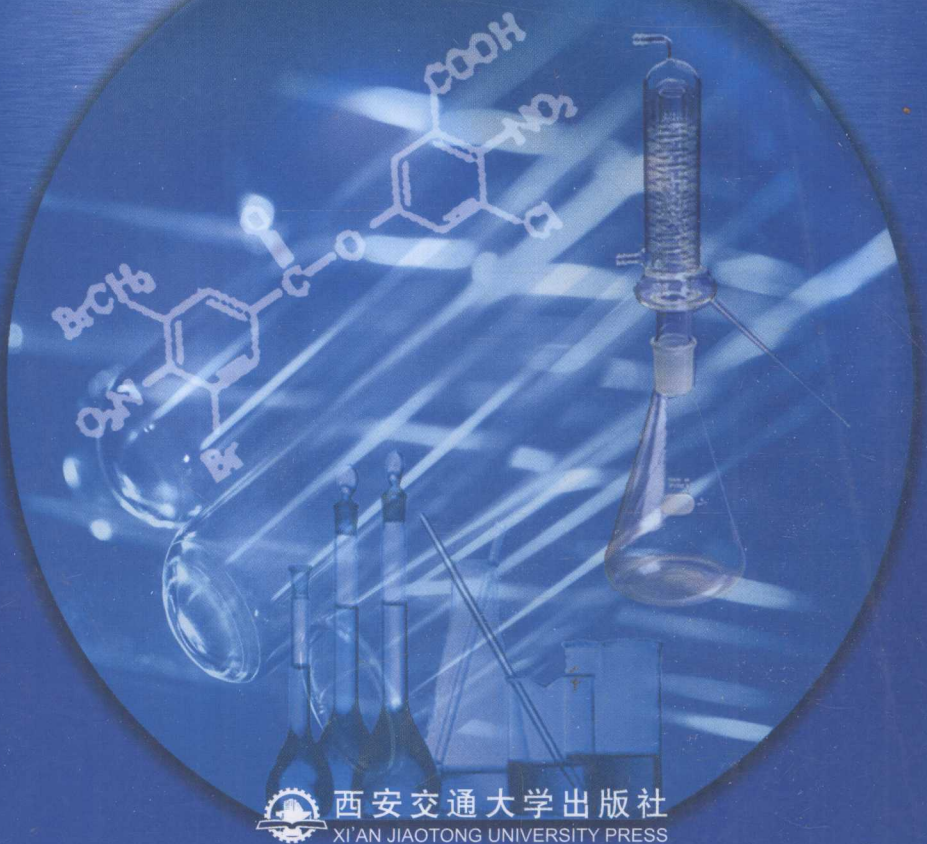


分析化学实验

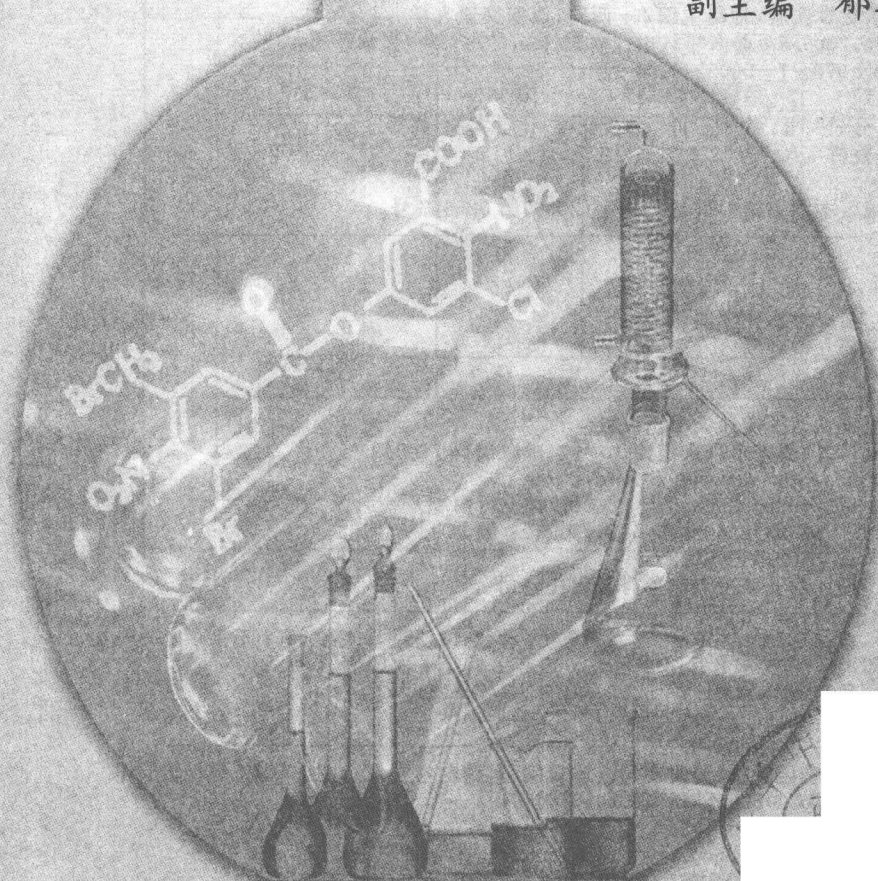
主 编 常 薇
副主编 郁翠华



西安交通大学出版社
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY PRESS

分析化学实验

主 编 常 薇
副主编 郁翠华



西安交通大学出版社
XI'AN JIAOTONG UNIVERSITY PRESS

内容简介

本书主要内容包括分析化学实验的基本知识、分析化学实验的基本操作技术及实验部分。实验部分包括 52 个基本实验项目,分析方法涉及经典的化学定量分析、紫外-分光光度法、电化学分析法、原子光谱法、原子吸收光谱法、色谱分析法、荧光光度法、红外吸收光谱法、流动注射分析法、热分析、氨基酸分析等。为培养学生独立思考及创新能力,在基本操作技能实验的基础上,增加了综合性、设计性实验内容,可根据需要选用。本书可作为高等理工院校应用化学、环境工程、生物工程、轻化工等各专业的本、专科生教材,也可供相关专业师生及科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/常薇主编. —西安:西安交通大学出版社,2009.8
ISBN 978-7-5605-3124-3

I. 分… II. 常… III. 分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 085557 号

书 名 分析化学实验
主 编 常 薇
责任编辑 屈晓燕

出版发行 西安交通大学出版社
(西安市兴庆南路 10 号 邮政编码 710049)
网 址 <http://www.xjtpress.com>
电 话 (029)82668357 82667874(发行中心)
(029)82668315 82669096(总编办)
传 真 (029)82668280
印 刷 西安新视点印务有限责任公司

开 本 727mm×960mm 1/16 印张 14.25 字数 262 千字
版次 2009 年 8 月第 1 版 2009 年 8 月第 1 次印刷
书 号 ISBN 978-7-5605-3124-3/O·295
定 价 23.80 元

读者购书、书店添货、如发现印装质量问题,请与本社发行中心联系、调换。
订购热线:(029)82665248 (029)82665249
投稿热线:(029)82664954
读者信箱:jdigy@yahoo.cn

版权所有 侵权必究

前 言

分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分,与理论课教学密切配合,使学生掌握分析化学的基础理论、基础知识和基本实验技能。在训练学生的实验操作能力、培养学生严谨求实的科学态度、创新意识及初步科研能力方面,分析化学实验发挥着理论课不可替代的重要作用。

近年来,随着实验教学改革的深入和发展,分析化学实验在教学内容、教学方法及教学仪器设备等方面均有了较大的发展和变化。因此,根据不同专业的特点,在充分考虑到分析化学将以仪器分析方法为主的发展趋势,本书将化学分析和仪器分析实验合编,对实验内容进行了优化和精选,这样有利于学生获得分析化学的整体知识,通过对不同实验方法的学习和比较,学会针对不同分析对象和条件选用不同的分析方法。

本书包括分析化学实验的基本知识、分析化学实验的基本操作技术及实验部分。实验部分包括了化学分析实验、仪器分析实验和综合设计性实验,分析方法涉及经典的化学定量分析、紫外-分光光度法、电化学分析法、原子光谱法、原子吸收光谱法、色谱分析法、荧光光度法、红外吸收光谱法、流动注射分析法、热分析、氨基酸分析等。为了培养学生的独立思考能力、创新能力和实际动手能力,在基本操作技能实验的基础上,增加了综合性、设计性实验内容,可根据需要选用。

本书由常薇任主编,郁翠华任副主编。常薇编写了第1、2章、附录、实验3.2~3.17、4.6、4.7、4.11、4.14、4.19~4.27、4.31~4.33;郁翠华编写了实验3.1、4.1~4.5、4.8~4.10、4.12、4.13、4.28~4.30和第5章;郑长征与郁翠华合编第5章;刘斌编写了实验4.15~4.18;杨敏鸽编写了实验4.34;范泳编写了实验4.35。在本书编写过程中,得到了西安工程大学环境与化工学院王力、解凤霞、薛凝等老师的大力支持与帮助,在此,谨向他们表示衷心的感谢。

限于编者的水平,书中的疏漏与不足之处在所难免,恳请专家和读者批评指正。

编者

2009年2月

目 录

第1章 分析化学实验的基本知识	(1)
1.1 分析化学实验的基本要求	(1)
1.2 实验室安全常识	(2)
1.3 玻璃仪器的洗涤与干燥	(3)
1.4 分析用纯水	(8)
1.5 化学试剂	(10)
1.6 实验数据的处理和分析结果的表达	(12)
第2章 分析化学实验基本操作	(17)
2.1 滴定分析的基本操作	(17)
2.2 重量分析的基本操作	(26)
第3章 化学分析实验	(32)
实验 3.1 分析天平的称量练习	(32)
实验 3.2 滴定分析基本操作练习	(37)
实验 3.3 酸碱标准溶液浓度的标定	(40)
实验 3.4 工业纯碱总碱度的测定	(43)
实验 3.5 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	(44)
实验 3.6 EDTA 标准溶液的配制和标定	(46)
实验 3.7 水总硬度的测定	(49)
实验 3.8 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	(52)
实验 3.9 钙制剂中钙含量的测定	(53)
实验 3.10 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	(55)
实验 3.11 高锰酸钾法测定过氧化氢的含量	(57)
实验 3.12 石灰石中钙的测定	(58)
实验 3.13 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制和标定	(61)
实验 3.14 硫酸铜中铜含量的测定	(63)
实验 3.15 水中化学需氧量(COD)的测定	(65)
实验 3.16 氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	(67)

实验 3.17	沉淀滴定法测定调味品中氯化钠的含量	(70)
第4章	仪器分析实验	(73)
实验 4.1	邻二氮杂菲分光光度法测定微量铁	(73)
实验 4.2	蛋白质的分光光度法测定	(77)
实验 4.3	分光光度法测定废水中磷含量	(79)
实验 4.4	紫外分光光度法同时测定维生素 C 和维生素 E	(81)
实验 4.5	废水中葱、菲的定性检出	(84)
实验 4.6	溶液 pH 的电位法测定	(86)
实验 4.7	离子选择性电极法测定水中氟离子	(89)
实验 4.8	电位滴定法测定混合碱	(93)
实验 4.9	醋酸的电位滴定和酸常数的测定	(99)
实验 4.10	氯离子选择性电极法测定试样中氯含量及氯化铝的溶度积常数	(101)
实验 4.11	库仑滴定法测定水中砷	(104)
实验 4.12	库仑滴定法标定硫代硫酸钠浓度	(107)
实验 4.13	库仑滴定法测定维生素 C 含量	(110)
实验 4.14	溶出伏安法测定水样中铅的含量	(112)
实验 4.15	电感耦合等离子原子发射光谱法(ICP - AES)测定水样中的微量 Cu	(115)
实验 4.16	火焰光度法测定土壤样品中的钾、钠	(117)
实验 4.17	原子吸收分光光度法测定自来水中钙、镁的含量	(119)
实验 4.18	原子吸收分光光度法测定毛发中的锌	(122)
实验 4.19	气相色谱法测定白酒中甲醇的含量	(124)
实验 4.20	气相色谱内标法定量测定正辛烷中的异辛烷	(132)
实验 4.21	N ₂ 、NO ₂ 、O ₂ 、CH ₄ 等混合气体的气固色谱法分析	(135)
实验 4.22	气相色谱质谱联用测定挥发性有机污染物	(137)
实验 4.23	纺织品中残留五氯苯酚(PCP)的检测	(141)
实验 4.24	高效液相色谱法测定食品防腐剂	(144)
实验 4.25	果汁中有机酸的分析	(151)
实验 4.26	荧光法测定维生素 B ₂ 的含量	(153)
实验 4.27	荧光分光光度法测定维生素 C	(155)
实验 4.28	ATR 傅立叶变换红外光谱法测定甲基苯基硅油中苯基的含量	(158)
实验 4.29	红外光谱法区别顺和反丁烯二酸	(162)

实验 4.30	醛和酮的红外光谱	(164)
实验 4.31	$K_2[Cu(C_2O_4)_2] \cdot 2H_2O$ 配合物的热分解机理测定	(168)
实验 4.32	流动注射分光光度法测定自来水中铁含量	(173)
实验 4.33	盐酸肾上腺素注射液的含量测定	(176)
实验 4.34	聚乳酸分子量的测定	(177)
实验 4.35	牛奶中蛋白质的氨基酸分析	(182)
第5章	综合性实验和设计性实验	(187)
5.1	综合性实验示例	(187)
5.2	设计性实验	(196)
附录		(199)
附录 1	相对原子质量表	(199)
附录 2	常用化合物的相对分子质量表	(200)
附录 3	常用基准物质的干燥条件	(201)
附录 4	常用浓酸、浓碱溶液的密度和浓度	(201)
附录 5	常用指示剂	(202)
附录 6	常用缓冲溶液的配制	(204)
附录 7	常用分析化学实验名词术语汉英对照	(205)
附录 8	定量分析实验仪器清单	(217)
附录 9	滴定分析实验操作考察评分表(NaOH 溶液浓度的标定)	(218)
参考文献		(220)

第 1 章 分析化学实验的基本知识

1.1 分析化学实验的基本要求

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验是化学相关专业的重要基础课程之一,它与分析化学理论课教学紧密结合、相辅相成。

学生通过本课程的学习,可以加深对分析化学基本概念和基本理论的理解。正确熟练地掌握分析化学的基本操作,较系统地学习分析化学实验的基本知识,学习并掌握典型的分析化学方法。树立“量”的概念,运用误差理论和分析化学理论知识,找出实验中影响分析结果的关键环节,在实验中做到心中有数,统筹安排,学会合理地选择实验条件和实验仪器,正确处理实验数据,以保证实验结果准确可靠。培养良好的实验习惯、实事求是的科学态度、严谨细致的工作作风和坚韧不拔的科学品质。通过设计性实验,培养学生分析归纳能力、创新精神和独立工作能力。为学习后续课程和将来参加工作打下良好的基础。

为达到上述目的,要求学生做到以下几点。

(1)实验前必须认真预习,理解实验原理,熟悉实验步骤及注意事项,做到心中有数,并写好预习报告。

(2)严格遵守实验规定,保持室内安静、整洁。实验台保持清洁,仪器和试剂摆放整齐有序。注意节约使用纯水和化学试剂。爱护仪器,注意安全。

(3)实验要严格按照规范进行操作,仔细观察,及时记录,勤于思考,学会运用所学的理论知识解释实验现象,研究实验中的问题。

(4)所有的实验数据,尤其是各种测量的原始数据,必须随时记录在专用的实验记录本上。不得记录在其他任何地方,不得无故涂改原始实验数据。要认真写好实验报告。实验报告一般包括实验名称、日期、实验目的、简单原理、仪器与试剂、实验方法、实验结果(一定要列出计算公式)和问题与讨论。上述各项内容的繁简,应根据每个实验的具体情况而定,以清楚、简明、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,要求在预习实验时准备好,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。

(5)实验结束,要马上清洗自己使用过的玻璃仪器,清理实验台面,并把自己使用过的仪器、药品整理归位,及时打扫实验室卫生,关好水、电的开关和门窗。要注意爱护仪器和公共设施,养成良好的实验习惯。

(6)实验课开始和学期结束时,都要按照仪器清单认真清点自己使用的一套仪器。实验中损坏和丢失的仪器及时领取补齐,期末按有关规定赔偿。

学生实验成绩评定,包括以下几项内容:预习情况及实验态度,实验操作技能,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等。特别是实事求是的态度、严谨创新的精神与动手能力的培养,严禁弄虚作假,伪造数据。

要做好分析化学实验,不仅要有较强的动手能力,还要有较高的获取信息的能力,在实验中应注意运用理论课中学到的知识,积累操作经验,总结失败教训。实验当中不仅要动手,更要动脑,要把自己观察到的现象及时记录下来,为发现新物质、合成新材料做准备。只有做个有心人,才能为今后的学习和工作打下坚实的基础。

1.2 实验室安全常识

实验室安全包括人身安全及实验室、仪器、设备的安全。分析化学实验中,经常使用易燃、易爆、具有腐蚀性和毒性的化学试剂,大量使用易损的玻璃仪器、精密的分析仪器以及水、电、气等。为了确保人身安全和实验的正常进行,必须严格遵守以下规则:

(1)实验室内禁止饮食、吸烟,切勿以实验用容器代替水杯、餐具使用,防止化学试剂入口,实验结束后要洗手。

(2)使用 KCN、 As_2O_3 、 HgCl_2 等剧毒品时要特别小心,用过的废物不可乱扔、乱倒,应回收或进行特殊处理。不可将化学试剂带出实验室。

(3)使用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性的试剂时,操作要小心,防止腐蚀皮肤和衣物等。易挥发的有毒或强腐蚀性的液体和气体,要在通风橱中操作(尤其是用它们热分解试样时)。浓酸、浓碱如果溅到身上应立即用水冲洗,洒到实验台上或地面上时要立即用水冲洗而后擦掉。

(4)使用可燃性有机试剂时,要远离火焰及其他热源,敞口操作并有挥发时应在通风橱中进行。试剂用后要随手盖紧瓶塞,置阴凉处存放。低沸点、低闪点的有机溶剂不得在明火或电炉上直接加热,而应在水浴、油浴或可调电压的电热套中加热。

(5)使用高压气体钢瓶时,要严格按操作规程进行操作。

(6)在仪器分析实验中,要在阅读仪器操作规程后或经教师讲解后再动手操作仪器。不要随便拨弄仪器,以免损坏或发生其他事故。

(7)使用自来水后要及时关闭。遇停水时要立即关闭水龙头,以防来水后发生跑水。离开实验室前应再检查自来水龙头是否完全关闭。

(8)实验过程中万一发生着火,不要惊慌,应尽快切断电源或燃气源,用石棉布或湿抹布熄灭(盖住)火焰。密度小于水的非水溶性有机溶剂着火时,不可用水浇,以防止火势蔓延。电器着火时,不可用水冲,以防触电,应使用干冰或干粉灭火器。着火范围较大时,应尽快用灭火器扑灭,并根据火情决定是否进行报警。

(9)使用汞时应避免泼洒在实验台或地面上;使用后的汞应收集在专用的回收容器中,切不可倒入下水道或垃圾桶内;万一发现少量汞洒落,应尽量收集干净,然后在可能洒落的地方洒上一些硫磺粉;最后清扫干净,并集中作固体废物处理。

1.3 玻璃仪器的洗涤与干燥

1.3.1 玻璃仪器

玻璃的化学性质稳定,有良好的抗腐蚀能力,容易洗涤,所以各种玻璃仪器被广泛应用于分析化学中。玻璃仪器的清洁与否直接影响分析结果的准确性与精密度,因此,必须十分重视玻璃仪器的清洗工作。

分析化学中常用的玻璃仪器通常可分为烧杯类、试剂瓶类、量器类和其他玻璃仪器。下面简要介绍一些常用玻璃仪器的有关知识。图 1-1 列出定量分析中常用的一些仪器。

1. 烧杯类

(1)烧杯:用硬质玻璃制成,有的带有容积刻度,但只供粗略估计溶液体积。烧杯供配制试剂溶液和加热试液用。常用的烧杯从 20~500 mL 有多种容量规格。

(2)锥形瓶:又称三角瓶,用硬质玻璃制成,因其便于用手旋转摇动,可迅速混合反应溶液,故大多用于滴定操作。用以加热液体时可避免迅速挥发,其规格一般与烧杯相同。

为防止液体蒸发和固体升华的损失(如碘量法测定操作),常采用具有磨口塞的锥形瓶或碘量瓶。

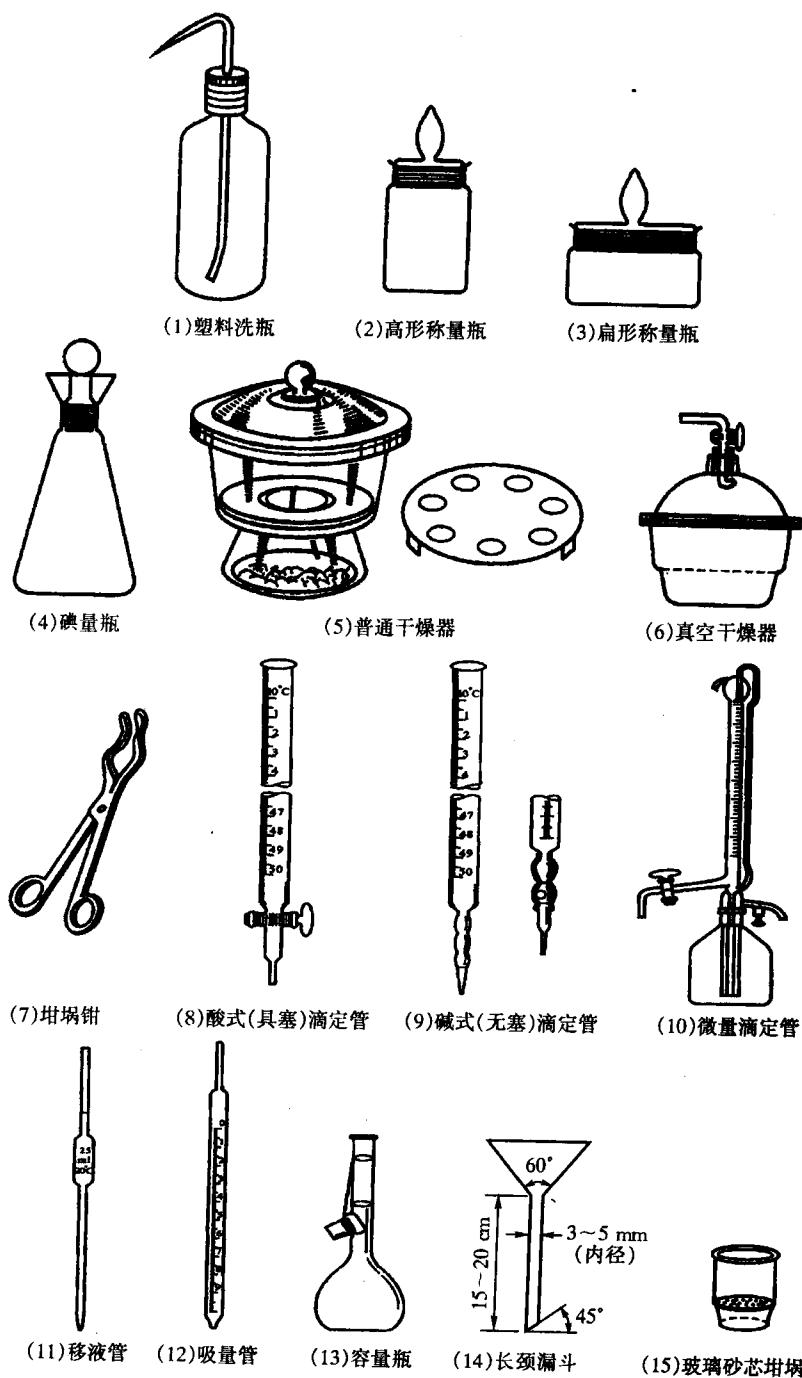


图 1-1 定量分析中常用的一些仪器

2. 试剂瓶类

(1)试剂瓶:用于盛装各种试剂。试剂瓶从颜色上分成无色的和棕色的。棕色瓶用于贮存需避光保存的试剂,如碘溶液、硝酸银、碘化钾等。试剂瓶可分为碱式和酸式试剂瓶。碱式试剂瓶配橡皮塞或软木塞,用于盛装碱性试剂和浓盐溶液;酸式试剂瓶配玻璃瓶塞,不能贮存碱性试剂和易结晶的浓盐溶液,否则试剂的腐蚀作用或盐的结晶可使瓶塞固结而不易打开。试剂瓶从口径上可分为广口瓶和细口瓶。广口瓶多用于盛装固体药品,细口瓶通常盛装液体试剂或溶剂。

此外还有滴瓶,带有磨口滴管,容量通常不超过 100 mL,用于盛装和滴加指示剂溶液等。试剂瓶不宜骤冷骤热,不得在火上加热,否则会破裂损坏。

(2)洗瓶:现广泛使用的是聚乙烯塑料软瓶,容积一般为 500 mL,内盛实验纯水,使用时只需挤压瓶体,水即从尖嘴喷出。可用于吹洗玻璃仪器,或配制溶液时加水。使用时注意保证瓶内纯水不受污染。

3. 量器类

量器类一般使用称为“白料”的软质玻璃制成,不宜在火上直接加热。

(1)量筒:是一种容量允许误差较大的量出式量器,其误差大致相当于它的最小分度值。用于量取要求不太精确的液体体积,如用于配制普通试剂溶液或配制待标定的标准溶液。

(2)移液管:是一种精确的量出式量器,是定量分析的基本测量仪器。

(3)容量瓶:是精确的量入式量器,也是定量分析的基本测量仪器,用于配制标准溶液、定容试液和定量稀释。

(4)滴定管:是一种精确的量出式量器,是滴定分析的专用测量仪器,用于测量滴定剂的准确体积。

4. 其他玻璃仪器

(1)干燥器:用于保存已烘干的样品、试剂和称量瓶等,也用来存放需要防潮的小型贵重仪器。干燥器是具有磨口玻璃盖的玻璃圆筒,用带孔瓷板分隔成上下两层,上层是存物空间,下层则放有干燥剂,常用的干燥剂有无水氯化钙、硅胶、无水过氯酸镁和浓硫酸等。玻璃盖和器体接触的磨砂平面上涂以凡士林以保证其密封性。

揭开干燥器盖子时,应一手抱住干燥器,一手轻轻推开盖子。揭开干燥器盖后,要注意防止磨口处凡士林被沙尘等沾污而影响其密闭性,也要特别注意防止盖子滑跌而损坏。

为避免过多吸收空气中的水分,要及时盖好干燥器盖子。为保持干燥剂长期有效,应定时更换或烘干干燥剂。

(2)称量瓶:是有磨口玻璃盖的器皿,有高形和扁形两种,高形称量瓶常用来放置在称量过程中容易吸收水分和二氧化碳的称量物;扁形称量瓶常用来测定试样水分。使用前必须洗净烘干,然后放入称量物,烘干后的称量瓶一般不能直接用手拿取,因为可能沾污称量瓶而造成称量误差。可以用干净的纸条或塑料条套在称量瓶上,然后拿取。

1.3.2 玻璃仪器的洗涤与干燥

应用于分析化学实验中的玻璃仪器,必须仔细洗净。经洗净的玻璃器皿,其内壁应被水均匀润湿而无水的条纹,且不挂水珠。

实验中常用的烧杯、锥形瓶、量杯等一般玻璃器皿,可用毛刷,蘸去污粉或合成洗涤粉刷洗,再用自来水冲净,然后用蒸馏水或去离子水润洗2~3次。滴定管、移液管、吸量管、容量瓶等具有精确刻度的仪器,洗涤时应更加小心,通常用以下的方法洗涤。

滴定管如无明显油污时,可直接用自来水冲洗。若有油污,则在滴定管中倒入铬酸洗涤液(注意,别溅在手和衣服上),将滴定管横过来(注意,别让活塞掉下来),两手平端滴定管转动直至洗涤液布满全管。碱式滴定管应先将橡皮管卸下,用橡皮乳头套在滴定管底部,再倒入洗涤液进行洗涤。然后将洗涤液倒回洗涤液瓶中,用自来水冲洗干净,污染严重的滴定管,可竖直倒入铬酸洗涤液浸泡数小时后,再用自来水冲洗。

容量瓶用水冲洗后,如还不干净,可倒入铬酸洗涤液充分摇动或浸泡,再用自来水冲洗干净,但不得使用瓶刷刷洗。移液管、吸量管,可吸取铬酸洗涤液进行洗涤。若污染严重,可将它们放在高型玻璃筒或大量筒内用铬酸洗涤液浸泡,再用自来水冲洗干净。

光度法使用的比色皿,是由光学玻璃或石英玻璃制成的,不得用毛刷刷洗。通常视沾污的情况,选用盐酸-乙醇、合成洗涤剂或热水浸泡等方法浸泡后,用自来水冲洗干净。

上述玻璃仪器洗好后,将用过的洗涤液倒回原瓶贮存备用,仪器用自来水冲洗干净后,必须用蒸馏水或去离子水润洗2~3次。

当实验中需使用干燥的器皿时,可根据不同的情况,采用下列方法将洗净的器皿干燥。

(1)晾干:将洗净的器皿置于实验柜或器皿架上晾干。

(2)烘干:将洗净的器皿放进干燥箱中烘干,放进干燥箱前要先把水沥干。也可将器皿套在“气流烘干机”的杆子上进行烘干,但量器不可采用烘干的方法。

(3)用有机溶剂润洗后吹干:用少量乙醇或丙酮润洗已洗净的器皿内壁,倾出溶剂后,用电吹风吹干或用气流烘干机烘干。

1.3.3 常用洗涤液的配制和使用

(1) 餐具洗涤剂溶液

将餐具洗涤剂用水稀释成溶液,用毛刷蘸取刷洗,适合洗涤被油脂或某些有机物沾污的玻璃仪器,是实验室最普通最常用的洗涤剂。

(2) 强酸性氧化剂溶液(铬酸洗液)

由重铬酸钾与浓硫酸配制而成。前者在酸性溶液中形成多重铬酸钾,有很强的氧化能力,该洗液对玻璃仪器侵蚀作用小,洗涤效果好,但六价铬能污染水质,应注意废液的处理。

铬酸洗液的配制:称取 20 g 工业重铬酸钾置于 40 mL 水中加热溶解,冷却。缓慢加入 360 mL 工业浓硫酸(注意不能将重铬酸钾溶液加入浓硫酸中)边加边用玻璃棒搅拌。因为二者混合时大量放热,故浓硫酸不要加得太快,注意防止因过热而发生迸溅。配好后冷却,装入有盖的玻璃器皿中备用。新配制的洗液呈暗红色,氧化能力很强。应随时盖好器皿的盖子,以免洗液吸收空气中水分而逐渐析出 CrO_3 ,降低洗涤能力。使用温热的洗液可提高洗涤效率,但失效也加快。洗液经长期使用或吸收过多水分即变成墨绿色,表明已经失效,不宜再用。

铬酸洗液具强烈腐蚀性,使用时要小心,要避免洒到手上、衣服上、实验台上以及地上,一旦洒出应立即用水稀释并擦拭干净。另外,仪器中有残留的氯化物时,应除掉后再加入铬酸洗液,否则会产生有毒的挥发性物质。

(3) $\text{NaOH} - \text{KMnO}_4$ 洗涤液

在台秤上称取 4 g KMnO_4 于 250 mL 烧杯中,加少量水使之溶解,向该溶液中慢慢加入 100 mL 10% NaOH 溶液,混匀后贮存于带橡皮塞的玻璃瓶中备用。该洗涤液适用于洗涤油污及有机物,洗涤后在器皿上留下的褐色氧化锰沉淀物,可用 HCl 或草酸洗液洗除。碱性高锰酸钾不应在所洗器皿中长期存留。

(4) 氢氧化钠-乙醇溶液

将 120 g NaOH 溶于 150 mL 水中,再用 95% 的乙醇稀释至 1 L,此液主要用于洗去油污及某些有机物。用它洗涤精密玻璃量器时,不可长时间浸泡,以避免腐蚀玻璃,影响量器精度。

(5) 盐酸-乙醇洗涤液

将化学纯的盐酸和乙醇按 1:2 的体积比进行混合,此洗涤液主要用于洗涤被染色的吸收池、比色管、吸量管等。洗涤时最好是将器皿在此液中浸泡一定时间,然后再用水冲洗。

(6) 合成洗涤剂或去污粉

此类洗涤液适合于一般性的污染物的洗涤,最好用热的溶液。洗涤完后注

意用自来水冲洗干净。

1.4 分析用纯水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶液和洗涤剂。根据具体分析的任务和要求不同,对水的纯度的要求也不同。一般的分析工作采用蒸馏水或去离子水即可,而对于超纯物质的分析,则要求使用纯度较高的高纯水(一级水)。

我国国家标准中规定了分析实验室用水的级别和技术指标等,如表 1-1 所示。

表 1-1 分析实验室用水的级别及主要技术指标(引自 GB 6682—92)

指标名称 \ 级别	一级	二级	三级
pH 范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/(mS·m ⁻¹)	≤0.01	≤0.01	≤0.05
可氧化物质(以 O 计)/(mg·L ⁻¹)	—	< 0.08	< 0.4
蒸发残渣(105℃±2℃)/(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	

电导率是纯水质量的综合指标,一、二级水的电导率必须“在线”(即将测量电极安装在制水设备的出水管道内)测量。纯水在贮存和与空气接触中都会引起电导率的改变,水越纯,其影响越显著。一级水必须临用前配制,不宜存放。

1.4.1 纯水的制备和质量检验

1. 制备纯水的常用方法

制备纯水常用以下三种方法。

(1) 蒸馏法

自来水在蒸馏器中加热汽化,水蒸气冷凝而成蒸馏水。蒸馏器的材料有铜、玻璃、石英等,其中石英蒸馏器制备的蒸馏水含杂质最少。该法能去除水中非挥发性杂质,但不能去除易溶于水的气体。

(2) 离子交换法

这是应用离子交换树脂分离水中杂质离子的方法,故制得的水称为去离子水。目前多采用阴、阳离子交换树脂的混合床来制备纯水。该法制备水量大、成

本低、去离子能力强,但不能除掉水中非离子型杂质,而且操作较复杂。

(3)电渗析法

它是在外电场作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中的离子选择性透过,使杂质离子从水中分离出来的方法。该法不能除掉非离子型杂质,而且去离子能力不如离子交换法。但再生处理比离子交换法简单,电渗析器的使用周期也比离子交换柱长。好的电渗析器制备的纯水质量可达到三级的水平。

三级水是最常使用的纯水,可用上述三种方法制取。除用于一般化学分析实验外,还可用于制取二级水、一级水。

二级水可用多次蒸馏或离子交换法制取,它主要用于仪器分析实验或无机痕量分析。

一级水可用二级水经石英蒸馏器蒸馏或经阴、阳离子混合床处理后,再经 $0.2\ \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤制取。它主要用于超痕量分析及对微粒有要求的实验,如高效液相色谱分析用水。一级水应存放于聚乙烯瓶中,临用前制备。

在分析实验中,要根据不同的情况选用适当级别的纯水,在保证实验要求的前提下,节约用水。

2. 纯水的检验

纯水的检验有物理方法(测定水的电导率)和化学方法两类。根据一般分析实验室工作的要求,纯水检验通常有下面几个主要项目:

(1)电导率或电阻率

水的电导率越小,表明水中所含杂质离子越少,水的纯度越高。测量一级水、二级水时,电导池常数为 $0.01\sim 0.1$,进行在线测量;测量三级水时,电导池常数为 $0.1\sim 1$,用烧杯接取 $400\ \text{mL}$ 水样,立即进行测定。在实践中,人们往往习惯于用电阻率衡量水的纯度, 25°C 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 为 $6\sim 7$ 。取 2 支试管,各加被检查的水 $10\ \text{mL}$,一管加甲基红指示剂 2 滴,不得显红色;另一管加 0.1% 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 可降至 5.6 左右。

(3)钙镁离子

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

(4)氯离子

取 $10\ \text{mL}$ 被检查的水,用 HNO_3 酸化,加 1% AgNO_3 溶液 2 滴,摇匀后不得有浑浊现象,若出现白色乳状物,则水不合格。

(5) Cu^{2+} 、 pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等金属离子

取 25 mL 水于小烧杯中,加 1 滴 0.2% 铬黑 T 指示剂,pH10 的氨性缓冲溶液 5 mL,若呈蓝色,说明上述离子含量甚微,水合格;若呈红色,则说明水不合格。

(6) 硅酸盐

取 10 mL 水于小烧杯中,加入 5 mL $4 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HNO_3 ,5 mL $50 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 钼酸铵,室温下放置 5 min 后,加入 5 mL $100 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 Na_2SO_3 溶液,观察是否出现蓝色,如呈现蓝色则不合格。

1.5 化学试剂

1.5.1 常用试剂的规格

化学试剂的种类很多,世界各国对化学试剂的分类和分级的标准不尽一致,国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)将化学标准物质依次分为 A~E 的五级,其中 C 级和 D 级为滴定分析标准试剂(含量分别为 $(100 \pm 0.02)\%$ 和 $(100 \pm 0.05)\%$),E 级为一般试剂。我国的化学试剂一般可分为四个等级,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	中文名称	英文名称	英文缩写	适用范围	标签标志
一级品	优级纯	guarante reagent	GR	精密分析实验	绿色
二级品	分析纯	analytical reagent	AR	一般分析实验	红色
三级品	化学纯	chemical pure	CP	一般化学实验	蓝色
四级品	实验试剂	laboratory reagent	LR	实验辅助试剂	棕色或其他色
	生物试剂	biological reagent	BR		黄色或其他色

此外,还有一些特殊用途的高纯试剂,如色谱纯试剂,表示其在仪器最高灵敏度(10^{-10} g)条件下进样分析无杂质峰出现;光谱纯试剂则以光谱分析时出现的干扰谱线的数目和强度大小来衡量,要注意的是光谱纯的试剂不一定是化学分析的基准试剂,基准试剂的纯度要相当于或高于优级纯试剂,主要用作滴定分析的基准物或直接配制标准溶液。

在分析工作中所选试剂的级别并非越高越好,而是要结合具体的实验情况,