剂的取用

1. 固体试剂的取用

取用固体试剂一般使用牛角勺、不锈钢匙或塑料匙。药匙使用时必须干净且专匙专用。

称取一定量固体试剂时,可将试剂放到纸上、表面皿等干燥洁净的玻璃容器或者称量瓶内,根据要求在天平上称量。称量具有腐蚀性或易潮解的试剂时,不能放在纸上,应放在表面皿等玻璃容器内。

颗粒较大的固体应在研钵中研碎,研钵中所盛固体量不要超过容积的 $1/3$ 。

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,左手拿住容器(如试管、量筒等),右手握住试剂瓶(试剂瓶的标签应向着手

心),倒出所需量的试剂,如图 1-2(a) 所示。倒完后应将瓶口在容器内壁上靠一下(特别注意处理好“最后一滴试液”),再使瓶子竖直,以避免液滴沿试剂瓶外壁流下。

将液体试剂倒入烧杯时,亦可用右手握试剂瓶,左手拿玻璃棒,使玻璃棒的下端斜靠在烧杯中,将瓶口靠在玻璃棒上,使液体沿着玻璃棒往下流,如图 1-2(b) 所示。

2) 用滴瓶取用少量试剂的方法

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。往试管中滴加试剂时,只能把滴管尖头放在试管口的上方滴加,严禁将滴管伸入试管内,如图 1-2(c) 。滴瓶上的滴管要专瓶专用,以免污染试剂。

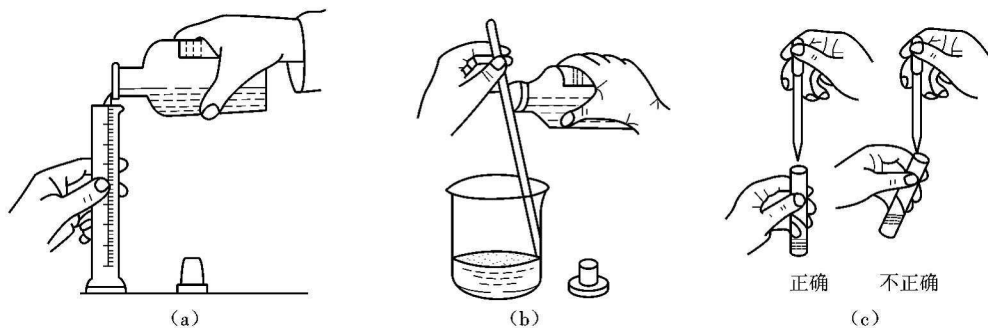


图 1-2 液体试剂的取用方法

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,如浓盐酸、浓氨水等,应在通风橱中操作,防止污染室内空气。取用剧毒及强腐蚀性药品要注意安全,不要接触到手,以免发生伤害事故。

1.5.5 试剂的配制

根据所要配制试剂纯度和浓度的要求,选用不同级别的化学试剂并计算溶质的用量。

配制溶液过程中,加热和搅拌可加速溶解,但搅拌不宜太剧烈,不能使搅拌棒触及烧杯壁。如果配制溶液产生较大的溶解热,一定要在烧杯或敞口容器中进行。

配制饱和溶液时,所用溶质的量应稍大于计算量,加热使之溶解、冷却,待结晶析出后再用。

配制易水解的盐溶液时,必须先把试剂溶解在相应的酸溶液(例如氯化亚锡、硝酸铋等)或碱溶液(例如硫化钠等)中以抑制水解。对于易氧化的低价金属盐类,如硫酸亚铁、氯化亚锡、硝酸亚汞等,不仅需要酸化溶液,而且应在该溶液中加入相应的纯金属,防止低价金属离子的氧化。

1.6 实验数据的记录、处理和分析

在分析化学实验中,为了得到准确的测量结果,不仅应认真规范地进行实验操作,精确地测量各项数据,还应正确记录所测数据和计算、表达分析结果,必要时还应对数据进行统计处理,因为分析结果不仅表示试样中被测组分含量高低或某项物理量的大小,还反映出测量结果

的准确程度。同时,实验结束后,应根据实验记录进行整理,及时认真地写出实验报告,这是培养学生分析、归纳能力以及严谨细致的科学作风的重要途径。

1.6.1 实验数据的记录

1. 基本要求

(1) 实验者应准备专门的实验记录本。不得将文字或数据记录在单页纸或小纸片上,或随意记录在其他任何地方。

(2) 应清楚、如实、准确地记录实验过程中所发生的重要实验现象、所用的仪器及试剂、主要操作步骤、测量数据及结果。记录中切忌掺杂个人主观因素,绝不能拼凑和伪造数据。

(3) 实验记录应用钢笔、圆珠笔、签字笔等书写,不得用铅笔,不得随意涂改实验记录。遇有读错数据、计算错误等需要修正时,应将错误数据用线划去,在旁边重新写上正确数据,并加以说明。

2. 数据记录要求

应严格按照有效数字的保留原则记录测量数据。有效数字是指在分析工作中实际上能测量到的数字。有效数字的保留原则是:在记录测量数据时,只保留一位不确定数字(即末位有 ± 1 的误差),其余均为准确值,即应记录至仪器最小分度值的下一位。有效数字位数不仅表示数值的大小,而且能反映出仪器测量的精确程度。例如,用感量为万分之一克的分析天平称量时,应记录至小数点后第4位。如称量某份试样的质量为0.122 0 g,该数值中“0.122”是准确的,最后一位数字“0”是不确定的,可能有正负一个单位的误差,即该试样的实际质量是(0.122 0 $\pm$ 0.000 1) g范围内的某一数值。若将上述称量结果写成0.122 g,则意味着该份试样的实际质量是(0.122 $\pm$ 0.001) g范围内的某一数值,这样,就将测量的精确程度降低到原来的十分之一。常量滴定管和移液管的读数应记录至小数点后第二位。如某次滴定中所消耗标准溶液的体积为20.50 mL,则实际消耗的滴定剂体积是(20.50 $\pm$ 0.01) mL范围内的某一数值。若写成20.5 mL则意味着实际消耗的滴定剂体积是(20.5 $\pm$ 0.1) mL范围内的某一数值,同样将测量精度降低到原来的十分之一。

总之,有效数字位数反映了测量结果的精确程度,数据记录时绝不能随意增加或减少数值位数。

1.6.2 实验数据的处理和分析

当得到一组平行测量数据 $x_1, x_2, \dots, x_n$ 后,不要急于将其用于分析结果的计算,一般应先进行可疑数据的取舍、精密度考察及系统误差校正后,再将测量数据的平均值用于分析结果计算。

1. 可疑数据的取舍

分析测定中常常有个别数据与其他数据相差较大,称为可疑数据(或称离群值、异常值)。对于由明显原因造成的可疑数据,应予舍去,但是对于找不出充分理由的可疑数据,则应慎重处理,应借助数理统计方法进行数据评价后再进行取舍。

在3~10次的测定数据中,有一个可疑数据时,可采用 Q 检验法决定取舍。若有两个或两个以上可疑数据时,宜采用Grubbs检验法。