

分析化学实验

郭明星 于 颖 主编



大连海事大学出版社

分析化学实验

郭明星 于 颖 主编

大连海事大学出版社

0652.1

41

© 郭明星 于 颖 2014

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验 / 郭明星, 于 颖主编. — 大连 : 大连海事大学出版社, 2014. 6
ISBN 978-7-5632-3017-4

I. ①分… II. ①郭… ②于… III. ①分析化学—化学实验—高等学校—教材
IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 110984 号

大连海事大学出版社出版

地址:大连市凌海路 1 号 邮编:116026 电话:0411-84728394 传真:0411-84727996

<http://www.dmupress.com> E-mail: cbs@dmupress.com

大连住友彩色印刷有限公司印装 大连海事大学出版社发行

2014 年 6 月第 1 版 2014 年 6 月第 1 次印刷

幅面尺寸:185 mm × 260 mm 印张:6.5

字数:158 千 印数:1 ~ 500 册

出版人:徐华东

责任编辑:董玉洁 责任校对:华云鹏

封面设计:王 艳 版式设计:解瑶瑶

ISBN 978-7-5632-3017-4 定价:15.00 元

前 言

本书的编写目的是为普通高等院校的化学、化工、环境科学与工程等学科及相关专业的学生提供一本实用性较强、以化学定量分析实验为主的实验教材。本书的编写宗旨是要求学生掌握常量组分的定量分析的基本理论、分析方法和操作技能,建立并加强“量”的概念,正确地使用相关仪器设备,正确地记录和处理实验数据,准确地表达实验结果及结论,养成严谨、实事求是的科学研究态度,提高学生综合运用知识技能、合理分析问题并能独立解决问题的能力。

编者结合多年的分析化学教学经验,借鉴并汲取前人的成果,编写了这本《分析化学实验》教材,主要精选了一些基础实验和应用实验。基础实验主要是理论验证性实验,注重学生在基础知识和常量分析方面的基本技能训练;应用实验则是将分析理论应用到实际样品的实验,注重学生灵活运用已经掌握的分析方法及独立动手能力的培养。

本书包括定量分析实验 25 个。可供教师和学生根据实验室实际条件和专业要求不同选择使用。

参加本书编写的有:郭明星(第一、二章,第三章中的实验三至实验二十五等 23 个实验内容及附录),于颖(第三章中的实验一、二等 2 个实验内容)。全书由郭明星整理定稿。

由于编者水平有限,恳请采用本书的教师和学生就书中错误和不足之处提出批评和建议。

编 者

2014 年 3 月

目 录

第一章 分析化学实验基本知识	1
第一节 分析化学实验的要求	1
第二节 实验数据记录、处理及实验报告的撰写	2
第三节 分析化学实验的一般知识	4
第二章 分析化学实验的基本操作技术	14
第一节 分析天平	14
第二节 滴定分析的仪器和基本操作	16
第三节 固液分离基本操作	19
第三章 分析化学基础性实验	23
实验一 电子天平的称量练习	23
实验二 容量器皿的校准	27
实验三 滴定分析基本操作练习及酸碱标准溶液配制	32
实验四 酸碱溶液的浓度比较	35
实验五 碱标准溶液的标定	37
实验六 铵盐中氮含量的测定	39
实验七 氯化物中氯含量的测定	42
实验八 水的硬度测定	45
实验九 碘量法测定葡萄糖的含量	47
实验十 程序升温气相色谱法	49
实验十一 紫外—可见分光光度法测定甲基橙浓度	51
实验十二 工业纯碱总碱度的测定	53
实验十三 铋、铅含量的连续滴定	55
实验十四 石灰石或白云石中钙、镁的测定	57
实验十五 溴酸钾法测定苯酚	59
实验十六 铁矿中全铁含量的测定	61
实验十七 可溶性硫酸盐中硫的测定	63
实验十八 邻二氮菲吸光光度法测定铁(条件试验和试样中铁含量的测定)	65
实验十九 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的标定	68
实验二十 间接碘量法测定铜盐中的铜	70
实验二十一 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	72
实验二十二 高锰酸钾法测定过氧化氢的含量	74
实验二十三 EDTA 标准溶液的配制与标定	75
实验二十四 水样中化学需氧量(COD)的测定	78

实验二十五 食品中 NO_2^- 含量测定	83
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)	85
附录 2 常用化合物的相对分子质量表	86
附录 3 常用指示剂	89
附录 4 常用酸碱试剂的密度、含量和近似浓度	91
附录 5 滴定分析中常用的工作基准试剂	92
附录 6 pH 基准试剂	93
附录 7 滤纸的规格	94
附录 8 常用干燥剂	95
参考文献	96

第一章 分析化学实验基本知识

第一节 分析化学实验的要求

分析化学实验是与分析化学理论紧密结合的一门独立的实验课程。学生通过本课程的学习,可以加深对分析化学基础理论和基本知识的理解,掌握正确的分析技能和规范化的基本操作,充分运用所学的理论知识指导实验;培养手脑并用的能力和统筹安排的能力,在动手和动脑的过程中提高自己分析、观察和解决问题的能力,培养严谨细致的工作作风和实事求是的科学态度,树立严格的“量”的概念;通过综合设计性实验,培养综合能力,如信息、资料的收集与整理,数据的记录与分析,问题的提出与证明,观点的表达与讨论等。树立敢于质疑、勇于探究的意识,学习通过多种渠道获取相关化学知识,创造性地解决现实生活中的实际问题,并为后续课程和未来从事科学研究及实际工作打下良好的基础,从而在知识、能力和素养方面得到全面的训练和培养,将来尽快适应社会的需要。

为了使学生在知识、能力和素养三方面都得到提高,要求学生在分析化学实验课中必须做到以下几点:

(1)实验前认真预习,结合分析化学理论知识,领会实验原理,了解实验步骤和注意事项,探寻影响实验结果的关键环节,做到心中有数。实验前一定要做好预习笔记,画好必要的表格,充分利用本书附录,查好有关数据,以便在实验中快速、准确地记录实验数据、观察现象和进行数据处理。课前必须认真预习,未预习者不得进行实验。

(2)在进入实验室时,认真阅读实验室的各项规章制度。了解消防设施和安全通道的位置。树立环境保护意识,尽量降低化学物质(特别是有毒、有害物品)的消耗。

(3)做实验时,必须遵守实验室各项规章制度,注意保持室内安静,要严格按照规范进行操作,仔细观察实验现象,并及时做好记录。要善于思考,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。实验过程中要保持水池、实验台面和实验室地面的整洁。

(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、预先编好页码的实验记录本上。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,关好气、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。

学生实验成绩评定,应包括以下内容: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。特别需要强调的是实事求是的态度、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。

第二节 实验数据记录、处理及实验报告的撰写

一、实验数据记录

每个学生要有专用的实验记录本及实验报告本,自始至终要保证实验记录本及报告本的完整性,尤其不要随意撕页。在实验中所产生的数据均应记录在实验本上。本科生实验中,实验记录本可以和报告本共用。涉及重复性的实验时,实验记录本最好与实验报告本分开。

实验过程中,及时将发生现象、实验状态及各种测量数据准确地记录下来。记录实验数据时一定要严谨、实事求是,绝不能编造和伪造数据。

实验中测量数据时,要记录到所用仪器最小刻度的下一位(正确选择有效数字的位数)。

文字记录要整齐,简洁明了。数据记录最好用列表法,清晰,一目了然。如有数据错误的地方,不要乱涂、乱抹,用横线或斜划线将其划掉,在旁边写上正确数据。

通常在分析化学实验中做平行实验3次。实验结束后,仔细复核数据并告知指导教师后方可离开。

二、实验数据处理

常用的几种处理数据的表示法。

$$\text{算术平均值: } \bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

$$\text{绝对偏差: } d_i = x_i - \bar{x}$$

$$\text{相对偏差: } d_r = \frac{d_i}{\bar{x}}$$

$$\text{平均偏差: } \bar{d} = \frac{\sum_{i=1}^n |d_i|}{n}$$

$$\text{相对平均偏差: } \bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\%$$

$$\text{标准偏差: } s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n d_i^2}{n-1}}$$

$$\text{相对标准偏差: } RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\%$$

三、实验报告

实验结束后,在实验报告本上要认真及时地书写实验报告。通常一个化学实验报告主要包括以下内容:实验名称,实验原理,主要试剂和仪器,实验步骤,实验数据及处理,思考题及问题讨论等。

附:实验报告格式示例

分析化学实验报告

实验名称:铅铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续测定 成绩:_____

专业班级:_____ 姓名:_____ 学号:_____

实验日期:____年____月____日

同组者:_____ 气温:_____℃ 大气压:_____ kPa

一、实验目的

- (1) 了解用控制酸度的方法进行 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续滴定的原理。
- (2) 掌握合金试样的酸溶解技术。
- (3) 学会 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续滴定分析方法。

二、实验原理

Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 虽然均能与 EDTA 形成稳定的配合物,但其 $\lg K$ 值分别为 27.94 和 18.04,两者的稳定常数相差近 10 个数量级。因此,可以利用控制溶液酸度的方法来进行连续滴定。通常在 pH 为 1 时滴定 Bi^{3+} ,在 pH 为 5~6 时滴定 Pb^{2+} 。

以二甲酚橙(XO)为指示剂的水溶液在 pH > 6.3 时呈红色,pH < 6.3 时呈黄色;pH 在 1 附近时和 pH 为 5~6 时,二甲酚橙分别与 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 形成紫红色配合物。用 EDTA 滴定 Bi^{3+} 和 Pb^{2+} 至终点时,溶液由紫红色突变为亮黄色。

注意:如果实验涉及相关的方程式,在这里一定要写清楚。

三、实验仪器与试剂

1. 仪器

锥形瓶、移液管、滴定管。

2. 试剂

EDTA 标准溶液($0.020 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、 HNO_3 溶液($0.10 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、六亚甲基四胺溶液($200 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$)、 Bi^{3+} 和 Pb^{2+} 混合液(含 Bi^{3+} 、 Pb^{2+} 各约为 $0.010 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$,含 HNO_3 $0.15 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)、二甲酚橙水溶液($2 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$)。

四、实验步骤

用移液管移取 25.00 mL Bi^{3+} 和 Pb^{2+} 混合液于 250 mL 锥形瓶中,加入 12 mL $0.10 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{HNO}_3$ 溶液、2 滴二甲酚橙指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色变为亮黄色,即

为终点,记下 V_1 ; 然后加入 15 mL $200\text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 六亚甲基四胺溶液,溶液变为紫红色,用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由紫红色变为亮黄色,即为终点,记下 V_2 。平行测定 3 次。

根据滴定时所消耗的 EDTA 标准溶液的体积和 EDTA 标准溶液的浓度,计算混合液中 Bi^{3+} 和 Pb^{2+} 的含量(也可画成流程图)。

五、实验数据和结果分析

	1	2	3
$V_1(\text{EDTA})/\text{mL}$			
$\rho(\text{Bi}^{3+})/(\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$			
$\bar{\rho}(\text{Bi}^{3+})/(\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$			
相对平均偏差 $\bar{d}_{\text{rel}}/\%$			
$V_2(\text{EDTA})/\text{mL}$			
$\rho(\text{Pb}^{2+})/(\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$			
$\bar{\rho}(\text{Pb}^{2+})/(\text{g} \cdot \text{L}^{-1})$			
相对平均偏差 $\bar{d}_{\text{rel}}/\%$			

$$\rho(\text{Bi}^{3+}) = \frac{c(\text{EDTA}) \times V_1(\text{EDTA}) \times M(\text{Bi}^{3+})}{25.00} \tag{1}$$

$$\rho(\text{Pb}^{2+}) = \frac{c(\text{EDTA}) \times V_2(\text{EDTA}) \times M(\text{Pb}^{2+})}{25.00} \tag{2}$$

六、讨论和思考

讨论实验指导书中提出的思考题,写出心得与体会。(略)

第三节 分析化学实验的一般知识

一、玻璃器皿的洗涤与干燥

分析化学实验需要使用许多玻璃仪器,因而在实验前后均需要清洗玻璃仪器,否则会影响实验结果的准确性。通常要求洗涤后器皿内壁只附着一层均匀的水膜,不挂水珠。

1. 洗涤方法

洗涤化学实验用的玻璃器皿时,可用毛刷蘸水洗掉附着的尘土、可溶性物质及易脱落的不溶性物质,至内壁不挂水珠后,再用纯水(蒸馏水或去离子水)淋洗三次。如有油污,则去除方法略有不同,烧杯、锥形瓶、量筒和离心管等可用毛刷蘸去污粉或合成洗涤剂刷洗。对于滴定管、移液管、吸量管和容量瓶等具有精密刻度的玻璃量器,不宜用刷子刷洗,可以用合成洗涤剂浸泡一段时间。若仍不能洗净,可用铬酸洗液洗涤。洗涤时先尽量将水沥干,再倒入适量铬酸洗液洗涤,注意用完的洗液要倒回原瓶,切勿倒入水池。光学玻璃制成的比色皿可用热的合成

洗涤剂或盐酸—乙醇混合液浸泡内外壁数分钟(时间不宜过长)。

2. 常用的洗涤剂

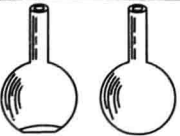
- (1) 合成洗涤剂(或去污粉)主要是洗衣粉、洗洁精等,适用于去除油污和某些有机物。
- (2) 有机溶剂洗涤液主要是丙酮、乙醚、苯、乙腈或 NaOH 的饱和乙醇溶液,用于洗去聚合物、油脂及其他有机物。
- (3) 盐酸—乙醇溶液是化学纯盐酸和乙醇(1:2)的混合溶液,用于洗涤被有色物污染的比色皿、容量瓶和移液管等。
- (4) 铬酸洗液是饱和 $K_2Cr_2O_7$ 的浓溶液,具有强氧化性,能除去无机物、油污和部分有机物。其配制方法是:称取 10 g $K_2Cr_2O_7$ (工业级即可)于烧杯中,加入约 20 mL 热水溶解后,在不断搅拌下,缓慢加入 200 mL 浓 H_2SO_4 冷却后,转入玻璃瓶中,备用。铬酸洗液可反复使用,其溶液呈暗红色,当溶液呈绿色时,表示已经失效,须重新配制。铬酸洗液腐蚀性很强,且对人体有害,使用时应特别注意安全,也不可将其倒入水池。

3. 干燥方法

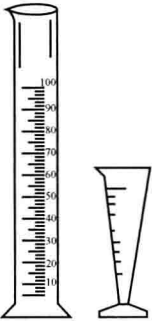
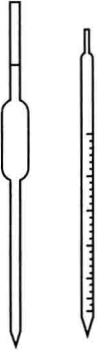
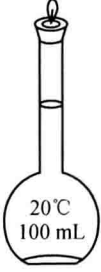
不急用的玻璃仪器在洗净后可倒置在实验柜内或仪器架上晾干。急用的仪器,可放在电烘箱内烘干,放进去之前应尽量把水倒尽;烧杯和蒸发皿可放在石棉网上用小火烤干,试管可直接用小火烤干。操作时,试管口向下,来回移动,烤到不见水珠时,使管口向上,以便赶尽水气;也可用电吹风把仪器吹干。带有刻度的计量仪器不能用加热的方法进行干燥,以免影响仪器的精密度,可用易挥发的有机溶剂(如酒精或酒精与丙酮体积比为 1:1 的混合液)荡洗后晾干。

二、常用玻璃仪器(见表 1.1)

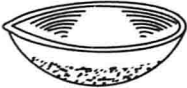
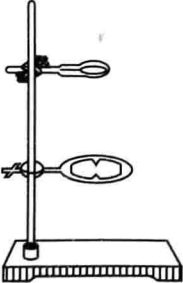
表 1.1 常用玻璃仪器表

仪器	主要用途	使用方法和注意事项
 试管	1. 盛少量试剂; 2. 作少量试剂反应的容器; 3. 制取和收集少量气体; 4. 检验气体产物,也可接到装置中用	1. 反应液体不超过试管容积的 1/2,加热时不要超过 1/3; 2. 加热前试管外面要擦干,加热时要用试管夹; 3. 加热后的试管不能骤冷,否则容易破裂; 4. 离心试管只能用水浴加热; 5. 加热固体时,管口应略向下倾斜,避免管口冷凝水回流
 烧杯	1. 常温或加热条件下作为大量物质反应的容器; 2. 配制溶液用; 3. 接收滤液或代替水槽用	1. 反应液体不超过容量的 2/3,以免搅动时液体溅出或沸腾时溢出; 2. 加热前要将烧杯外壁擦干,加热时烧杯底要垫石棉网,以免受热不均匀而破裂
 烧瓶	1. 圆底烧瓶可供试剂量较大的物质在常温或加热条件下反应,优点是受热面积大而且耐压; 2. 平底烧瓶可配制溶液或加热用,因平底放置平稳	1. 盛放液体的量不超过烧瓶容量的 2/3,也不能太少,避免加热时喷溅或破裂; 2. 固定在铁架台上,下垫石棉网再加热,不能直接加热,加热前外壁要擦干,避免受热不均而破裂; 3. 放在桌面上,下面要垫木环或石棉环,防止滚动

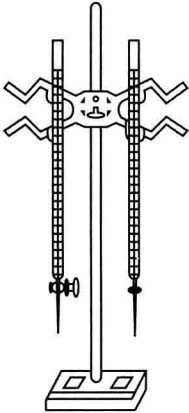
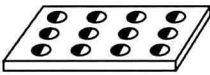
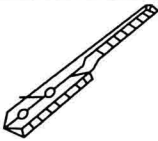
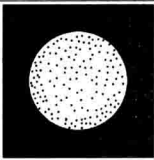
续表

仪器	主要用途	使用方法和注意事项
 滴瓶	盛放少量液体试剂或溶液,便于取用	1. 棕色瓶盛放见光易分解或不太稳定的物质,防止分解变质; 2. 滴管不能吸得太满,也不能倒置,防止试剂侵蚀橡皮胶头; 3. 滴管专用,不得弄乱、弄脏,以免污染试剂
 试剂瓶	1. 细口试剂瓶用于储存溶液和液体药品; 2. 广口试剂瓶用于存放固体试剂; 3. 两者可兼用于收集气体(但要用毛玻璃片盖住瓶口)	1. 不能直接加热,防止破裂; 2. 瓶塞不能弄脏、弄乱,防止沾污试剂; 3. 盛放碱液时应使用橡皮塞; 4. 不能作反应容器; 5. 不用时应洗净并在磨口塞与瓶颈间垫上纸条
 量筒量杯	用于粗略地量取一定体积的液体	1. 不可加热,不可作为实验容器(如溶解、稀释等),防止破裂; 2. 不可量取热溶液或热液体(在标明的温度范围内使用),否则容积不准确; 3. 应竖直放在桌面上,读数时,视线应和液面水平,读取与弯月面底相切的刻度,理由是读数准确
 吸量管	用于精确移取一定体积的液体	1. 取洁净的吸量管,用少量移取液淋洗 1~2 次,确保所取液体浓度或纯度不变; 2. 将液体吸入,液面超过刻度,再用食指按住管口,轻轻转动放气,使液面降至刻度后,用食指按住管口,移至指定容器中,放开食指,使液体沿容器壁自动流下,确保量取准确; 3. 未标明“吹”字的吸管,残留的最后一滴液体,不用吹出
 容量瓶	用于配制准确浓度的溶液	1. 溶质先在烧杯内全部溶解,然后移入容量瓶; 2. 不能加热,不能代替试剂瓶用来存放溶液,避免影响容量瓶容积的精确度; 3. 磨口瓶塞是配套的,不能互换

续表

仪器	主要用途	使用方法和注意事项
 漏斗	1. 过滤液体; 2. 倾注液体; 3. 长颈漏斗常用于装配气体发生器时加液体	1. 不可直接加热,防止破裂; 2. 过滤时,滤纸角对漏斗角;滤纸边缘低于漏斗边缘,液体液面低于滤纸边缘;杯靠棒,棒靠滤纸,漏斗颈尖端必须紧靠承接滤液的容器内壁(即一角、二低、三紧靠)。防止滤液溅失(出); 3. 用长颈漏斗加液时漏斗颈应插入液面内,防止气体自漏斗泄出
 分液漏斗	1. 用于互不相溶的液-液分离; 2. 用于气体发生装置中加液	1. 不能加热,防止玻璃破裂; 2. 在塞上涂一层凡士林油,旋塞处不能漏液,且旋转灵活; 3. 分液时,下层液体从漏斗管流出,上层液体从上口倒出,防止分离不清; 4. 作气体发生器时漏斗颈应插入液面内,防止气体自漏斗管喷出
 蒸发皿	1. 用于溶液的蒸发、浓缩; 2. 焙干物质	1. 盛液量不得超过容积的 $\frac{2}{3}$; 2. 直接加热,耐高温但不宜骤冷; 3. 加热过程中应不断搅拌以促使溶剂蒸发,口大底浅易于蒸发; 4. 临近蒸干时,降低温度或停止加热,利用余热蒸干
 表面皿	1. 盖在烧杯或蒸发皿上; 2. 作点滴反应器皿或气室用; 3. 盛放干净物品	1. 不能直接用火加热,防止破裂; 2. 不能当蒸发皿使用
 酒精灯	1. 常用热源之一; 2. 进行焰色反应	1. 使用前应检查灯芯和酒精量(不少于容积的 $\frac{1}{5}$,不超过容积的 $\frac{2}{3}$); 2. 用火柴点火,禁止用燃着的酒精灯去点燃另一盏酒精灯; 3. 不用时应立即用灯帽盖灭,轻提后再盖紧,防止下次打不开及酒精挥发
 铁架台	1. 固定或放置反应容器; 2. 铁圈可代替漏斗架用于过滤	1. 先调节好铁圈、铁夹的距离和高度,注意重心,防止站立不稳; 2. 用铁夹夹持仪器时,应以仪器不能转动为宜,不能过紧、过松,过紧夹破,过松脱落; 3. 加热后的铁圈不能撞击或摔落在地上,避免断裂

续表

仪器	主要用途	使用方法和注意事项
 试管刷	洗涤试管等玻璃仪器	1. 小心试管刷顶部的铁丝撞破试管底； 2. 洗涤时手持刷子的部位要合适,要注意毛刷顶部竖毛的完整程度,避免洗不到仪器顶端或因刷顶部撞破仪器； 3. 不同的玻璃仪器要选择对应的试管刷
 滴定管	用于滴定,或用于量取较准确测量溶液的体积	1. 酸的滴定用酸式滴定管,碱的滴定用碱式滴定管,不可对调混用,因为酸液腐蚀橡皮,碱液腐蚀玻璃； 2. 使用前应检查旋塞是否漏液,转动是否灵活,酸式滴定管旋塞应擦凡士林油,碱式滴定管下端橡皮管不能用洗液洗,因为洗液腐蚀橡皮； 3. 用酸式滴定管滴定时,用左手开启旋塞,防止拉出或喷漏。用碱式滴定管滴定时,用左手捏橡皮管内玻璃珠,溶液即可放出,在使用碱式滴定管时,要注意赶尽气泡,这样读数才准确
 点滴板	用于产生颜色或生成有色沉淀的点滴反应	1. 常用白色点滴板； 2. 有白色沉淀的用黑色点滴板； 3. 试剂常用量为 1~2 滴
 研钵	1. 研碎固体物质； 2. 混匀固体物质； 3. 按固体的性质和硬度选用不同的研钵	1. 不能加热或作反应容器用； 2. 不能将易爆物质混合研磨,防止爆炸； 3. 盛固体物质的量不宜超过研钵容积的 1/3,避免物质甩出； 4. 只能研磨、挤压,勿敲击,大块物质只能压碎,不能捣碎,防止击碎研钵和杵或物体飞溅
 试管夹	加热试管时夹试管用	1. 加热时,夹住距离管口约 1/3 处(上端),避免烧焦夹子和锈蚀,也便于摇动试管； 2. 不要把拇指按在夹的活动部位,避免试管脱落； 3. 一定要从试管底部套上或取下试管夹,要求操作规范化
 石棉网	1. 使受热物体均匀受热； 2. 石棉是一种不良导体,它能使受热物体均匀受热,不致造成局部高温	1. 应先检查,石棉脱落的不能用,否则起不到作用； 2. 不能与水接触,以免石棉脱落和铁丝锈蚀； 3. 不可卷折,因为石棉松软,易损坏

续表

仪器	主要用途	使用方法和注意事项
 药匙	1. 拿取少量固体试剂； 2. 有的药匙两端各有一个勺，一大一小，根据用药量大小分别选用	1. 保持干燥、清洁； 2. 取完一种试剂后，必须洗净，并用滤纸擦干或干燥后再取用另一种药品，避免沾污试剂，发生事故

三、物质的称量

台秤又叫托盘天平(如图 1.1 所示),常用于精确度不高的称量,一般称量能准确到 0.1 g。其使用步骤如下:

(1)调零点。称量前,先将游码拨到游码标尺的“0”位处,检查天平的指针是否停在刻度盘的中间位置,若不在中间位置,可调节天平托盘下侧的平衡螺母,使指针指到零点。

(2)称量时,左托盘放被称物,右托盘放砝码。药品不能直接放在托盘上,可放在称量纸或表面皿上。加砝码时,砝码用镊子夹取,应先加质量大的,后加质量小的,10 g 或 5 g 以下可移动游码。当添加砝码到天平的指针停在刻度盘的中间位置时,台秤处于平衡状态,此时指针所停的位置称为停点,零点与停点相符时(允许偏差 1 个小格以内),记录所加砝码和游码的质量。

(3)称量完毕,应将砝码放回砝码盒中,游码移至刻度“0”处,天平的两个托盘重叠后,放在天平的一侧,使天平休止,以免台秤摆动,破坏天平的刀口。

注意:不能称量热的物品!

如果要准确地称量(分析),可根据要求的精确度选用扭力天平、阻尼天平、电光天平。

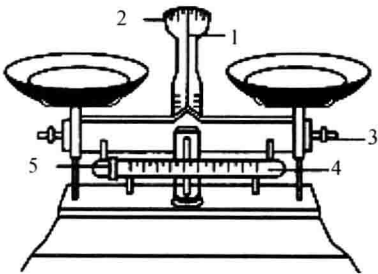


图 1.1 托盘天平

1—指针;2—刻度盘;3—平衡螺母;4—游码标尺;5—游码

四、试剂的分类及取用

化学试剂种类繁多,分类和分级标准也不相同。我国的国家标准根据试剂的纯度和杂质含量,将试剂划分为五个级别,对试剂包装袋标签颜色及适用范围作了规定,如表 1.2 所示。

实验室中,固体试剂一般放在广口瓶内;液体试剂盛放在细口瓶或滴瓶内;见光易分解的试剂盛放在棕色瓶内。实验所用的试剂,有的有毒性,有的有腐蚀性,因此一律不准用口尝它的味道或用手去拿药品。取用时,应看清标签,用右手握住试剂瓶,瓶上贴的标签应对着手心(虎口),打开瓶塞,将瓶塞反放在实验台上;根据用量取用试剂,不可多取;取完试剂,盖紧瓶

塞,将试剂瓶放回原处。

表 1.2 化学试剂的级别及适用范围

级别	名称	英文符号	标签颜色	适用范围
一级	优级纯	GR	绿	精密分析实验
二级	分析纯	AR	红	分析实验
三级	化学纯	CP	蓝	一般化学实验
四级	实验试剂	LR	黄	工业制备
生化试剂	生化试剂	BC	咖啡或玫瑰红	生化实验

1. 固体试剂的取用

(1) 取粉末或小颗粒的药品,要用洁净的药匙。往试管里装粉末状药品时,为了避免药粉沾在试管口和管壁上,可将装有试剂的药匙或纸槽平放入试管底部,然后竖直,取出药匙或纸槽。

(2) 取块状药品或金属颗粒,要用洁净的镊子夹取。装入试管时,应先把试管平放,把颗粒放进试管口内后,再把试管慢慢竖立,使颗粒缓慢地滑到试管底部。

2. 液体试剂的取用

(1) 取少量液体时,可用滴管吸取。取出后,滴管不能伸入接收容器中,以免接触器壁而污染药品,更不能伸入到其他液体中。装有药品的滴管不能横置或管口向上斜放,以免药品流入滴管的胶头中,引起药品的变质。

(2) 粗略量取一定体积的液体时可用量筒。读取筒内液体体积的数据时,量筒必须放平稳且垂直,以液面呈弯月形的最凹处与刻度的相切点为准,且使视线与量筒内液体的凹液面最低处保持在一个水平,偏高或偏低都会因读不准而造成较大的误差,如图 1.2 所示。倾注完毕,可轻触容器壁使残留液滴流入容器。

(3) 准确量取一定体积的液体时,应使用吸量管、移液管或滴定管。

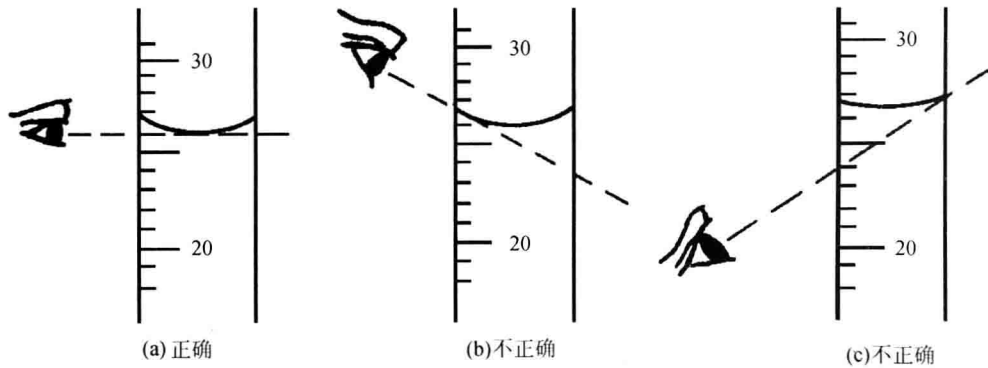


图 1.2 量筒的读数

五、标准物质和标准溶液

标准物质是用于校准测量器皿、评价测量方法或给材料赋值的具有一种或多种足够均匀

和已很好地确定了特征性的材料或物质。我国的标准物质分为钢铁、有色金属、建筑材料、核材料、高分子材料、化工产品、地质、环境、临床化学与药品、食品、煤炭石油、工程、物理共 13 类。

标准物质分为一级和二级两个级别。一级标准物质是统一全国量值的重要依据,采用绝对测量法定值或由多个实验室采用准确可靠的方法协作定值,定值的准确度具有国内最高水平。主要用于研究与评价标准方法、高精度测量仪器的校准和二级标准物质的定值。二级标准物质也称为工作标准物质,采用准确可靠的方法或直接与一级标准物质相比较的方法定值,定值的准确度通常高于现场测量准确度的 3 ~ 10 倍。主要用于研究与评价现场分析方法、现场实验室的质量保证及不同实验室间的质量保证。

一般在分析实验中所用的均为二级标准物质。目前我国的化学试剂中只有滴定分析基准试剂和 pH 基准试剂属于标准物质,品种也不多。常用的滴定分析基准试剂见附录 5,常用的六种 pH 基准试剂见附录 6。

标准溶液是已确定主体物质浓度或其他特性量值的溶液。在分析化学实验中常用的标准溶液主要有三种:滴定分析用标准溶液,pH 测量用标准溶液和仪器分析用标准溶液。

滴定分析用标准溶液用于测定试样中的主体成分或常量成分。各种滴定分析用标准溶液的配制方法详见国家标准《化学试剂——标准滴定溶液的配制》(GB/T 601 - 2002)。

pH 测量用标准溶液是具有准确 pH 的专用缓冲溶液,在用 pH 计测量溶液的 pH 时,用其对仪器定位。pH 测量用标准溶液的配制方法详见《pH 测量用缓冲溶液制备方法》(JB/T 8276 - 1999)。

仪器分析方法多种多样,不同的仪器分析实验对试剂的要求也不尽相同。配制仪器分析用的标准溶液可能会使用专用试剂、优级纯试剂、分析纯试剂、纯金属和其他标准物质等。即使同一种仪器分析方法,当分析对象不同时所用试剂的级别也会不一样。

六、溶液配制及浓度表示法

1. 溶液的配制方法

溶液的配制方法主要分为标准溶液的配制方法和普通溶液的配制方法。

(1) 标准溶液是指已知准确浓度的溶液,配制方法主要有两种:直接法和标定法。

对于基准物质,可以用直接法配制,即准确称取基准物质,在经过严格定容后得到准确浓度的标准溶液。例如,配制 $0.010\ 0\ \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaCl 溶液 500 mL 时,在电子天平(或分析天平)上准确称取基准物质 NaCl 0.292 2 g,用适量蒸馏水溶解后移入 500 mL 容量瓶定容。整个操作过程要严格、规范。

不能直接配制准确浓度的标准溶液,可用标定法配制(适用于大多数物质),即先近似地配制成所需浓度的溶液,再用适合的基准物质或已知准确浓度的标准溶液来进行标定。例如,NaOH 标准溶液在酸碱滴定中最常用,通常配制浓度为 $0.1\ \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的溶液,但 NaOH 易吸收空气中的二氧化碳和水气,不符合直接法配制标准溶液的要求,只能用标定法来配制。称量原装的 NaOH 时,可在台秤上称取固体,加入的溶剂可用量杯或量筒量取。但在标定的整个过程中,与直接法配制一样,要规范和严格。

(2) 普通溶液主要用溶质和溶剂的不同体积比来配制并表示浓度。例如(1 + 2) HCl 溶液,也就是说量取 1 份体积原装盐酸与 2 份体积的水均匀混合后所得到的溶液。