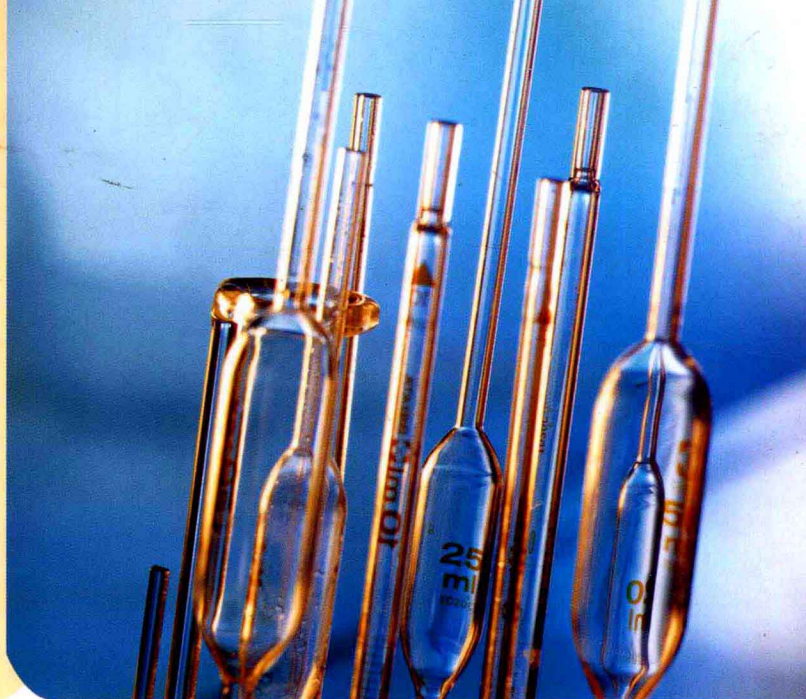




全国高职高专化学课程
“十一五”规划教材



工作过程导向

分析化学实训

FENXI HUAXUE
SHIXUN

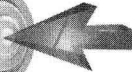
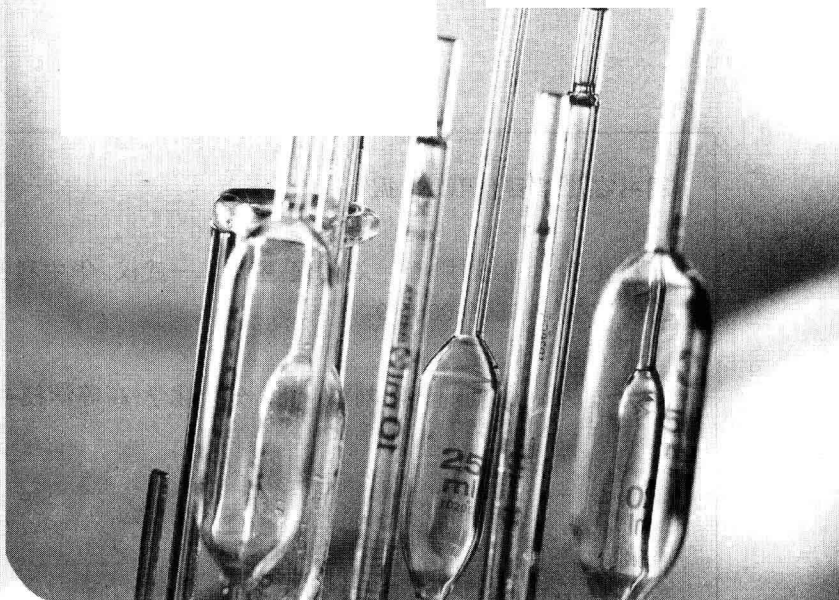
● 刘旭峰 刘传银 主编



华中科技大学出版社
<http://www.hustp.com>



全国高职高专化学课程
“十一五”规划教材



工作过程导向

分析化学实训

- ◎ 主 编 刘旭峰 刘传银
◎ 副主编 李清霞 丁宗庆
◎ 参 编 梁 冬 吴舒红 吕方军 邓沁兰
张成芬



华中科技大学出版社

<http://www.hustp.com>

中国·武汉

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实训/刘旭峰 刘传银 主编. —武汉:华中科技大学出版社,2010年4月
ISBN 978-7-5609-6060-9

I. 分… II. ①刘… ②刘… III. 分析化学-高等学校:技术学校-教材 IV. O65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2010)第 038327 号

分析化学实训

刘旭峰 刘传银 主编

策划编辑:王新华

责任编辑:熊彦

责任校对:史燕丽

封面设计:刘卉

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉)

武昌喻家山 邮编:430074 电话:(027)87557437

录排:武汉佳年华科技有限公司

印刷:仙桃市新华印务有限责任公司

开本:787 mm×1092 mm 1/16

印张:12.5

字数:265 000

版次:2010年4月第1版

印次:2010年4月第1次印刷

定价:22.00元

ISBN 978-7-5609-6060-9/O·526

(本书若有印装质量问题,请向出版社发行部调换)

内 容 提 要

本书是高职高专化学课程“十一五”规划教材。本书采用模块式教学分类方法,把实训按内容和性质的不同分为五个模块。主要内容有分析化学基本技能训练、滴定分析实训、色谱分析实训、分光光度法分析实训和电化学分析实训。另附有分析化学基本知识训练、常用分析仪器的使用方法及常用资料和数据汇总。实训内容具有即学即用的职业特色并很好地与“化学检验工”等相关职业资格证书的实训考核相匹配。

本书主要适于作为高职高专院校化工、轻工、冶金、纺织、食品、环保、生化、材料等专业的教材。

前言

为认真贯彻落实教育部《关于全面提高高等职业教育教学的若干意见》(教高[2006]16号),以符合高职教育培养目标和人才培养模式为原则,紧密结合高职教育教学改革和发展的新形势,编写符合新形势下高职教育的实训教材已经成为当前迫切的需要。

本书是与高职高专《分析化学》相对应的实训教材。《分析化学实训》教材在编写过程中紧密结合实际生产与应用,与职业资格证书的实训考核相匹配,从“强技能”的角度精选实训内容,对实训数据的记录与处理实行了表格化的操作,使数据的表征更加规范合理。

在完成本课程的实训之后,要求学生具有常见样品的采集和处理能力,能够设计出样品分析的方案,能够完成一般的化学分析和仪器分析的检测且检测结果准确可靠,最后能形成规范合理的分析检测报告以及对所分析的样品进行简单的评价,而且具有考取“化学检验工”及相关职业资格证的能力。

本书由梁冬、吴舒红(广东纺织职业技术学院)编写模块一,刘旭峰(广东纺织职业技术学院)编写模块二,李清霞(濮阳职业技术学院)编写模块三,吕方军(山东中医药高等专科学校)编写模块四,丁宗庆(邵阳师范高等专科学校)编写模块五,刘传银(邵阳师范高等专科学校)编写模块六,邓沁兰(广东纺织职业技术学院)编写模块七,张成芬(淄博职业学院)编写附录。全书由刘旭峰、刘传银统稿。

本书在编写的过程中得到了编者所在院校领导的支持和关怀,在此表示感谢!同时也参考了大量公开发行的教材及精品课程网站资源,在此也向有关作者、出版社和院校表示深切感谢。

华中科技大学出版社为本书的出版做出了大量的工作,在此谨表示衷心的感谢!

限于编者水平,书中若有不妥之处,敬请读者批评指正,以使本书不断完善和提高。

编者
2010年1月

目录

模块一	分析化学基本知识训练	/1
任务 1	分析化学实训常识	/1
任务 2	实训数据记录与结果处理	/7
任务 3	分析化学实训室常用玻璃仪器的认知及洗涤方法	/13
任务 4	常用仪器的基本操作	/19
模块二	分析化学基本技能训练	/25
实训 1	定量分析仪器的认识和洗涤	/25
实训 2	天平称量练习(电子分析天平)	/26
实训 3	天平称量练习(电光分析天平)	/28
实训 4	容量仪器的校准	/31
实训 5	酸、碱标准溶液的配制和滴定练习	/33
模块三	滴定分析实训	/36
实训 1	HCl 标准溶液的标定	/36
实训 2	NaOH 标准溶液的标定	/38
实训 3	双指示剂法测定混合碱含量	/39
实训 4	食醋中总酸度的测定	/42
实训 5	铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	/43
实训 6	水杨酸钠的测定(非水滴定法)	/45
实训 7	EDTA 标准溶液的配制与标定	/48
实训 8	水中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 含量的测定	/50
实训 9	铅铋合金中铅和铋的连续配合滴定	/53
实训 10	铝合金中铝含量的测定	/55
实训 11	复方氢氧化铝(胃舒平)中铝和镁含量的测定	/58
实训 12	双氧水中 H_2O_2 含量的测定	/60
实训 13	重铬酸钾法测定水样的化学需氧量(COD_{Cr})	/63



实训 14	高锰酸钾法测定校园湖水化学需氧量(COD_{Mn})	/65
实训 15	重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量 (无汞定铁法)	/67
实训 16	水中溶解氧(DO)的测定	/69
实训 17	维生素 C 药片中抗坏血酸含量的测定	/71
实训 18	注射液中葡萄糖含量的测定	/74
实训 19	碘量法测定铜合金中铜的含量	/76
实训 20	工业苯酚纯度的测定(溴酸钾法)	/78
实训 21	氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	/80
实训 22	银盐中银含量的测定(佛尔哈德直接滴定法)	/83
实训 23	氯化物中氯含量的测定(佛尔哈德返滴定法)	/85
实训 24	钢铁中镍含量的测定(丁二酮肟镍重量法)	/87
实训 25	可溶性硫酸盐中硫含量的测定	/89
实训 26	$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡含量的测定	/91

模块四 色谱分析实训 /95

实训 1	几种金属离子的吸附柱色谱	/95
实训 2	几种偶氮染料的吸附柱色谱	/96
实训 3	几种混合磺胺类药物的薄层色谱	/98
实训 4	几种氨基酸的纸色谱	/100
实训 5	APC 片剂的含量测定(高效液相色谱法)	/102
实训 6	无水乙醇中微量水分的测定(内标法)	/104

模块五 分光光度法分析实训 /107

实训 1	高锰酸钾溶液最大吸收波长的测定	/107
实训 2	邻二氮菲分光光度法测定微量铁	/108
实训 3	三元配合物光度法测定食品中微量铝	/112
实训 4	水中六价铬和总铬的测定	/115
实训 5	表面活性剂增溶铜试剂光度法测定矿石 中微量铜	/118
实训 6	肉制品中亚硝酸盐含量的测定	/120
实训 7	等摩尔吸收点光度法测定水中钙、镁总量	/123
实训 8	微量萃取分离-紫外分光光度法测定饮料中 咖啡因含量	/125
实训 9	酸提取-萃取离心光度法测定烟草中尼古丁含量	/128
实训 10	离子交换树脂富集-固相分光光度法测定 水中痕量亚硝酸根	/130
实训 11	分光光度法测定尿素中的缩二脲含量	/132

模块六 电化学分析实训	/135
实训 1 玻璃电极转换系数和溶液 pH 值的测定	/135
实训 2 氯离子选择性电极的电极性能测试	/137
实训 3 自来水中氟含量的测定(标准曲线法和连续标准加入法)	/139
实训 4 CuSO_4 电解液中 Cl^- 的电位滴定	/144
实训 5 电位滴定法测定弱酸的解离常数	/146
实训 6 非水电位滴定法测定药物中有机碱的含量	/148
实训 7 注射用青霉素钠的鉴别和含量测定	/150
实训 8 水电导率的测定	/152
实训 9 电导滴定法测定醋酸的解离常数 K_a	/154
模块七 常用分析仪器的使用方法	/156
任务 1 分析天平的使用	/156
任务 2 酸度计的使用	/159
任务 3 分光光度计的使用	/161
任务 4 磁力搅拌器的使用	/162
任务 5 离心分离机的使用	/163
任务 6 阿贝折射仪的使用	/164
任务 7 电导率仪的使用	/166
附录	/168
附录 A 弱酸、弱碱在水中的电离常数	/168
附录 B 常用酸、碱溶液的配制	/169
附录 C 常用酸、碱、盐溶液的活度系数	/169
附录 D 常用基准物质的干燥条件和应用	/171
附录 E 常用指示剂	/172
附录 F pH 基准试剂	/175
附录 G 配位滴定常用的缓冲溶液	/176
附录 H 标准电极电位	/177
附录 I 难溶化合物的溶度积常数	/180
附录 J 常用干燥剂	/184
附录 K 无机分析中常用标准溶液	/184
附录 L 有机分析中常用标准溶液	/185
附录 M 常见化合物的相对分子质量表	/186
附录 N 常用相对原子质量表	/187
主要参考文献	/189

模块一

分析化学基本知识训练



任务1 分析化学实训常识

一、分析化学实训课的基本要求

实训过程是学生手脑并用的实践过程,为充分利用课程的有效时间,提高课堂的学习效率,提出以下要求。

(1) 做好实训预习,课前认真阅读教材和有关资料。理解实训的教学目的和要求,领会实训原理,了解实训步骤和注意事项,拟定实训计划。实训前可以先写好实训报告的部分内容,列好表格,查好有关数据,以便实训时及时、准确地记录和进行数据处理,否则不能进入实训室做实训。

(2) 实训过程要严格按照操作规范进行,保持安静和遵守秩序,思想集中,操作认真,仔细观察实训现象,并及时做好详细记录,要善于思考,学会运用所学知识解释实训现象,研究实训中的问题。不得擅自离开,要安排好时间,按时结束。实训结束后,预习报告须经老师签字,经老师允许后方可离开。

(3) 保持实训室整洁,实训时做到桌面、地面、水槽、仪器四净,废弃的固体和滤纸等应丢入废物缸内,绝不能丢入水槽或下水道,以免堵塞。实训完毕后把实训台整理干净,关闭所用水、电开关,公用仪器及试剂用后及时归还原处。节约水电及消耗性试剂,严格控制试剂用量。

(4) 依据实训要求,如实而有条理地记录实训现象和所得数据。

(5) 实训后要分析讨论实训结果好坏的原因,及时总结经验教训,不断提高实训能力。要认真书写实训报告,实训报告的字迹要工整,图表要清晰,按时交老师批阅。实训及报告不符合要求者,必须重做实训。

(6) 轮流值日。值日生的职责为整理公用仪器,打扫实训室,清倒废物缸,并协助实训室管理人员检查和关好水、电开关及门窗。

(7) 遵守实训室各项规章制度。有良好的实训室工作道德,爱护集体、关心他人。

二、分析化学实训室安全规则

在实训中,会经常使用有腐蚀性、有毒、易燃、易爆的各类试剂及各种电器设备及煤气



等。为保证师生的人身安全和实训操作的正常进行,必须了解和遵守以下实训室安全规则。

(1) 实训室内严禁饮食、吸烟。严禁任何试剂入口或接触伤口,不能用玻璃仪器代替餐具。所有试剂、样品均应有标签,绝不可在容器内装与标签不相符的物质。

(2) 实训室应保持洁净、整齐。废纸、废屑和碎玻璃片、火柴杆等废物应投入垃圾箱内,废酸和废碱应小心倒入(不能同时倒入)废液缸内,不应倒入水槽中,以免腐蚀下水道。洒落在实训台上的试剂要随时清理干净。

(3) 稀释浓硫酸,必须在烧杯等耐热容器中进行,且只能将硫酸在不断搅拌下缓缓注入水中,温度过高时应冷却降温后再继续加入。配制氢氧化钠、氢氧化钾等浓溶液时,必须在耐热容器中溶解。如需将硫酸中和,则必须各自先行稀释再中和。

(4) 使用浓硝酸、浓硫酸、浓盐酸、浓高氯酸、浓氨水,或有 HCN 、 NO_2 、 H_2S 、 SO_3 、 Br_2 、 NH_3 等有毒、有腐蚀性气体时,必须在通风橱中进行。如有不注意都有可能引起中毒。

(5) 决不允许任意混合各种化学试剂,以免发生事故。使用氰化物、砷化物、汞盐等剧毒物质时要采取防护措施。实训残余的毒物应采取适当的方法处理,切勿随意丢弃或倒入水槽中。装过有毒、强腐蚀性、易燃、易爆物质的器皿,应由操作者亲自洗净。

(6) 极易蒸发和易燃的有机溶剂如乙醚、乙醇、丙酮、苯等,使用时必须远离明火,用后要立即塞紧瓶塞,放入阴凉处。用过的试剂应倒入回收瓶中,不要倒入水槽中。

(7) 将玻璃棒、玻璃管、温度计插入或拔出胶塞、胶管时应垫有布,切不可强行插入或拔出。

(8) 易燃溶剂加热应采取水浴或沙浴,并避免明火。灼烧的物品不能直接放置在实训台上,各种电加热器及其他温度较高的加热器都应放在石棉网上。

(9) 实训室内不得有裸露的电线头,不要用电线直接插入电源接通电灯、仪器等。以免引起电火花而导致爆炸和火灾等事故。

(10) 实训进行时,不得擅自离开岗位。水、电、煤气、酒精灯等一经使用完毕,立即关闭。实训结束后要洗手,离开实训室时要认真检查水、电、煤气及门、窗是否已关好。

三、常用危险品及使用规则

1. 危险品分类

根据危险品的性质,常用的一些化学试剂可大致分为易爆、易燃和有毒三大类。

1) 易爆化学试剂

H_2 、 C_2H_2 、 CS_2 和乙醚及汽油的蒸气与空气或 O_2 混合,皆可因火花导致爆炸。

单独可爆炸的:硝酸铵、雷酸铵、三硝基甲苯、硝化纤维、苦味酸等。

混合发生爆炸的: $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 加浓 HNO_3 、 KMnO_4 加甘油、 KMnO_4 加 S 、 HNO_3 加 Mg 和 HI 、 NH_4NO_3 加锌粉和水滴、硝基盐加 SnCl_2 、过氧化氢加铝和水、硫加氧化汞、钠或钾与水等。

氧化剂与有机物接触,极易引起爆炸,故在使用 HNO_3 、 HClO_4 、 H_2O_2 等时必须注意。

2) 易燃化学试剂

可燃气体： NH_3 、 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{NH}_2$ 、 Cl_2 、 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{Cl}$ 、 C_2H_2 、 H_2 、 H_2S 、 CH_4 、 CH_3Cl 、 SO_2 和煤气等。

易燃液体：丙酮、乙醚、汽油、环氧丙烷、环氧乙烷、甲醇、乙醇、吡啶、甲苯、二甲苯、正丙烷、异丙醇、二氯乙烯、丙酸乙酯、煤油、松节油等。

易燃固体：无机类如红磷、硫黄、 P_2S_5 、镁粉和铅粉；有机物类及硝化纤维等；自燃物质如白磷。

遇水燃烧的：钾、钠、 CaC_2 等。

3) 有毒化学试剂

有毒气体： Br_2 、 Cl_2 、 F_2 、 HBr 、 HCl 、 HF 、 SO_2 、 H_2S 、 COCl_2 、 NH_3 、 NO_2 、 PH_3 、 HCN 、 CO 、 O_3 、 BF_3 等，具有窒息性或刺激性。

强酸、强碱均会刺激皮肤，有腐蚀作用，会造成化学烧伤。

高毒性固体：无机氰化物， As_2O_3 等砷化物， HgCl_2 等可溶性汞化物，铊盐，Se及其化合物和 V_2O_5 等。

有毒的有机物：苯、甲醇、 CS_2 等有机溶剂，芳香硝基化合物，苯酚、硫酸二甲酯、苯胺及其衍生物等。

已知的危险致癌物质：联苯胺及其衍生物，*N*-四甲基-*N*-亚硝基苯胺、*N*-亚硝基二甲胺、*N*-甲基-*N*-亚硝基脒、*N*-亚硝基氢化吡啶等 *N*-亚硝基化合物，双(氯甲基)醚、氯甲基甲醚、碘甲烷、 β -羟基丙酸丙酯等烷基化试剂，稠环芳烃，硫代乙酰胺硫脲等含硫有机化合物，石棉粉尘等。

具有长期积累效应的毒物：苯、铅化合物，特别是有机铅化合物，汞、二价汞盐和液态有机汞化合物等。

2. 易燃易爆和腐蚀性试剂的使用规则

(1) 对于性质不明的化学试剂严禁任意混合，以免发生意外事故。

(2) 产生有毒和有刺激性气体的实训，应在有通风设备的地方进行。

(3) 可燃性试剂均不能用明火加热，必须用水浴、沙浴、油浴或电热套。钾、钠和白磷等暴露在空气中易燃烧，所以钾、钠应保存在煤油中，白磷则可保存在水中，取用时用镊子。

(4) 使用浓酸、浓碱、溴、洗液等具有强腐蚀性的试剂时，切勿溅在皮肤和衣服上，以免灼伤。废酸应倒入废液缸，但不能同时往废液缸中倒碱液，以免酸碱中和放出大量的热而发生危险。浓氨水具有强烈的刺激性，一旦吸入较多氨气，可能导致头晕或昏倒，而氨水溅入眼中，严重时可能造成失明，所以，在热天取用浓氨水时，最好先用冷水浸泡氨水瓶使其降温后再开盖取用。

(5) 对某些强氧化剂(如 KClO_3 、 KNO_3 、 KMnO_4 等)或其混合物，不能研磨，否则将引起爆炸。银氨溶液不能留存，因其久置后会变成 Ag_3N 而容易发生爆炸。

3. 有毒、有害试剂的使用规则

(1) 剧毒试剂(如铅盐、砷的化合物、汞的化合物、氰化物和 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 等)不得进入口



内或接触伤口,也不能随便倒入下水道。

(2) 金属汞易挥发,并通过呼吸道进入人体内,会逐渐积累而造成慢性中毒,所以取用时特别小心,不得把汞洒落在桌面或地上,一旦洒落必须尽可能收集起来,并用硫黄粉盖在洒落汞的地方,使其转化为不挥发的 HgS ,然后清除掉。

(3) 制备和使用具有刺激性、恶臭和有害的气体(如 H_2S 、 Cl_2 、 COCl_2 、 CO 、 SO_2 、 Br_2 等)及加热蒸发浓 HCl 、 HNO_3 、 H_2SO_4 等溶液时,应在通风橱内进行。

(4) 对一些有机溶剂,如苯、甲醇、硫酸二甲酯等,使用时应特别注意,因这些有机溶剂均为脂溶性液体,不仅对皮肤及黏膜有刺激性作用,而且对神经系统也有损害。生物碱大多具有强烈毒性,皮肤亦可吸收,少量即可导致中毒甚至死亡。因此,使用这些试剂时,均需穿上工作服、戴手套和口罩。

(5) 必须了解哪些化学试剂具有致癌作用,取用时应特别注意,以免侵入体内。

四、分析化学实训室意外事故处理

1. 意外事故的预防

1) 防火

在操作易燃溶剂时,应远离火源,切勿将易燃溶剂放在敞口容器内用明火加热或放在密闭容器中加热,切勿将其倒入废液缸,更不能用敞口容器存放易燃液体,倾倒时应远离火源,最好在通风橱内进行;在用易燃物质进行实训时,应远离酒精等易燃物质;蒸馏易燃物质时,装置不能漏气,接收器支管应与橡皮管相连,使余气通往水槽或室外;回流或蒸馏液体时应放沸石,不要用火直接加热烧瓶,而应根据液体沸点高低使用石棉网、油浴、沙浴或水浴,冷凝水要保持畅通;油浴加热时,应绝对避免水溅入热油中;酒精灯用完应盖上盖子,避免使用灯颈已破损的酒精灯,切忌斜持一只酒精灯到另一只酒精灯上点火。

2) 爆炸的预防

蒸馏装置必须安装正确。常压操作切勿使用密闭体系,减压操作用圆底烧瓶或吸滤瓶作接收器,不可用锥形瓶,否则可能发生爆炸;使用易燃易爆气体如氢气、乙炔等要保证通风,严禁明火,并应阻止一切火星的产生;有机溶剂如乙醚和汽油等的蒸气与空气相混合时极危险,可能由热的表面或火花而引起爆炸,应特别注意;使用乙醚时应检查有无过氧化物存在,如有则立即用 FeSO_4 除去后再使用;对于易爆炸的固体,或遇氧化剂会发生猛烈爆炸或燃烧的化合物,或可能生成有危险的化合物的实训,都应事先了解其性质、特点及注意事项,操作时应特别小心;开启有挥发性液体的试剂瓶应先充分冷却,开启时瓶口必须指向无人处,以免由于液体喷溅而导致伤害,当瓶塞不易开启时,必须注意瓶内物质的性质,切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞。

3) 中毒的预防

对有毒试剂应小心操作,妥善保管,不能乱放;有些有毒物质会渗入皮肤,因此,使用这些有毒物质时必须戴上手套,穿上工作服,操作后应立即洗手,切勿让有毒试剂沾及五官和伤口;反应过程中有毒有害或有腐蚀性气体产生时,应在通风橱内进行,实训中

不要把头伸入通风橱内,使用后的器皿要及时清洗。

4) 触电的预防

实训中使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿的手或手握湿的物体接触电插头,装置和设备的金属外壳等应连接地线,实训后应切断电源,再将电器连接总电源的插头拔下。

2. 意外事故的处理

(1) 起火。起火时,要立即一面灭火,一面防止火势蔓延(如切断电源,移去易燃试剂等措施)。灭火要针对起因选用合适的方法:一般的小火可用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物;火势大用泡沫灭火器;电器失火切勿用水泼救,以免触电;若衣服着火,切勿惊慌乱跑,应赶紧脱下衣服,或用石棉布覆盖着火处,或就地卧倒打滚,或迅速用大量水扑灭。

(2) 割伤。伤处不能用手抚摸,也不能用水洗涤。应先取出伤口的玻璃碎片或固体物,用 3% H_2O_2 溶液洗后涂上碘酒,再用绷带扎上。大伤口则应先按紧主血管以防大量出血,急送医院。

(3) 烫伤。不要用水冲洗烫伤处,可涂抹甘油、万花油,或用蘸有酒精的棉花包扎伤处;烫伤较严重时,立即用蘸有饱和苦味酸或饱和 KMnO_4 溶液的棉花或纱布贴上,再送医院处理。

(4) 酸或碱灼伤。酸灼伤时,应立即用水冲洗,再用 3% NaHCO_3 溶液或肥皂水处理;碱灼伤时,水洗后用 1% HAc 溶液或饱和硼酸溶液洗。

(5) 酸或碱溅入眼内。酸溅入眼内时,立即用大量自来水冲洗眼睛,再用 3% NaHCO_3 溶液洗眼;碱液溅入时,先用自来水冲洗,再用 10% 硼酸溶液洗眼;最后均用蒸馏水将余酸或余碱洗净。

(6) 皮肤被溴或苯酚灼伤应用大量有机溶剂如酒精或汽油洗去,最后在受伤处涂抹甘油。

(7) 吸入刺激性或有毒的气体如 Cl_2 或 HCl 时可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气使之解毒;吸入 H_2S 或 CO 气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。应注意, Cl_2 或 Br_2 中毒时不可进行人工呼吸, CO 中毒时不可使用兴奋剂。

(8) 毒物进入口内时应把 5~10 mL 5% CuSO_4 溶液加到一杯温水中,内服后,把手伸入咽喉部,促使呕吐,吐出毒物,然后送医院。

(9) 触电时首先切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。

五、分析化学实训的常用试剂和水

1. 常用化学试剂

1) 试剂分类

化学试剂种类繁多,分析化学实训中常用的有一般试剂、基准试剂和专用试剂。一般试剂是实训室中最普遍使用的试剂,以其所含杂质的多少可划分为优级纯、分析纯、化学纯、实验或工业试剂、生物染色剂等,其规格和适用范围等见表 1-1-1。



表 1-1-1 一般试剂的规格和适用范围

试剂规格	符号	适用范围	标签颜色
优级纯	G. R.	精密分析实训或科学研究工作	绿色
分析纯	A. R.	一般分析实训或科学研究工作	红色
化学纯	C. P.	一般化学实训	蓝色
实验或工业试剂	L. R.	一般化学实训辅助试剂	棕色或其他颜色
生物染色剂	B. R.	生物化学及医用化学实训	咖啡色

分析化学实训中的基准试剂(又称标准试剂)常用于配制标准溶液。基准试剂的特点是主体含量高而且准确可靠。我国规定容量分析的第一基准和容量分析工作基准其主体含量分别为 $100\% \pm 0.02\%$ 和 $100\% \pm 0.05\%$ 。

专用试剂是指具有专门用途的试剂。例如色谱分析基准试剂、核磁共振分析试剂、光谱纯试剂等。专用试剂主体含量较高,杂质含量低。但不能作为分析化学中的基准试剂。

2) 试剂的使用和保存

要根据分析对象的组成、含量,对分析结果准确度的要求和分析方法的灵敏度、选择性,合理地选择相应的试剂。分析化学实训通常使用分析纯试剂,标准溶液的配制和标定需用基准试剂;仪器分析实训一般使用优级纯、分析纯或专用试剂。

固体试剂用洁净、干燥的小勺取用,液体试剂用洁净、干燥的滴管或移液管移取,多取的试剂不能倒回原瓶中。取用强碱性试剂后小勺应立即洗净,以免腐蚀。取用试剂后应立即将原试剂瓶盖好,防止污染、变质、吸水或挥发。

氧化剂、还原剂必须密闭,避光保存。易挥发的试剂应低温保存,易燃、易爆试剂要储存在避光、阴凉通风的地方,必须有安全措施。剧毒试剂必须专门妥善保管。所有试剂瓶上应保持标签完好。

2. 分析用水

纯水是分析化学实训中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。根据实训的任务和要求不同,对水的纯度要求也不同。一般的分析化学实训采用蒸馏水或去离子水即可,而对于超纯物质的分析,则要用高纯水。

纯水的质量指标是电导率。我国将分析化学实训用水分为三级。一、二、三级水的电导率分别小于或等于 $0.01 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 、 $0.10 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 、 $0.50 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 。分析化学实训常用三级水(一般蒸馏水或去离子水),仪器分析实训多用二级水(多次蒸馏水或离子交换水)。本书所指“水”均指符合上述各自要求的水。纯水在储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。一级水必须临用前制备,不宜存放。

六、分析化学实训室废弃物的环保处理

(1) 分析化学实训室中经常有大量的废酸液,废液缸(桶)中废液可先用耐酸塑料网纱或玻璃纤维过滤,浊液加碱中和,调至 pH 值为 6~8 后就可排出,少量滤渣可埋于地下。

(2) 对于回收的较多的废铬酸洗液,可以用高锰酸钾氧化法使其再生,还可使用;少

量的废液可加入废碱液或石灰使其生成 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀,将沉淀埋于地下即可。

(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 NaOH 调至 $\text{pH}=10$ 以上,再加入几克高锰酸钾使 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 $\text{pH}=10$ 以上,再加入次氯酸钠,使 CN^- 氧化成氰酸盐,并进一步分解为 CO_2 和 N_2 。

(4) 含汞盐废液应先调至 pH 值为 $8\sim 10$ 后加适当过量的 Na_2S ,使生成 HgS 沉淀,并加 FeSO_4 与过量 S^{2-} 生成 FeS 沉淀,从而吸附 HgS 共沉淀下来,静置后分离,再离心,最后过滤;清液含汞量降到 $0.02 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 以下可排放;少量残渣可埋于地下,大量残渣可用焙烧法回收汞,但注意一定要在通风橱内进行。

(5) 含重金属离子的废液,最有效和最经济的方法是加碱或加 Na_2S 把重金属离子变成难溶性的氢氧化物或硫化物而沉积下来,再过滤分离,少量残渣可埋于地下。



任务2 实训数据记录与结果处理

一、有效数字

分析工作中实际能测量到的数字称为有效数字。任何测量数据,其数字位数必须与所用测量仪器及方法的精确度相当,不应任意增加或减少。在有效数字中只有一位不定值,例如一滴定管的读数为 32.47 ,百分位上的 7 是不准确的或可疑的,称为可疑数字,因为刻度只分到十分位,百分位上的数字为估计值。而其前边各位所代表的数量,均为准确知道的,称为可靠数字。关于数字 0 ,它可以是有效数字,也可以不是有效数字。“ 0 ”在数字之前起定位作用,不属于有效数字;在数字之间或之后属于有效数字。不是测量所得的自然数视为无限多位的有效数字。

如: $0.001\ 435$ 为四位有效数字, 10.05 、 $1.201\ 0$ 分别为四位和五位有效数字。乘方指数不论数字大小,均不属于有效数字,如 6.02×10^{23} 为三位有效数字。对数值(pH 、 pOH 、 pM 、 pK_a 、 pK_b 、 $\lg K_f$ 等)有效数字的位数取决于小数部分的位数,如 $\text{pH}=4.75$ 为两位有效数字, $\text{pK}_a=12.068$ 为三位有效数字。

在计算过程中有效数字的适当保留也很重要。下列规则是一些常用的基本法则。

(1) 记录测量数值时,只保留一位可疑数字。

(2) 当有效数字位数确定后,其余数字应一律舍弃。舍弃办法:采取“四舍六入五留双”的规则。即,当尾数 ≤ 4 时舍弃;当尾数 ≥ 6 时进位;当尾数 $= 5$ 时,如果前一位为奇数,则进位,如果前一位为偶数,则舍弃。例如: $27.024\ 9$ 取四位有效数字时,结果为 27.02 ,取五位有效数字时,结果为 27.025 。又例如: $7.103\ 5$ 和 $7.102\ 5$ 取四位有效数字时,则分别为 7.104 与 7.102 。

(3) 几个数据相加或相减时,它们的和或差的有效数字的保留,应该以小数点后位数最少(即绝对误差最大)的数字为准。例如:

$$0.012\ 1 + 25.64 + 1.057\ 82 = 0.01 + 25.64 + 1.06 = 26.71$$



(4) 在乘、除法中,有效数字的保留,应该以有效数字位数最少(即相对误差最大)的数字为准。例如:

$$0.012\ 1 \times 25.64 \times 1.057\ 82 = 0.012\ 1 \times 25.6 \times 1.06 = 0.328$$

(5) 在对数计算中,所取对数的位数应与真数的有效数字位数相等。

(6) 在所有计算式中的常数,如 $\sqrt{2}$ 、 $1/2$ 、 π 等非测量所得的数据,可以视为有无限多位有效数字。其他如相对原子质量等基本数量,如需要的有效数字位数少于公布的数值,可以根据需要保留。

(7) 误差和偏差一般只取一位有效数字,最多取两位有效数字。

二、准确度和精密度

1. 准确度与误差

测定值与真实值之间的接近程度称为准确度,可用误差表示,误差越小,准确度越高。误差又分为绝对误差和相对误差。

① 绝对误差。实训测得的数值 x 与真实值 T 之间的差值称为绝对误差 E 。即

$$E = x - T$$

② 相对误差。相对误差是指绝对误差占真实值的百分比。即

$$E_r = \frac{E}{T} \times 100\%$$

对多次测定结果则采用平均绝对误差和平均相对误差。平均绝对误差即为测定结果平均值与真实值之差,平均绝对误差占真实值之百分比即为平均相对误差。

$$\bar{E} = \bar{x} - T$$

$$\bar{E}_r = \frac{\bar{E}}{T} \times 100\%$$

2. 精密度与偏差

对同一样品多次平行测定结果之间的符合程度称为精密度,用偏差表示。偏差越小,说明测定结果精密度越高。偏差有多种表示方法。

① 绝对偏差和相对偏差。由于真实值往往不知道,因而只能用多次分析结果的平均值代表分析结果(即以平均值为“标准”),这样计算出来的误差称为偏差。偏差也分为绝对偏差及相对偏差。

绝对偏差是指某一次测量值与平均值的差异。即

$$d_i = x_i - \bar{x}$$

相对偏差是指某一次测量的绝对偏差占平均值的百分比。即

$$d_r = \frac{d_i}{\bar{x}} \times 100\%$$

② 平均偏差。为表示多次测量的总体偏离程度,可以用平均偏差($\bar{d}$),它是指各次偏差的绝对值的平均值。

$$\bar{d} = \frac{|d_1| + |d_2| + |d_3| + \cdots + |d_n|}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n |d_i|}{n}$$

平均偏差没有正负号。平均偏差占平均值的百分数称为相对平均偏差($\bar{d}_r$)。即

$$\bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\%$$

③ 标准偏差和相对标准偏差。在分析工作中,用标准偏差表示精密度是较好的方法。当测定次数有限时($n < 20$),标准偏差常用下式表示:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n d_i^2}{n-1}}$$

用标准偏差表示精密度比平均偏差好,能更清楚地说明数据的分散程度。

相对标准偏差也称为变异系数,是标准偏差占平均值的百分数。

$$S_r = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\%$$

3. 提高分析结果准确度的方法

准确度与精密度有着密切的关系。准确度表示测量的准确性,精密度表示测量的重现性。在评价分析结果时,只有精密度和准确度都好的方法才可取。在同一条件下,对样品多次平行测定中,精密度高只表明偶然误差小,不能排除系统误差存在的可能性,即精密度高,准确度不一定高。只有在消除或减小系统误差的前提下,才能以精密度的高低来衡量准确度的高低。如精密度差,实训的重现性低,则该实训方法是不可信的,也就谈不上准确度高。

为了获得准确的分析结果,必须减少分析过程中的误差。

1) 选择适当的分析方法

不同的分析方法有不同的准确度和灵敏度。对常量成分(含量在1%以上)的测定,可用灵敏度不太高,但准确度高(相对平均偏差小于0.2%)的重量分析法或滴定分析法;对微量成分(含量在0.01%~1%之间)或痕量组分(含量在0.01%以下)的测定,则应选用灵敏度较高的仪器分析法。如常用的分光光度法检测下限可达0.000 01%~0.000 1%,但分光光度法分析结果的相对平均偏差一般在2%~5%,准确度不高。因此,必须根据所要分析的样品情况及对分析结果的要求,选择适当的分析方法。

2) 减少测量误差

为了提高分析结果的准确度,必须尽量减小各测量步骤的误差。如滴定管的读数有 ± 0.01 mL误差,一次滴定必须读两次数据,可能造成的最大误差是 ± 0.02 mL。为使滴定的相对误差小于0.1%,消耗滴定液的体积必须在20 mL以上。又如用分析天平称量,称量误差为 $\pm 0.000 1$ g,每称量一个样品必须进行两次称量,可能造成的最大误差是 $\pm 0.000 2$ g,为使称量的相对误差小于0.1%,每一个样品必须称取0.2 g以上。

3) 减少偶然误差

在消除或减小系统误差的前提下,通过增加平行测定的次数,可以减小偶然误差。一般要求平行测定3~5次,取算术平均值,便可以得到较准确的分析结果。

4) 消除系统误差

检验和消除系统误差对提高准确度非常重要,主要方法如下。