



高等职业教育
化工类课程规划教材

分析化学

(实训篇)

GAODENG ZHIYE JIAOYU
HUAGONGLEI KECHENG GUIHUA JIAOCAI

新世纪高等职业教育教材编审委员会组编

主编 钟彤

大连理工大学出版社



高等职业教育化工类课程规划教材

分析化学

(实训篇)

新世纪高等职业教育教材编审委员会组编

主 编 钟 彤 副主编 韩忠霄 刘丹赤 孙向东 张 丹



FENXI HUAXUE

大连理工大学出版社
DALIAN UNIVERSITY OF TECHNOLOGY PRESS

新世纪高等职业教育教材编委会教材建设 指导委员会

主任委员:

曹勇安 黑龙江东亚学团董事长 齐齐哈尔职业学院院长 教授

副主任委员(以姓氏笔画为序):

马必学	武汉职业技术学院院长	教授
王大任	辽阳职业技术学院院长	教授
冯伟国	上海商业职业技术学院副院长	教授 博士
刘兰明	邯郸职业技术学院副院长	教授 博士
刘长声	天津对外经济贸易职业学院副院长	副教授
李竹林	河北建材职业技术学院院长	教授
李长禄	黑龙江工商职业技术学院副院长	副研究员
陈礼	广东顺德职业技术学院副院长	教授
金长义	广西工业职业技术学院院长	副教授
赵居礼	陕西工业职业技术学院副院长	副教授
徐晓平	盘锦职业技术学院院长	教授
高树德	吉林交通职业技术学院副院长	教授
戴裕崴	天津轻工业职业技术学院副院长	副研究员 博士

秘书长:

杨建才 沈阳师范大学职业技术学院院长

副秘书长(以姓氏笔画为序):

张和平 江汉大学高等职业技术学院院长
张化疆 黑龙江生态工程职业学院副院长
周强 齐齐哈尔大学应用技术学院院长

秘书组成员(以姓氏笔画为序):

卜军 上海商业职业技术学院
王澄宇 大庆职业学院
粟景妆 广西国际商务职业技术学院
鲁捷 沈阳师范大学职业技术学院
谢振江 黑龙江省司法警官职业学院

会员单位:(略)

总 序

我们已经进入了一个新的充满机遇与挑战的时代,我们已经跨入了 21 世纪的门槛。

20 世纪与 21 世纪之交的中国,高等教育体制正经历着一场缓慢而深刻的革命,我们正在对传统的普通高等教育的培养目标与社会发展的现实需要不相适应的现状作历史性的反思与变革的尝试。

20 世纪最后的几年里,高等职业教育的迅速崛起,是影响高等教育体制变革的一件大事。在短短的几年时间里,普通中专教育、普通高专教育全面转轨,以高等职业教育为主导的各种形式的培养应用型人才的教育发展到与普通高等教育等量齐观的地步,其来势之迅猛,迫人深思。

无论是正在缓慢变革着的普通高等教育,还是迅速推进着的培养应用型人才的高等职业教育,都向我们提出了一个同样的严肃问题:中国的高等教育为谁服务,是为教育发展自身,还是为包括教育在内的大千社会?答案肯定而且惟一,那就是教育也置身其中的现实社会。

由此又引发出高等教育的目的问题。既然教育必须服务于社会,它就必须按照不同领域的社会需要来完成自己的教育过程。换言之,教育资源必须按照社会划分的各个专业(行业)领域(岗位群)的需要实施配制,这就是我们长期以来明乎其理而疏于力行的学以致用问题,这就是我们长期以来未能给予足够关注的教育目的问题。

如所周知,整个社会由其发展所需要的不同部门构成,包括公共管理部门如国家机构、基础建设部门如教育研究机构和各种实业部门如工业部门、商业部门,等等。每一个部门又可作更为具体的划分,直至同它所需要的各种专门人才相对应。教育如果不能按照实际需要完成各种专门人才培养的目标,就不能很好地完成社会分工所赋予它的使命,而教育作为社会分工的一种独立存在就应受到质疑(在市场经济条件下尤其如此)。可以断言,按照社会的各种不同需要培养各种直接有用人才,是教育体制变革的终极目的。

随着教育体制变革的进一步深入,高等院校的设置是否会同社会对人才类型的不同需要一一对应,我们姑且不论。但高等教育走应用型人才培养的道路和走理论型(也是一种特殊应用)人才培养的道路,学生们根据自己的偏好各取所需,始终是一个理性运行的社会状态下高等教育正常发展的途径。

高等职业教育的崛起,既是高等教育体制变革的结果,也是高等教育体制变革的一个阶段性表征。它的进一步发展,必将极大地推进中国教育体制变革的进程。作为一种应用型人才培养的教育,高等职业教育从专科层次起步,进而高职本科教育、高职硕士教育、高职博士教育……当应用型人才培养的渠道贯通之时,也许就是我们迎接中国教育体制变革的成功之日。从这一意义上说,高等职业教育的崛起,正是在为必然会取得最后成功的教育体制变革奠基。

高职教育还刚刚开始自己发展道路的探索过程,它要全面达到应用型人才培养的正常理性发展状态,直至可以和现存的(同时也正处在变革分化过程中的)理论型人才培养的教育并驾齐驱,还需假以时日;还需要政府教育主管部门的大力推进,需要人才需求市场的进一步完善发育,尤其需要高职教学单位及其直接相关部门肯于做长期的坚忍不拔的努力。新世纪高等职业教育教材编审委员会就是全国100余所高职院校和出版单位组成的旨在以推动高职教材建设来推进高等职业教育这一变革过程的联盟共同体。

在宏观层面上,这个联盟始终会以推动高职教材的特色建设为己任,始终会从高职教学单位实际教学需要出发,以其对高职教育发展的前瞻性的总体把握,以其纵览全国高职教材市场需求的广阔视野,以其创新的理念与创新的组织形式,通过不断深化的教材建设过程,总结高职教学成果,探索高职教材建设规律。

在微观层面上,我们将充分依托众多高职院校联盟的互补优势和丰裕的人才资源优势,从每一个专业领域、每一种教材入手,突破传统的片面追求理论体系严整性的意识限制,努力凸现高职教育职业能力培养的本质特征,在不断构建特色教材建设体系的过程中,逐步形成自己的品牌优势。

新世纪高等职业教育教材编审委员会在推进高职教材建设事业的过程中,始终得到了各级教育主管部门以及各相关院校相关部门的热忱支持和积极参与,对此我们谨致深深谢意;也希望一切关注、参与高职教育发展的同道朋友,在共同推动高职教育发展、进而推动高等教育体制变革的进程中,和我们携手并肩,共同担负起这一具有开拓性挑战意义的历史重任。

新世纪高等职业教育教材编审委员会

2001年8月18日

前 言

《分析化学(实训篇)》是新世纪高等职业教育教材编审委员会组编的化工类课程规划教材之一,它与《分析化学(理论篇)》是配套教材。

分析化学是化学、化工、材料、生物等专业的一门重要基础课。分析化学作为化学的一个分支学科,对化学其他各学科的发展起着重要的推动作用。同时随着生产的发展和科技的进步,分析化学对于材料科学、生命科学、环境科学等边缘学科的促进作用也日益突显。

该课程实践性比较强,实验环节教学是学生巩固理论知识,提高动手能力的重要途径和手段。为了满足实际教学的需要,我们组织了一批具有多年实验教学经验的教师,以最新的国家标准为基础,共同编写了这本《分析化学(实训篇)》。

本教材密切配合分析化学课程教学,全书共5章。第1章分析化学实验课的任务及要求,明确了实验环节的教学内容和学生应该掌握的技能;第2章分析化学实验的基本知识,重点介绍了实验室的安全知识、常用分析化学仪器的洗涤以及实验用纯水和化学试剂的配制;第3章分析天平,介绍了常用分析天平的构造和使用方法;第4章滴定分析常用玻璃仪器,主要讲解几种常用仪器的使用和维护;第5章分析化学实验,共包括23个实验,从不同方面锻炼学生的实践能力。本教材具有以下的特点:

1. 明确了实验教学环节应掌握的基本内容及技能,有的放矢,针对性强。

2. 精选与分析化学理论教学有关的实验,加深学生对分析化学基本理论的理解,使学生熟练地掌握分析化学实验的基本技能,提高实践动手能力。

3. 介绍了分析化学实验的注意事项和常见仪器的操作使用方法,便于学生查阅学习。

4. 注重知识之间的相互联系和前后衔接,内容循序渐进,由浅入深,结构合理,难易适中。



6 / 分析化学(实训篇) □

5. 全面贯彻国家法定计量单位及国家标准,科学性强,使学生在实验操作和表述形式上能得到规范的训练。

6. 每个实验前有实验目的和实验原理,使学生能够有针对性地进行实验;后有实验数据及结果、思考题,能培养学生良好的数据记录和处理习惯及严谨的实事求是的科学作风。

本教材由广西工业职业技术学院钟彤任主编,河北工业职业技术学院韩忠霄、山东日照职业技术学院刘丹赤、宁波职业技术学院孙向东、辽宁石油化工大学职业技术学院张丹任副主编,宁波职业技术学院张慧波、山东日照职业技术学院王锋参与了本教材的编写。具体分工如下:钟彤(分析化学实验的任务及要求,分析天平,实验十、十七、十八、十九、二十、二十一、二十二、二十三)、韩忠霄(分析化学实验的基本知识,实验一、二、三)、孙向东(实验四、五、六)、刘丹赤(滴定分析常用玻璃仪器)、张慧波(实验七、八、九)、张丹(实验十一、十二、十三、十四、十五、十六)。另外,河北工业职业技术学院李红英老师参与了部分章节的编写,齐齐哈尔大学应用技术学院王恺老师审阅了全书,并提出了宝贵建议,在此表示感谢。

本教材在编写过程中参阅了大量书籍和文献,在此向相关作者一并表示感谢!

尽管我们在教材的特色建设方面做出了许多努力,但由于编写时间仓促及编者水平有限,难免存在错误和不当之处,恳请各相关高职院校在使用本教材的过程中给予关注,并将改进意见及时反馈给我们,以便在下次修订时完善。

所有意见和建议请发往:gzjckfb@163.com

联系电话:0411-84707492 0411-84706104

编者

2006年1月



第 1 章 分析化学实验课的任务及要求	1
1.1 分析化学实验课的任务	1
1.2 分析化学实验课的要求	1
第 2 章 分析化学实验的基本知识	4
2.1 注意事项	4
2.2 实验用纯水	6
2.3 化学试剂	8
2.4 玻璃器皿的洗涤	10
2.5 实验室规则	12
第 3 章 分析天平	14
3.1 分析天平	14
3.2 分析天平的使用	18
3.3 电子天平简介	21
第 4 章 滴定分析常用玻璃仪器	24
4.1 移液管	24
4.2 滴定管	24
4.3 容量瓶	24
4.4 玻璃仪器的校准	25
第 5 章 分析化学实验	27
实验一 天平称量练习	27
实验二 滴定分析中常用仪器的使用及校准	29
实验三 酸碱滴定终点判断和浓度比较	34
实验四 盐酸标准滴定溶液的配制和标定	36
实验五 混合碱液的测定(双指示剂法)	38
实验六 氢氧化钠标准滴定溶液的配制和标定	41
实验七 食醋中总酸量的测定	43
实验八 EDTA 标准滴定溶液的配制和标定	45
实验九 水中钙镁离子总量的测定	49
实验十 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 混合液的连续测定	53

实验十一	KMnO ₄ 标准滴定溶液的配制和标定	55
实验十二	双氧水中过氧化氢含量的测定	57
实验十三	重铬酸钾标准滴定溶液的配制	58
实验十四	绿矾中 Fe ²⁺ 含量的测定	59
实验十五	硫代硫酸钠标准滴定溶液的配制和标定	61
实验十六	铜盐中铜含量的测定	62
实验十七	碘标准滴定溶液的配制及标定	64
实验十八	维生素 C 含量的测定	67
实验十九	硝酸银标准滴定溶液的配制及标定	68
实验二十	水中氯含量的测定	70
实验二十一	邻二氮菲分光光度法测水中微量铁	72
实验二十二	邻二氮菲分光光度法测定铁的条件实验	74
实验二十三	水样中 pH 测定	76
附录一		79
附录二		80
附录三		81

第1章

分析化学实验课的任务及要求

1.1 分析化学实验课的任务

分析化学是化学的重要分支学科之一。分析化学理论课和分析化学实验课是大学化学专业及相关专业的重要基础课,两者应单独设课;对于对实验操作能力有更高要求的职业技术学院的相关专业而言,后者应占更多的学时。

学生通过本课程的学习,可以加深对分析化学基础理论的理解,正确和较熟练地掌握分析化学的实验技能和基本操作,提高观察、分析和解决问题的能力,掌握中高级分析与检验专业人才所必须具备的规范、熟练的基本操作技能,养成严谨的工作作风和实事求是的科学态度,树立严格的“量”的概念,为未来的实际工作及科学研究打下良好的基础。

1.2 分析化学实验课的要求

为了达到上述目的,要求学生做到:

1. 实验前认真预习,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的部分内容,列好表格、查好有关数据,以便实验时及时准确地记录和處理数据。

2. 实验时要严格按照规范操作,仔细观察实验现象并及时记录。要善于思考,学会运用所学的理论知识解释实验现象,分析实验中的问题。要保持实验台和整个实验室的整洁。

3. 要认真写好实验报告。实验报告一般包括题目、日期、实验目的、实验原理、原始记录、结果(附计算公式)和讨论。上述各项内容的繁简取舍,应根据各个实验的具体情况而定,以清楚、简练、整齐为原则。实验报告中的有些内容如原理、表格、计算公式等,要求在实验预习时准备好,其他内容则可在实验过程中以及实验完成后记录、计算和撰写。

学生实验成绩的评定包括以下几项内容:

1. 预习与否及实验态度;

2. 实验操作技能;

3. 实验报告的撰写是否认真和符合要求,实验结果的精密度、准确度和有效数字的表达是否合理等。

一、实验预习

对实验进行充分的预习是实验有成效的保证。实验前必须进行预习,预习内容包括实验目的、实验原理、实验条件、操作注意事项及计算结果等。预习时应注意以下内容:

1. 阅读实验教材,复习与实验有关的理论;
2. 明确实验目的和要求;
3. 了解实验内容、实验步骤、仪器的使用方法及实验过程中的注意事项;

4. 写出预习报告。在实验预习及记录本上,根据实验指导书的操作规程简单扼要地拟定出实验操作步骤(不是照抄)。步骤中的文字可用符号代替,并可用箭头或表格等形式表示,还要列出试剂加入顺序或取样量等,形成自己的实验操作提纲。要特别注明实验的关键和安全注意问题。设计好记录数据的表格。

二、实验操作

1. 认真细致地做实验,掌握正确规范的操作方法;
2. 实验过程中仔细观察,积极思考,以实事求是的科学态度对待实验结果,如果实验结果达不到要求,应认真检查原因,必要时应该重做;
3. 严格遵守实验室的安全规则;
4. 始终注意保持实验场所的清洁、整齐和安静,节约使用试剂、水和电等;
5. 实验时,实验台面上的仪器摆放要整齐合理;实验完成后,应将仪器洗净并整齐地摆放回原处。

三、实验记录

对测量值进行读数和记录时,应注意以下几个问题:

1. 记录不能用单页纸或活页本,记录本的篇页应编号,不能随意撕去。实验过程中的各种测量数据要及时、真实、准确而清楚地记录下来,并运用一定的表格形式(可参考本书中的某些记录格式),使数据记录有条理、不遗漏。

2. 记录测量数据时,应注意其有效数字的位数。例如,用滴定管测量溶液的体积时,应记录至 0.01 mL;用万分之一分析天平称样时,则要求记录至 0.0001 g。使用其他等分刻度的量器,应记录所示的全部有效数字,即要求记录至最小分度值后一位(末一位是最小分度值内的估计值)。

3. 记录的原始数据原则上不许涂改,如需废弃某些记录的数据必须先征得指导老师的同意。涂改时,应在需涂改的数字上划“—”并在该数字后面写上正确的数字。不得将原来的数字全部涂掉。

四、实验报告

实验完成后,应及时写出实验报告。分析化学实验的实验报告,宜采用规定表格式的

报告。一般说来实验报告应包含以下内容：

1. 实验名称、完成日期、实验者姓名。
2. 实验目的。
3. 实验原理或综述性的概要。这部分内容是本实验中的基础理论的要点。例如，化学反应方程式及反应条件等。
4. 实验步骤。记录实际操作的基本程序或主要操作步骤。
5. 实验数据的处理。包括对原始实验数据的进一步分析计算、数理统计、计算分析结果等。在数据处理中，计算数据与实验测量数据必须一致。
6. 实验中的问题讨论。包括实验结果的误差分析与评价，实验中发现的现象及存在问题的分析讨论，实验中的收获或教训，教材上的某些思考题的回答或学生对教师的建议等。

以上 2、3、4 项要求学生在预习报告中完成，此时实验报告可只包含 1、5、6 项。如标准滴定溶液浓度的标定实验报告的格式如下：

实验名称：

班级：

姓名：

学号：

标准滴定溶液名称：

配制数量：

配制日期：

标定日期：

室内温度：

基准物质名称：

项 目 \ 测量次数	1	2
基准物质质量 (g)	(1) (2)	(1) (2)
标准滴定溶液消耗量 (mL)		
滴定管和溶液校准 (mL)	(mL) + (mL) + (mL) × ()/1000 = (mL)	(mL) + (mL) + (mL) × ()/1000 = (mL)
空白 (mL)		
标准滴定溶液在 20 °C 时的浓度 (mol·L ⁻¹)		
标准滴定溶液在 20 °C 时的平均浓度 (mol·L ⁻¹)		
极差/平均值 (%)		

注：溶液校准是指把在实验温度下的浓度或含量校准为 20 °C 时的浓度或含量，非分析专业的学生可不作要求。

实验报告原则上要求当堂完成并交给指导老师，特殊情况除外。

第 2 章

分析化学实验的基本知识

在分析化学实验中,经常使用有腐蚀性、易燃、易爆或有毒的化学试剂,大量使用易损的玻璃仪器和某些精密分析仪器,还需使用煤气、水、电等。为确保实验工作的正常进行和人身安全,所有进入实验室的操作人员应对一般安全知识有所了解,并严格遵守实验室安全规则。

2.1 注意事项

一、实验室安全规则

1. 进入实验室时,首先要熟悉实验室及其周围环境,记住电闸、水闸、灭火器的位置。
2. 严禁在实验室内饮食、吸烟或把食具带进实验室,一切化学药品禁止入口,实验器皿切勿用作食具,离开实验室时要仔细洗手,如曾使用过有毒物质,还应漱口。
3. 使用煤气灯时,应先将空气孔调小,再点燃火柴,然后一边打开煤气开关,一边点火,不允许先开煤气灯,再点燃火柴。点燃的火柴用后应立即熄灭,不得乱扔。点燃煤气灯后,调节好灯焰,用后立即关闭。
4. 使用电器设备时,应特别细心,切不可用湿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。
5. 水、电、煤气灯使用完毕后,应立即关闭。离开实验室时,应仔细检查水、电、煤气、门、窗是否均已关好。
6. 分析天平、各规格型号的分光光度计、酸度计等均为分析化学实验中使用的精密仪器,使用时应严格遵守其操作规程。仪器使用完毕后,应拔去插头,将仪器各部分旋钮恢复到原来的位置。
7. 许多氧化剂、还原剂,如氯酸钾与硫磺,不可在一起研磨,绝对不允许随意混合各种化学药品,以免发生意外事故。
8. 不要俯向容器去嗅逸出气体的气味,嗅气味时,面部应离开容器一段距离,用手把从容器口逸出的气体慢慢扇向鼻孔。凡涉及能产生有刺激性或有毒气体(如 H_2S 、 HF 、 Cl_2 、 CO 、 NO_2 、 SO_2 等)的实验必须在通风橱内进行。
9. 浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性,使用时应小心,以免溅在皮肤、衣服或鞋袜上,更应注意保护眼睛。使用浓 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、 HClO_4 、 NH_3 水时,均应在通风橱中操作,绝不允许在实验室加热。夏天,打开浓 NH_3 水瓶盖之前,应先将 NH_3 水瓶放在自来水流水下冷却后,再行开启。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢地加入水中,并不断搅拌,切不可把水加

入浓硫酸中,以免酸液溅出,造成灼伤。

10. 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时,一定要远离火源和热源(煤气灯或电炉)。使用完毕后将试剂瓶塞严,放在阴凉处保存。用过的试剂应倒入回收瓶中,不要倒入水槽中。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰上或热源上加热,而应采用水浴加热。

11. 热、浓的 HClO_4 遇有机物常易发生爆炸。如果试样为有机物,应先用浓 HNO_3 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。

12. 汞盐、钡盐、重铬酸盐等试剂为有毒药品,砷化物、氰化物则为剧毒药品,使用时应特别小心。特别是氰化物,不能在酸性介质中使用,因为它与酸作用时会产生有剧毒的 HCN 。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。

二、意外事故的处理

1. 烫伤。可用 1% 高锰酸钾溶液擦洗烫伤处,然后在烫伤处抹上黄色的苦味酸膏(或溶液)或烫伤软膏,不要把烫出的水泡挑破。

2. 割伤。伤处不能用水洗,应立即用消毒棉棒擦净伤口。若伤口内有玻璃碎片等异物,应小心挑出。并用 75% 酒精擦洗伤口,撒上止血粉及消炎粉,或在伤口上涂抹红药水(注意:在涂过红药水的伤口上绝对不能涂碘酒;同理,在涂过碘酒的伤口上也绝对不能涂红药水,否则会生成毒性较强的碘化汞,溶于血液后会引起中毒),然后用消毒纱布包扎。

3. 化学灼伤。如不小心把药品溅到皮肤或眼内,应立即用大量清水冲洗,然后分情况处理:若为碱类灼伤,可用 5% 硼酸溶液或 2% 醋酸溶液冲洗;若为酸类灼伤,可用 5% 碳酸氢钠溶液冲洗,最后再用清水冲洗;若为磷灼伤,可用 1% 硫酸铜、1% 硝酸银或浓高锰酸钾溶液处理伤口后,送医院治疗;若为溴灼伤,可用乙醇或 10% 硫代硫酸钠溶液洗涤伤口,再用清水冲洗干净,并涂敷甘油。

4. 火灾。实验室如发生火灾,不要惊慌,应根据起火的原因进行针对性灭火:酒精、丙酮、松节油等有机物及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火;金属钠、汽油、乙醚等有机溶剂着火时,用沙土扑灭,此时绝对不能用水,否则会扩大燃烧面;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,然后用 CCl_4 灭火器灭火;衣服着火时,切忌奔跑,而应就地躺下滚动,或用湿衣服在身上抽打灭火。

5. 触电。应立即拉开电闸切断电源,并尽快用绝缘物(如干木棒、竹竿等)将触电者与电源隔离,同时防止施救者受电流的影响。

6. 吸入毒气。若不慎吸入溴、氯等有毒气体或刺激性气体,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒,同时到室外呼吸新鲜空气。

7. 毒物入口。若毒物误入口内,把 5 ~ 10 mL 1% ~ 5% 的硫酸铜溶液加入一杯温水中,搅匀后喝下,然后用手指伸入喉部,促使呕吐再送医院治疗。

8. 汞泄漏。如遇汞泄漏,应立即用滴管或毛笔尽可能将汞拾起,然后用锌皮接触,使

其形成合金而消除,再撒上硫磺粉,使汞与硫反应,生成不挥发的硫化汞,最后清扫干净,并集中作固体废物处理。

若以上事故严重,受伤者均应立即送医院治疗。

2.2 实验用纯水

一、实验用纯水的规格及合理选择

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。纯水并不是绝对不含杂质,只是杂质的含量极微小而已。制备纯水的方法不同,水中含杂质的情况也不同。我国已建立了实验室用水规格的国家标准(GB 6682—92),其中规定了实验室用水的级别、技术指标、制备方法及检验方法。实验室用水的级别及主要技术指标见表 2-1。

表 2-1 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 值范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/(mS·m ⁻¹)	≤0.01	≤0.10	≤0.50
吸光度(254 nm, 1cm 光程)	≤0.001	≤0.01	—
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)/mg·L ⁻¹	<0.01	<0.02	—

纯水来之不易,应根据实验对水质量的要求,合理选用适当级别的水,并注意节约用水。在化学定量分析实验中,一般使用三级水;仪器分析实验一般使用二级水;有的实验(如电化学分析实验)则需使用一级水。

二、纯水的制备方法

1. 蒸馏法

将自来水在蒸馏装置中加热汽化,再将蒸汽冷却,即得到蒸馏水。蒸馏法设备成本低,操作简单,但能量消耗大,且只能除去水中非挥发性杂质及微生物等,不能完全除去水中溶解的气体杂质。此外,由于蒸馏装置所用材料不同,所带的杂质也不同,目前使用的蒸馏装置是由不锈钢、纯铝和玻璃等材料制成的。

2. 离子交换法

将自来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后即得到所需的水。离子树脂交换柱除去离子的效果好,因此用其制备的纯水称去离子水,其纯度比蒸馏水高,且成本低。但设备及操作较复杂,不能除去非离子型杂质。去离子水常含有微量的有机物。

3. 电渗析法

这种方法是在直流电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对原水中存在的阴、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,此法也不能除去非离子型杂质。好的电渗析器所制备的纯水的电阻率为 0.15~0.20 MΩ·cm,接近三级水的质量,仅

适用于要求不是很高的分析项目。

三种不同级别的纯水的制备方法如下:

三级水:采用蒸馏法或离子交换法来制备。

二级水:将三级水再次蒸馏后制得,含有微量的无机、有机或胶态杂质。

一级水:将二级水经进一步处理后制得。如将二级水用石英蒸馏器再次蒸馏,基本上不含有胶态杂质或有机物。

三、纯水的检验方法

纯水质量的主要技术指标是电导率(或换算成电阻率)。测定电导率应选用适于测定高纯水的电导率仪(最小量程为 $0.02 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$)。测定一、二级水时,电导池常数为 $0.01 \sim 0.1$,进行“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,电导池常数为 $0.1 \sim 1$,用烧杯接取约 300 mL 水样,立即测定。电导率仪应有温度补偿功能,否则,应在测定电导率的同时测定水温,再换算成 25°C 时的电导率。

纯水的检验除用上述物理方法外,还有化学方法。

在实际工作中,有些实验对水有特殊的要求,还要检验有关的项目,例如 pH 值、钙离子、氯离子等,其方法如下:

1. 酸度:要求纯水的 pH 值为 $6 \sim 7$ 。取两支试管各加 10 mL 待测水,一支试管中加 2 滴 0.1% 甲基红指示剂,不显红色;另一支试管中加 5 滴 0.1% 溴百里酚蓝指示剂,不显蓝色,即为合格。

2. 硫酸根离子:取一支试管加 $2 \sim 3 \text{ mL}$ 待测水,加 $2 \sim 3$ 滴 $2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸酸化,再加 1 滴 0.1% 氯化钡溶液,放置 15 h 后,应无沉淀析出。

3. 氯离子:取 $2 \sim 3 \text{ mL}$ 待测水,加 1 滴 $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 硝酸酸化,再加 1 滴 0.1% 硝酸银溶液,不应产生浑浊。

4. 钙离子:取 $2 \sim 3 \text{ mL}$ 待测水,加数滴 $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ NH_3 水使之呈碱性,再加饱和草酸铵溶液 2 滴,放置 12 h 后,应无沉淀析出。

5. 镁离子:取 $2 \sim 3 \text{ mL}$ 待测水,加 1 滴 0.1% 达旦黄溶液及数滴 $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 氢氧化钠溶液,如有淡红色出现,即有镁离子,如呈橙色则合格。

6. 硅酸根离子:在滤纸上加 1 滴待测试液,加 1 滴 3% 的 $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 溶液,烘干,再加 1 滴联苯胺醋酸(1 g 联苯胺溶于 100 mL $2 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 醋酸中)溶液,1 滴饱和醋酸钠溶液,斑点显蓝色,说明有硅酸根离子存在。

还需指出:纯水在与空气接触或贮存过程中,由于容器材料可溶解成分的引入或吸收空气中 CO_2 等气体及其他杂质,都会引起纯度的改变。水越纯,影响越显著,高纯水更要在临用前制备,不宜存放。

有些实验室对纯水还有特殊的要求,可根据需要检验有关项目,如氧、铁、氨等的含量。

四、使用纯水时的注意事项

分析用的纯水必须严格保持纯净,防止污染,使用时应注意以下几点:

1. 装纯水的容器本身(主要是容器内壁,其次是外部)要清洁;

2. 纯水瓶口要随时盖上盖子(无论瓶内是否有水),空气导管口最好加盖指形管或纸套;
3. 插入瓶内的玻璃导管,长度要合适,要保持清洁,取水一定要用专用水管;
4. 保持洗瓶的洁净;
5. 纯水瓶旁不要放置易挥发的试剂,如浓盐酸、 NH_3 水等。

2.3 化学试剂

一、常用化学试剂的规格

根据化学试剂中所含杂质的多少,将实验室普遍使用的一般试剂划分为四个级别,具体的中文名称、英文标志、标签颜色和主要用途见表 2-2。

表 2-2 化学试剂的级别和主要用途

级别	中文名称	英文标志	标签颜色	主要用途
一级	优级纯 (保证试剂)	G. R.	绿色	精密分析实验 标准滴定溶液的配制
二级	分析纯	A. R.	红色	一般分析实验
三级	化学纯	C. P.	蓝色	教学及 一般化学实验
专用试剂	实验试剂	L. R.	棕色等	实验辅助试剂
	生化试剂 生物染色剂	B. R., C. R.	黄色等	生物化学及 医化学实验

此外,还有基准试剂、色谱纯试剂、光谱纯试剂等,它们都属于高纯品。

基准试剂的纯度相当于或高于优级纯试剂。基准试剂作为滴定分析中的基准物质是非常方便的,也可用于直接配制溶液。

色谱纯试剂在仪器最高灵敏度进样分析时无杂质峰。

光谱纯试剂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其杂质含量低于某一限度。这种试剂主要用来作为光谱分析中的标准物质,不能被认为是化学分析的基准试剂,这一点需特别注意。

高纯试剂和基准试剂的价格要比一般试剂高出数倍乃至数十倍。因此,应根据分析工作的具体情况进行选择,不要盲目地追求高纯度。

二、试剂选用的一般原则

1. 滴定分析常用的标准滴定溶液,一般应选用分析纯试剂配制,再用基准试剂进行标定。某些情况下(例如对分析结果要求不是很高的实验),也可以用优级纯或分析纯试剂代替基准试剂。滴定分析中所用其他试剂一般为分析纯试剂。

2. 仪器分析实验一般使用优级纯试剂或专用试剂,测定微量或超微量成分时应选用高纯试剂。

3. 从主体含量看,优级纯试剂与分析纯试剂相同或很接近,只是杂质含量不同。若所做实验对试剂杂质要求高,应选择优级纯试剂;若只对主体含量要求高,则应选用分析纯试剂。