



世纪高职高专精品书系

无机及分析 化学实验

WUJI JI FENXI HUAXUE SHIYAN

主 编 程 建 国
副主编 林 鸿

浙江科学技术出版社



世纪高职高专精品书系

浙江省普通高校精品课程

无机及分析化学实验

主 编 程建国

副主编 林 鸿

江苏工业学院图书馆
藏书章

浙江科学技术出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验 / 程建国主编. — 杭州: 浙江科学技术出版社, 2006. 9

(世纪高职高专精品书系)

ISBN 7-5341-2914-1

I. 无... II. 程... III. ①无机化学—化学实验 高等学校: 技术学校—教材 ②分析化学—化学实验 高等学校: 技术学校—教材 IV. ①061-33 ②065-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2006)第 100594 号

世纪高职高专精品书系

无机及分析化学实验

主 编 程建国

副主编 林 鸿

*

浙江科学技术出版社出版发行

杭州大漠照排印刷有限公司制作

千岛湖环球印务有限公司印刷

开本: 787×1092 1/16 印张: 8.25 字数: 173 000

2006 年 9 月 第 1 版

2006 年 9 月 第 1 次印刷

ISBN 7-5341-2914-1

定价: 15.00 元

责任编辑 章建林 詹 喜

封面设计 金 晖

《无机及分析化学实验》 编写人员

主 编 程建国

副主编 林 鸿

编 者 (按姓氏笔画为序)

肖珊美 何海华 周光理 林忠华

洪庆红 施林妹 姚超英 谢咏梅

顾 问 吴爱耐

编者的话

无机及分析化学是高等职业院校化工类专业学生必修的重要基础课程。无机及分析化学实验是本课程的重要组成部分,通过实验教学,使学生正确掌握无机及分析化学的基础理论知识和实验基本操作技能,养成良好的实验室工作习惯,培养学生分析问题、解决实际问题的能力,并为后续课程的学习和从事分析检验工作打下良好的基础。

本实验教材共六章,主要内容包括化学实验基本知识和基本操作,化学分析实验和仪器分析基础实验。根据浙江省工业企业的化学检验工的理论和实际操作技能要求,结合本省主要企业的生产特点,本教材选编了实验 25 个,介绍了实验中涉及仪器的常规操作和使用方法,加强了实验的针对性和应用性,以适应地方经济发展对技能型人才的需求。

本实验教材由杭州职业技术学院、金华职业技术学院和丽水职业技术学院三所院校的教师联合编写,在教材编写过程中,我们得到了评审专家的大力支持和帮助,在此表示感谢!

限于编写水平,教材中难免存在一些缺陷和不足,敬请各位同仁、读者批评指正。

编 者

2006 年 8 月

无机及分析化学实验说明

无机及分析化学实验是化工、材料、生物、制药、环保、纺织、食品、冶金等专业的基础课程之一。它与无机及分析化学理论课程教学紧密结合,但又是一门独立的课程。无机及分析化学实验内容包括:实验室常用仪器的使用、定量化学分析实验和仪器分析实验三大部分。

一、实验教学目标

1. 学习无机及分析化学实验的基本知识,加深对无机及分析化学基础理论知识的理解和运用,培养良好的实验室工作习惯。
2. 正确和熟练地掌握“量”、“误差”和“有效数字”等概念,学会处理实验数据及正确表达分析结果,培养学生严谨的科学态度、实事求是的工作作风。
3. 熟悉实验室常用仪器、化学定量分析和常见仪器分析实验的基本操作,能够正确、合理地选择实验条件和实验仪器,学习并掌握各种典型的分析方法。
4. 通过设计实验、综合实验培养学生分析和解决实际问题的能力,为后续课程的学习和从事分析检验工作打下良好的基础。

二、实验教学要求

为了达到上述教学目标,要求参加实验的学生做到:

1. 课前认真预习,领会实验原理,了解实验内容、步骤和注意事项,在认真阅读实验教材的基础上写出预习报告,内容包括实验题目、日期、原理、仪器和试剂、实验内容及简要步骤等,设计要记录和处理的实验数据表格。
2. 每次实验课应提前进入实验室,检查实验仪器和试剂准备情况。在实验过程中应保持肃静,保持实验室和实验台面整洁,爱护仪器和公用设施,养成良好的工作习惯。
3. 掌握正确的操作方法,能够正确选择和使用仪器。实验时要严格按照规范的操作要求进行,仔细观察实验现象,并及时记录。要善于思考,学会运用所学理论知识解释实验现象,研究实验中的问题。
4. 重视原始数据的记录,实验数据必须记录在专用的、预先编好页码的实验记录本上,不得涂改、编造实验数据。认真书写并按时递交实验报告,经老师许可,方可离开实验室。
5. 值日生做好实验室的清洁卫生工作,最后检查水、电、门、窗是否关好。

目 录

第一章 实验室基础知识	1
1.1 实验室安全守则和意外事故处理	1
1.1.1 实验室安全守则	1
1.1.2 实验室中意外事故的急救处理	1
1.1.3 灭火常识	2
1.1.4 实验室中常见剧毒、强腐蚀性药品知识	3
1.2 实验室用水	3
1.2.1 实验室用水标准及其选用	3
1.2.2 纯水的制备	4
1.2.3 检验方法	4
1.3 化学试剂的规格、保管和使用	4
1.3.1 化学试剂规格	4
1.3.2 选用试剂的基本原则	6
1.3.3 试剂的存放和取用	6
1.4 玻璃器皿的洗涤和洗液的配制	7
1.4.1 玻璃器皿的洗涤	7
1.4.2 洗液的配制和使用	7
1.5 溶液的配制	7
1.5.1 一般溶液的配制	7
1.5.2 标准溶液的配制	8
1.6 实验数据的记录、处理和实验报告	8
1.6.1 实验数据的记录	8
1.6.2 分析数据的处理	8
1.6.3 实验报告	9
第二章 实验基本操作及常用仪器的使用和维护	10
2.1 实验室常用电器的使用和维护	10
2.1.1 电热恒温干燥箱的使用和维护	10
2.1.2 电冰箱的使用和维护	10
2.2 实验室常用玻璃仪器	11
2.2.1 实验中常用玻璃仪器介绍	11

2.2.2	移液管、吸量管和容量瓶的洗涤和使用	13
2.2.3	滴定管的洗涤和使用	15
2.3	重量分析的基本操作	18
2.3.1	沉淀的形成	19
2.3.2	沉淀的洗涤和过滤	19
2.3.3	沉淀的烘干和灼烧	24
2.4	实验室常用衡器的结构与使用	26
2.4.1	台秤的结构和使用	26
2.4.2	分析天平的结构和使用	27
2.4.3	电子天平的工作原理及维护与保养	32
第三章	无机及分析化学实验	34
3.1	基础实验	34
实验一	分析天平称量练习	34
实验二	硫酸铜的提纯	36
实验三	酸碱溶液的配制和比较滴定	37
实验四	容量仪器的校正	39
实验五	溶液 pH 值的测定	42
3.2	酸碱滴定法实验	43
实验六	盐酸标准溶液的配制和标定	43
实验七	混合碱中 NaOH、Na ₂ CO ₃ 含量的测定	45
实验八	氢氧化钠标准溶液的配制和标定	46
实验九	食醋中总酸度的测定	48
3.3	配位滴定法实验	50
实验十	乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准溶液的配制及标定	50
实验十一	硬水总硬度的测定	52
实验十二	石灰石中碳酸钙含量的测定	53
实验十三	结晶氯化铝含量的测定	55
3.4	氧化还原滴定法实验	57
实验十四	高锰酸钾标准溶液的标定	57
实验十五	高锰酸钾法测定钙盐中钙的含量	58
实验十六	重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量	59
实验十七	碘量法测定铜合金中铜含量	60
3.5	沉淀滴定法实验	62
实验十八	氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	62
实验十九	可溶性硫酸盐中硫含量的测定	64

实验二十 氯化钠含量的测定(法扬司法)	65
第四章 仪器分析基础实验	68
4.1 分光光度法实验	68
实验二十一 邻菲罗啉分光光度法测定水中微量铁	68
实验二十二 钼蓝分光光度法测定污水中可溶性磷酸盐	70
实验二十三 尿素中缩二脲含量的测定	71
4.2 气相色谱法实验	72
实验二十四 苯系混合物的气相色谱分析	72
实验二十五 乙醇中少量水分的测定	74
第五章 常见分析仪器的性能及操作要点	76
5.1 分光光度计	76
5.1.1 分光光度计的基本部件及性能	76
5.1.2 几种常用的分光光度计	77
5.2 气相色谱仪	84
5.2.1 气相色谱仪的工作原理	84
5.2.2 几种气相色谱仪	85
5.3 酸度计(pH 计)	100
5.3.1 pH 计的测定原理	100
5.3.2 几种常用酸度计	100
第六章 中级化学检验工实训	105
6.1 实训目的和任务	105
6.2 实训内容	105
实训一 碳酸钙含量的测定	105
实训二 工业循环冷却水 pH 值的测定	107
实训三 结晶氯化铝含量的测定	108
实训四 生活饮用水 pH 值的测定	109
实训五 尿素中缩二脲含量的测定	110
6.3 化学检验工滴定基本操作考核评分表	111
附 录	115
附录一 不同温度下标准滴定溶液的体积补正值	115
附录二 常用酸碱溶液的相对密度和浓度	117
附录三 常用缓冲溶液的配制	118
附录四 国际相对原子质量表(1997)	119
附录五 学生实验实训仪器领用单	120
参考文献	121

第一章 实验室基础知识

1.1 实验室安全守则和意外事故处理

1.1.1 实验室安全守则

为了保证实验人员安全和实验的顺利进行,必须熟悉和注意以下安全措施:

1. 必须熟悉实验室及其周围环境,了解水闸、电闸、煤气闸、灭火器的位置。
2. 使用电器时,要谨防触电,不要用湿的手、物去接触电源。实验完毕后及时拔下插头,切断电源。
3. 一切有毒、有害、有恶臭气体的实验,都应在通风橱内进行。
4. 为了防止药品腐蚀皮肤或进入体内,不能用手直接拿取试剂,要用药勺或指定的容器取用。取用一些强腐蚀性的试剂,如氢氟酸、溴水等,必须戴上橡皮手套。决不允许用舌头尝药品的味道。实验完毕后须将手洗净,严禁在实验室内饮食,严禁将食品及餐具等带入实验室内。
5. 不允许将各种化学药品混合,以免引起意外事故。自选设计的实验务必与教师讨论,征得同意后方可进行。
6. 使用易燃物(如酒精、丙酮、乙醚)、易爆物(如氯酸钾)时,要远离火源,用完后应及时将易燃、易爆物加盖存放阴凉处。
7. 酸、碱是实验室常用试剂,浓酸、碱具有强烈腐蚀性,应小心取用,不要把它洒在衣服或皮肤上。实验用过的废酸应倒入指定的废酸缸中。
8. 实验完毕后,值日生和最后离开实验室的人员应负责检查门、窗、水、煤气是否关好,电闸是否断开。
9. 实验室内所有药品不得携出室外,用剩的有毒药品应还给老师。

1.1.2 实验室中意外事故的急救处理

实验室内应配有药箱,以备发生事故时使用。

1. 割伤(玻璃或铁器刺伤等)。先把碎玻璃从伤口处挑出,涂上红药水,必要时撒些消炎粉,用绷带包扎。伤势较重时,则先用酒精在伤口周围清洗消毒,再用纱布按住伤口压迫止血,并立即送往医务室。
2. 烫伤。应赶快将伤口在自来水龙头下用冷水冲洗,或置入盛冷水的容器中浸泡。若伤势较重,应涂上烫伤药膏,用油纱绷带包扎或送医院治疗。

3. 受强酸腐蚀。先用大量水冲洗,然后涂上碳酸氢钠油膏。如受氢氟酸腐蚀受伤,应迅速用水冲洗,再用稀苏打溶液冲洗,然后浸泡在冰冷的饱和硫酸镁溶液中半小时,最后敷上以硫酸镁(20%)、甘油(18%)、盐酸普鲁卡因(1.2%)和水配成的药膏,伤势严重时,应立即送医院急救。酸液溅入眼睛内,应先用大量水冲洗眼睛,然后用稀的碳酸氢钠溶液冲洗,最后再用清水洗眼。

4. 受强碱腐蚀。立即用大量水冲洗,然后用1%柠檬酸或硼酸溶液冲洗。当碱液溅入眼睛内时,先用水冲洗,再用饱和的硼酸溶液冲洗,最后滴入蓖麻油。

5. 磷烧伤。用1%的硫酸铜,1%的硝酸银或高锰酸钾溶液处理后,送医院治疗。

6. 吸入溴、氯等有毒气体。可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒,同时应到室外呼吸新鲜空气。

7. 触电事故。立即断开电闸,切断电源,尽快地用绝缘物(干燥的木棒、竹竿等)将触电者与电源脱离,必要时进行人工呼吸,并打120求救。

1.1.3 灭火常识

实验室起火主要有以下几种情况:

1. 一般有机物,特别是有机溶剂,大都容易着火,它们的蒸气或其他可燃性气体、固体粉末等(如氢气、一氧化碳、苯、油蒸气、面粉)与空气按一定比例混合后,当有火花时(点火、电火花、撞击火花)就会引起燃烧或猛烈爆炸。

2. 由于某些化学反应放热而引起燃烧(如金属钠、钾等遇水燃烧甚至爆炸)。

3. 有些物品易自燃(如白磷遇空气就自行燃烧),由于保管和使用不当而引起燃烧。

4. 有些化学试剂混在一起,在一定的条件下会引起燃烧和爆炸(如将红磷与氯酸钾混在一起,磷就会燃烧、爆炸)。

万一发生着火,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采取适当的灭火措施。但不可将燃烧物抱着往外跑,因为跑动时空气更流通,火会烧得更猛。常用的灭火措施有以下几种,使用时需根据火灾的轻重、燃烧物的性质、周围环境和现有条件进行选择:

1. 电路或电器着火时,扑救的关键是切断电源,防止事态扩大。

2. 石棉布。石棉布适用于扑救小火。用石棉布盖上以隔绝空气,就能灭火。如果火势很小,用湿抹布或石棉板盖上就行。

3. 干沙土。沙土应该用干的,一般装于沙箱或沙袋内,只要抛洒在着火物体上就可灭火。适用于不能用水扑救的燃烧,但对火势很猛,面积很大的火焰效果欠佳。

4. 水。水是常用的救火物质。它能使燃烧物的温度下降,但一般有机物着火不适用,因溶剂与水不相溶,又比水轻,水浇上去后,溶剂还漂在水面上,扩散开来继续燃烧。但若燃烧物与水互溶,或用水没有其他危险时,方可用水灭火。在溶剂着火时,先用泡沫灭火器把火扑灭,再用水降温是有效的救火方法。

5. 泡沫灭火器。泡沫灭火器是实验室常用的灭火器材。使用时,把灭火器倒过来,往火场喷。由于它生成二氧化碳及泡沫,能使燃烧物与空气隔绝而灭火,效果较好,适用于除用电不当或电路故障起火外的灭火。

6. 1211 灭火器。在该灭火器钢瓶内装有一种药剂二氟一氯 - 溴甲烷, 灭火效率很高。它不损坏仪器, 不留残渣, 对于通电的仪器也可使用, 适用于实验室灭火。

1.1.4 实验室中常见剧毒、强腐蚀性药品知识

1. 氰化物和氢氰酸。氰化钾、氰化钠、丙烯腈等属剧毒性毒品, 进入人体 50 mg 即可致死, 与皮肤接触经伤口进入人体, 即可引起严重中毒。氰化物遇酸产生氢氰酸气体, 易被吸入人体而中毒。在使用氰化物时, 严禁用手接触。大量使用这类药品时, 应戴上口罩和橡皮手套。含有氰化物的废液, 严禁倒入废酸缸, 应先加入硫酸亚铁使之转变为毒性较小的亚铁氰化物, 然后倒入水槽, 再用大量水冲洗贮放器皿和水槽。

2. 汞和汞的化合物。汞的可溶性化合物如氯化汞、硝酸汞都是剧毒物品。实验中应特别注意金属汞(如使用温度计、压力计、汞电极等)的使用。因金属汞易蒸发, 蒸气剧毒, 又无气味, 能在人体内积累, 容易引起慢性中毒, 所以切不可麻痹大意。汞的比重很大(约为水的 13.6 倍), 作压力计时, 应用厚玻璃管, 贮汞容器必须坚固, 并且只存放少量的汞, 而不能盛满, 以免容器破裂或脱底而使汞流失。在装置汞的仪器下面应放一搪瓷盘, 以免不慎将汞洒在地上。为减少室内的汞蒸气, 贮汞容器应紧密封闭, 汞表面加水覆盖, 以防蒸气逸出。

3. 砷的化合物。砷和砷的化合物都有剧毒。常使用的是三氧化二砷(砒霜)和亚砷酸钠。这类物质的中毒一般由口服引起。当用盐酸和粗锌作用制备氢气时, 也会产生一些剧毒的砷化氢气体, 应加以注意。一般将产生的氢气经过高锰酸钾洗涤后再使用。砷的解毒剂是二巯基丙醇, 由肌肉注射即可解毒。

4. 硫化氢。硫化氢是毒性较大的气体, 有臭鸡蛋味, 它能麻痹人的嗅觉, 以致逐渐不闻其臭, 所以特别危险。使用硫化氢或者酸与硫化物反应时, 应在通风橱中进行。

5. 一氧化碳。煤气中含有一氧化碳, 使用煤气时, 一定要提高警惕, 防止中毒。煤气中毒, 轻者头痛、眼花、恶心, 重者昏迷。对中毒的人应立即移出中毒房间, 进行人工呼吸, 及时送医院治疗。

6. 有毒的有机化合物。常用的有机化合物有苯、二硫化碳、硝基苯、苯胺、甲醇等, 人们常用其作溶剂, 容易引起中毒, 特别是慢性中毒, 使用时应特别注意, 并加强防护。

7. 溴。溴为棕色液体, 易蒸发成红色蒸气, 对眼睛有强烈的刺激、催泪作用, 能损伤眼睛、气管和肺。触及皮肤, 轻者剧烈的灼痛, 重者溃烂, 长久不愈。使用溴时, 应戴橡皮手套, 并在通风橱中进行。

8. 氢氟酸。氢氟酸与氟化氢都是剧毒物质, 有强腐蚀性。灼伤肌体, 轻者剧痛难忍, 重者肌肉腐烂, 透入体内, 如不及时抢救, 就会造成死亡。因此在使用氢氟酸时, 应特别注意, 戴上橡皮手套, 操作必须在通风橱中进行。

1.2 实验室用水

1.2.1 实验室用水标准及其选用

实验室的实验用水一般不能直接使用自来水, 必须根据实验对水的要求, 用经过处理的纯

水。根据国家实验室用水标准,水的纯度分为三个等级:一级、二级、三级。纯度越高的纯水制备的代价越大,应根据实验对水的要求合理选用适当的水。在无机和分析化学实验中通常使用三级水;仪器分析实验通常使用二级水;特殊的电化学分析实验需要使用一级水。

国家实验室用水标准见表 1-1。

表 1-1 国家实验室用水标准 GB6682-92

名 称		一级	二级	三级
pH 值范围(25℃)		—	—	5.0~7.5
电导率($\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$, 25℃)	$\leq$	0.1	1	5
比电阻($\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$, 25℃)	$\geq$	10	1	0.2
可氧化物[以(O)计], $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	$<$	—	0.08	0.40
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	$\leq$	0.001	0.01	—
蒸发残渣($105 \pm 2^\circ\text{C}$), $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	$\leq$	—	1.0	2.0
可溶性硅(以 SiO_2 计), $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	$<$	0.01	0.02	—

1.2.2 纯水的制备

1. 三级水。通常使用的纯水,又称“蒸馏水”,过去常用蒸馏方法制备。目前普遍使用离子交换法、电渗析法或反渗透法制备。

2. 二级水。可含有微量无机、有机或胶态杂质。可采用三级水再经蒸馏等方法制备。

3. 一级水。基本上不含有溶解或胶态离子杂质及有机物。可用二级水再经石英蒸馏器进一步蒸馏、通过离子交换混合床或 $0.2 \mu\text{m}$ 的过滤膜等方法制备。

1.2.3 检验方法

纯水质量的指标是电导率(或换算成电阻率)。测定电导率应选用适合测定高纯水的电导仪(最小量程 $0.02 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$)。测定一、二级水时,常进行“在线”测定,电导率常数为 $0.01 \sim 0.1$ 。测定三级水时,常用烧杯取约 300 mL 水样,立即测定,电导池常数为 $0.1 \sim 1$ 。

纯水在贮存过程中很容易溶解空气和容器材料中的成分,使纯水质量发生改变,影响使用。所以,制备出来的纯水要尽快使用,不宜存放。

1.3 化学试剂的规格、保管和使用

1.3.1 化学试剂规格

化学试剂规格通常按其纯净程度来划分。一般分为四个等级,其规格和适用范围见表 1-2。

表 1-2 试剂规格和适用范围

等 级	名 称	符 号	标签标志	适用范围
一级品	优级纯	GR	绿色	纯度很高,适用于精密分析和科研工作
二级品	分析纯	AR	红色	纯度仅次于一级品,适用于分析和科研工作
三级品	化学纯	CP	蓝色	纯度次于二级品,适用于一般分析工作
四级品	实验试剂	LR	棕色(或其他颜色)	纯度较低,宜用作实验辅助试剂
生物化学试剂	生化试剂、生物染色剂	BR	黄色	生物化学及医学化学实验

根据不同需要,还有基准试剂、光谱纯试剂、色谱纯试剂等。

基准试剂的纯度相当于(或高于)一级品。主要在滴定分析中作为基准物,也可直接用于配置标准溶液。

光谱纯试剂用符号 SP 表示,该试剂中杂质含量用光谱法已难以测出或杂质含量低于某一限度。主要作为光谱分析中的标准物质,但不应把该类试剂当作化学分析的基准试剂用。

色谱纯试剂作为色谱测定法的专用试剂,按色谱要求主要用于色谱分析。

在表 1-3 中以氯化钠为例说明各级试剂的纯度要求。

表 1-3 氯化钠试剂的规格

含量不少于 杂质含量(%)	基准试剂	优级纯	分析纯	化学纯
	99.95%~100.05%	99.8%	99.8%	99.8%
水不溶物	0.003	0.003	0.005	0.02
溴化物(Br)	0.02	0.02	0.02	0.1
碘化物(I)	0.002	0.002	0.002	0.012
硝酸盐(NO ₃)	0.002	0.002	0.002	0.005
硫酸盐(SO ₄)	0.001	0.001	0.002	0.005
氮化物(N)	0.0005	0.0005	0.001	0.001
钾(K)	0.01	0.01	0.02	0.04
钙(Ca)	0.005	0.005	0.007	0.01
镁(Mg)	0.001	0.001	0.002	0.005
钡(Ba)	合格			
铁(Fe)	0.0001	0.0001	0.0003	0.0005
重金属(以 Pb 计)	0.0005			
砷(As)	0.00002			

在分析工作中,选择试剂的纯度除了要和所用的方法相当外,也要和其他如实验用水、使用器皿等相适应。高纯度试剂和基准试剂的价格比一般的试剂高数倍或数十倍,在实际的分析工作中应根据具体情况进行选择,不要盲目追求高纯度,造成浪费,当然也不能随意降低规

格,影响分析结果的准确度。

1.3.2 选用试剂的基本原则

- (1) 普通化学实验中的一般验证性实验使用的溶液,通常选用化学纯试剂配制。
- (2) 滴定分析实验中常用的标准溶液,一般应选用分析纯试剂配制,再用基准试剂进行标定;也可用基准试剂直接配制成标准溶液使用。
- (3) 仪器分析实验一般用优级纯或专用试剂,测定微量或超微量成分时应选用高纯试剂。
- (4) 优级纯和分析纯试剂的主体含量基本相近,只是杂质含量不同。在实验对杂质含量要求不高时,可使用分析纯试剂以降低成本。
- (5) 指示剂的纯度表示往往不够明确,经常只写“化学试剂”、“企业标准”或“部颁暂行标准”等,这类试剂一般作为化学纯试剂,必要时需进行提纯后才能使用。

1.3.3 试剂的存放和取用

试剂的存放或取用不当是造成分析化学实验失败的主要原因之一,必须按照规定要求存放和取用试剂。

1. 试剂的存放。

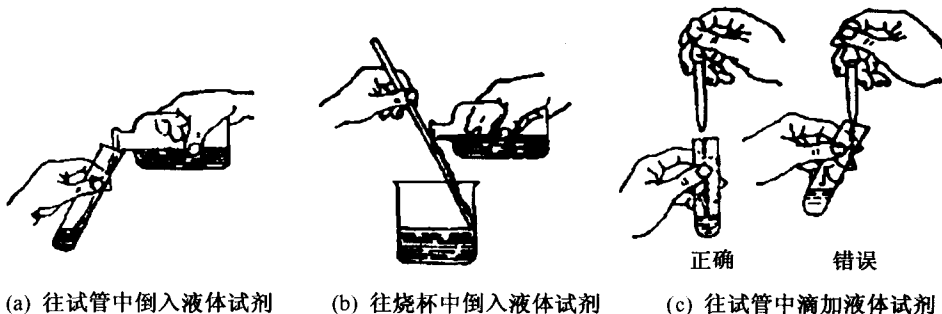
(1) 固体试剂为便于取用一般存放在广口瓶中,液体试剂则存放在细口瓶中。见光易分解的试剂(如硝酸银、碘化钾等)应装在棕色瓶中,外面用黑纸包裹,保存在暗处;盛强碱性试剂(如氢氧化钠、氢氧化钾等)的试剂瓶,不能用磨口塞,要用橡皮塞;氢氟酸要用塑料或铅制容器保存;易氧化的物质如金属钠、钾等,应放置在煤油中保存。

(2) 每个试剂瓶上必须贴上标签,位置在瓶的 2/3 处。标签上写明试剂的名称、纯度、浓度和配制日期,标签外要涂蜡或贴透明胶带以保护标签。

2. 试剂的取用。

(1) 固体试剂的取用。取用固体试剂一般用(牛角制)角匙。先把瓶盖取下,仰放在干净的台面上,试剂取用后,立即盖上瓶盖,把角匙洗干净备用;称取一定量固体试剂时,可取出固体试剂放在称量纸或表面皿上,根据要求在台秤或天平上称量。称量后多余试剂不能倒回原瓶。

(2) 液体试剂的取用。从细口瓶取用液体试剂时,先把瓶盖取下,仰放在干净的台面上,一手拿承接容器(一般用量筒),另一手拿试剂瓶(标签朝上)倒出所需量的试剂,倒完后把瓶口在容器上靠一下再把瓶子竖直,盖上瓶盖。不同容器液体取用方法见下图。



(a) 往试管中倒入液体试剂

(b) 往烧杯中倒入液体试剂

(c) 往试管中滴加液体试剂

图 液体试剂的取用

1.4 玻璃器皿的洗涤和洗液的配制

1.4.1 玻璃器皿的洗涤

一般来说,玻璃器皿洗净与否的标志是:将水倒出后,器皿内壁被水均匀地润湿,不挂水珠,晾干后不留水痕,则为合格。

实验中常用的烧杯、锥形瓶、试管、表面皿、试剂瓶等玻璃仪器的洗涤程序:自来水→去污粉或合成洗涤剂→自来水→蒸馏水润洗 2~3 次。若未洗净,可根据污垢的性质选用适当的洗液洗涤,再用自来水冲洗干净,最后用蒸馏水润洗 2~3 次。

1.4.2 洗液的配制和使用

1. 铬酸洗液。铬酸洗液常用来洗涤不宜用毛刷刷洗的器皿,可洗油脂及还原性污垢。配制方法是称取 10 g 工业用重铬酸钾固体于烧杯中,加入 20 mL 水,加热溶解后,冷却,在搅拌下缓慢加入 200 mL 工业纯浓硫酸,溶液呈暗红色,贮存于玻璃瓶中备用。因浓硫酸易吸水,应用磨口玻璃塞塞好。由于铬酸洗液是一种酸性很强的氧化剂,腐蚀性很强,易烫伤皮肤,烧伤衣物,且铬有毒,所以使用时要注意安全,注意事项如下:

(1) 使用洗液前必须先将仪器用自来水和毛刷刷洗,倾尽水,以免洗液稀释后降低洗液的效果。

(2) 用过的洗液应倒回原瓶,以备下次再用。当洗液变为绿色表示洗液失效。而失效的洗液绝不能倒入下水道,应倒入废液缸内,另行处理,以免污染环境。

2. 合成洗涤剂。可用洗衣粉或洗洁精配成 0.1% 或 0.5% 的水溶液,适合于洗涤被油脂或某些有机物沾污的容器。此洗液也可反复使用多次。

3. 还原性洗涤液。用以洗涤氧化性物质,如二氧化锰可用草酸的酸性溶液洗涤。

4. 硝酸洗涤液。比色皿有污垢可用硝酸泡洗。

1.5 溶液的配制

1.5.1 一般溶液的配制

一般溶液的浓度不需要十分精确,配制时固体试剂可用托盘天平称量,称量的器皿通常用表面皿或烧杯,液体试剂及溶剂用量筒量取。有时,溶液的体积还可根据所用的烧杯、试剂瓶的容积来估计。

称出的固体试剂,于烧杯中先用适量水溶解,再稀释至所需的体积。试剂溶解时,若有放热现象或需加热溶解,应待冷却后,再转入试剂瓶中。配好的溶液,应马上贴好标签,注明溶液的名称、浓度和配制日期。

对于易水解的盐,配制溶液时,需加入适量的酸,再用水或稀酸稀释。有些易被氧化或还

原的试剂,常在使用前临时配制或采取措施,防止氧化或还原。

配制指示剂溶液时,需称取的指示剂量往往很少,这时可用分析天平称量,但只要读取两位有效数字即可。要根据指示剂的性质,采用合适的溶剂,必要时还要加入适当的稳定剂,并注意其保存期。配好的指示剂一般贮存于棕色瓶中。

经常并大量使用的溶液,可先配制成使用浓度 10 倍的储备液,需要时取储备液稀释 10 倍即可。

1.5.2 标准溶液的配制

标准溶液通常有两种配制方法。

1. 直接法。用分析天平准确称取一定量的基准试剂,溶于适量的水中,再完全转移到容量瓶中,用水稀释至刻度。根据称取试剂的质量和容量瓶的体积,计算它的准确浓度。

2. 标定法。先配制成近似所需浓度的溶液,然后用基准试剂或者另一种已知准确浓度的标准溶液来标定它的准确浓度。

储制备用的标准溶液,由于水分蒸发,水珠凝于瓶壁,使用前应将溶液摇匀。如果溶液浓度有了改变,使用前必须重新标定。对于不稳定的溶液应定期进行标定。

1.6 实验数据的记录、处理和实验报告

在实验中,为了得到准确的测量结果,不仅要准确地测量各种数据,而且还要正确地记录和计算实验结果。实验结果不仅表示试样中待测组分的含量多少,而且还反映测定结果的准确程度。因此,及时地记录实验数据和实验现象,正确认真地写出实验报告,是实验中很重要的一项任务,也是分析工作者应具备的基本能力。

1.6.1 实验数据的记录

1. 使用专门的实验记录本,其篇页都应编号,不得撕去任何一页。严禁将数据记录在小纸片上或随意记录在其他地方。

2. 实验数据的记录必须做到及时、准确、清楚。坚持实事求是的科学态度,严禁随意拼凑和伪造数据。

3. 实验记录上的每一个数据都是测量的结果,应检查记录的数据与测定结果是否完全相同。

4. 记录数据时,一切数据的准确度都应做到与分析的准确度相适应(即注意有效数字的位数)。

5. 记录内容力求简明,如能用列表法记录的则尽可能采用列表法记录。

6. 当数据记录有误时,应将数据用横线划去,并在其上方写上正确的数字。

1.6.2 分析数据的处理

为了衡量分析结果的精密度,一般对单次测定的一组结果 $X_1, X_2, \dots, X_n$, 计算出算术平均