



高职高专“十二五”规划教材

化学分析实训

HUAXUE FENXI SHIXUN

高军林 王安群 主编

唐卫平 副主编



化学工业出版社

高职高专“十二五”规划教材

化 学 分 析 实 训

高军林 王安群 主编
唐卫平 副主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是模块化教材《化学分析技术》配套实训教材。主要按照模块化进行编写,内容包括:化学分析实验室基础知识、滴定分析仪器与基本操作、滴定分析用标准溶液浓度标定训练、滴定分析法在常量分析中的应用、称量分析法、综合实训共六个模块。本书突出能力培养,进行项目教学,并增设了数据记录表与评分观测点,便于学生记录与教师评定成绩。

本书可作为高职高专化工类专业的教材,也可作为从事分析、检测等专业工作的培训教材,同时可供厂矿企业有关专业的工程、科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

化学分析实训/高军林,王安群主编. —北京:化学工业出版社,2011.7

高职高专“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-11601-7

I. 化… II. ①高…②王… III. 化学分析-高等职业教育-教材 IV. O65

中国版本图书馆CIP数据核字(2011)第122896号

责任编辑:陈有华 郎红旗

文字编辑:向东

责任校对:陶燕华

装帧设计:王晓宇

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印 装:三河市延风印装厂

787mm×1092mm 1/16 印张9¼ 字数229千字 2011年8月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:19.00元

版权所有 违者必究

前言

化学分析实训



FOREWORD

本书是高职高专模块化教材《化学分析技术》的配套实训教材，它以滴定工作过程为核心，进行了模块化整合与重构，分四个阶段进行。第一阶段为化学分析基本操作训练；第二阶段为标准溶液浓度标定训练；第三阶段化学分析应用项目训练；第四阶段为综合应用项目训练。通过扎实的基础训练，促进技能的提高，通过综合性实验，提高学生分析问题和解决问题的能力。本教材主要特点如下：

1. 同项归类，模块化整合。打破了以前按滴定分析方法编排章节的体系，将四大滴定的标准溶液制备和四大滴定分析的应用分别整合为一个模块。

2. 能力本位，项目化教学。在每一个模块前，突出能力目标，每一个实训项目中，重在操作技能培养，同时把实验与项目教学融合起来。

3. 重视案例分析，注重职业素质的培养。为了培养学生职业素质，加强理论联系实际，本书在模块一中选择了大量化工生产中的真实案例，并进行了案例分析。

4. 方便学生记录，便于教师考核。为了保证实训课程质量考核，方便学生记录与数据处理，在每个实训项目中，都设计了实训项目记录与处理表；每个模块都提炼出各类实训项目观测点，同时每个项目中提出相关偏差或误差要求，可供师生参照进行质量考核与评分。

本书的模块一由河南职业技术学院唐卫平编写，模块二由长沙环保职业技术学院王安群编写，模块三、模块五和模块六分别由中山职业技术学院王俊、赵文华、高军林编写，模块四由火炬职业技术学院王建国和河南职业技术学院唐卫平编写，附录由中山职业技术学院朱务标整理。全书由高军林统稿。

目前高职课程改革可以说是日新月异，项目化教学、基于工作过程系统化课程开发都在进行，在本教材的编写过程中，努力体现本课程最新改革成果，但由于编者水平和经验有限，书中肯定有不尽如人意之处，衷心希望各位同仁提出宝贵意见。

编者

2011年4月



1 模块一	PAGE
1 化学分析实验室基础知识	1
单元一 化学分析实验课前教育	001
一、课程目标	001
二、课程考核及成绩评定	001
三、课程的基本要求	002
四、实验室规则	002
五、实验数据记录、实验报告书写及实验结果表达	003
单元二 化学分析实验用水	005
一、分析用水的级别和用途	005
二、分析用水的制备	005
三、纯水与高纯水水质标准	006
四、分析用水的检验	006
单元三 化学试剂	007
一、试剂种类	007
二、试剂的选用	008
单元四 实验室安全环保知识	009
一、实验室安全守则	009
二、化学实验室意外事故处理	011
三、实验室“三废”的简单无害化处理	015
四、案例分析	016
2 模块二	PAGE
2 滴定分析仪器与基本操作	20
单元一 分析天平	020
一、分析天平的构造与分类	020
二、分析天平称量方法和练习	032
三、称量基本操作考核	036
单元二 滴定分析法仪器与基本操作训练	037

一、滴定分析用玻璃仪器与洗涤技术	037
二、滴定分析基本操作	043
三、滴定基本操作考核	051
四、滴定分析仪器的校准	053

3 模块三 滴定分析用标准溶液浓度标定训练 PAGE 62

实训项目一 盐酸标准滴定溶液的配制与标定	062
实训项目二 氢氧化钠标准滴定溶液的配制与标定	064
实训项目三 EDTA 标准滴定溶液的配制与标定	065
实训项目四 高锰酸钾标准滴定溶液的配制与标定	067
实训项目五 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	068
实训项目六 硝酸银标准滴定溶液的配制与标定	070
实训项目七 碘标准溶液的配制与标定	072
标准溶液的配制与标定评分细则（参考）	074

4 模块四 滴定分析法在常量分析中的应用 PAGE 77

单元一 酸碱滴定法应用	077
实训项目一 混合碱含量的测定	077
实训项目二 食用醋乙酸含量的测定	080
实训项目三 铵盐、氨基酸中的氮含量测定	081
实训项目四 阿司匹林药片中乙酰水杨酸含量的测定	086
单元二 配位滴定法应用	087
实训项目一 水的总硬度及钙镁含量测定	087
实训项目二 钙制剂中钙含量的测定	090
实训项目三 铝盐中铝含量的测定	091
实训项目四 铅铋合金中 Bi、Pb 连续滴定	093
单元三 氧化还原滴定法应用	095
实训项目一 药品 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 含量测定	095
实训项目二 双氧水中 H_2O_2 含量的测定	096
实训项目三 铁矿石中铁含量的测定	097
实训项目四 植物油过氧化值测定	100
实训项目五 维生素 C 的含量测定	101
单元四 沉淀滴定法应用	103
实训项目一 水中氯离子含量的测定（莫尔法）	103
实训项目二 酱油中 NaCl 含量的测定（福尔哈德法）	105
实训项目三 碘化物纯度的测定（法扬司法）	107

5	模块五	PAGE
	称量分析法	109

单元一 称量分析基本操作	109
一、溶解样品	109
二、沉淀	110
三、过滤和洗涤	110
四、干燥和灼烧	114
单元二 称量分析法实训项目	116
实训项目一 直接干燥法测定淀粉中水分含量	116
实训项目二 废水中悬浮固体的测定	118
实训项目三 天然水矿化度的测定	120
实训项目四 Na_2SO_4 含量的测定	122

6	模块六	PAGE
	综合实训	125

单元一 综合实验概述	125
单元二 综合实训项目	126
综合实训项目一 蛋壳中钙、镁含量的测定	126
综合实训项目二 混合液中 Ca^{2+} 、 Cl^- 含量测定	128
综合实训项目三 食盐的分析	130
综合实训项目四 废水试样分析	133

	PAGE
附录	136

附录 1 实训中常用的量及其单位的名称和符号	136
附录 2 常用酸碱试剂的密度和浓度	136
附录 3 常用化合物的摩尔质量	136
附录 4 常用指示剂	138
附录 5 常用缓冲溶液的配制	139

	PAGE
参考文献	140

模块一



化学分析实验室基础知识

学习目标

能力目标	知识目标	素质目标
1. 能正确填写实验报告 2. 能正确选用实验室用纯水和各类试剂 3. 能正确使用灭火器 4. 能正确处理实验室各类安全意外事故	1. 了解化学分析实验用水知识 2. 熟悉化学试剂分类与选用 3. 掌握实验室安全规范	1. 通过各类案例培养学生具有化验员基本职业素质 2. 树立分析监测质量意识 3. 通过安全教育树立分析实验室的安全环保意识

单元一 化学分析实验课前教育

一、课程目标

为适应 21 世纪社会对分析化学相关专业人才的需求,本课程力图使学生在接受严格的分析化学实验基本操作训练的基础上,在动手能力、实验技能、严谨的科学作风,实事求是的科学态度以及探索和开拓意识、独立分析与解决实际问题的能力、踏实有序而又讲求效率的工作作风等诸方面都能得到一定的培养和锻炼,并加强学生综合素质的培养。

本课程要求学生学习、掌握定量分析化学分析实验的基础知识、基本操作和典型的定量分析方法;通过实验加深对有关理论的理解,并能灵活运用所学的理论知识指导实验设计与操作;确立“量”、“相对误差”和“有效数字”等概念;培养严谨的科学作风和良好的实验素养,激发学习、实验兴趣和探索精神,提高分析、解决实际问题的能力。

二、课程考核及成绩评定

本课程的考核通常包括下列内容:实验原理和实验基本知识的理解、实验操作技能、实验结果的准确度与精密度、实验报告的书写和实验结果的讨论、设计性实验或综合性实验的情况。实验成绩考核既要体现课程要求的全面性,又要注意各测定方法的特殊性,更要注意在实践过程中探索对学生能力的考评。

为了使实验评分标准能定量化、科学化,对各个环节确定了相应的评分值。对每一个实训项目都有观测点。其中,操作部分占总分的60%,实验结果占总分的40%。在实际实行过程中,教师可根据具体情况而定。

三、课程的基本要求

实验过程是学生手脑并用的实践过程,为了通过训练达到熟练掌握基本操作技术,并能完成实际分析任务的目的,对学习本课程提出以下要求。

1. 做好实验预习

预习的内容包括:

- ① 阅读实验教材和教科书中的相关内容,必要时参阅有关资料;
- ② 明确实验的目的和要求,透彻理解实验的基本原理;
- ③ 明确实验的内容及步骤、操作过程和实验时应当注意的事项;
- ④ 认真思考实验前应准备的问题,并能从理论上加以解决;
- ⑤ 查阅有关教材、参考书、手册,获得该实验所需的有关化学反应方程式、常数等;
- ⑥ 通过自己对本实验的理解,在记录本上简要地写好实验预习报告。

2. 在实验过程中,要手脑并用

注意不断修正自己的操作,使实验操作规范化,提高实验技能。同时,要积极思考实验中每一步操作的目的,要知其然,也要知其所以然。

3. 认真操作,细心观察

对每一步操作的目的、作用以及可能出现的问题进行认真的探究,并把观察到的现象,如实详细地记录下来。实验数据应及时真实地记录在实验记录本上,出现误记或需改正,应遵循数据更改规则,不得随意涂改。

4. 深入思考

如果发现观察到的实验现象和理论不符合,先要尊重实验事实,然后加以分析,认真检查其原因,并细心地重做实验。必要时可做对照实验、空白实验或自行设计的实验来核对,直到从中得出正确的结论。实验中遇到疑难问题和异常现象而自己难以辨析时,可请实验指导老师解答。

5. 科学严谨、实事求是

注意培养自己严谨的科学态度和实事求是的科学作风,绝不能弄虚作假,随意修改数据。若定量实验失败或产生的误差较大,应努力寻找原因,并经实验指导教师同意,重做实验。

四、实验室规则

为了加强实验室的建设和管理,确保实验教学质量 and 实验教学改革方案顺利进行,使学生能够养成良好的实验习惯,达到全面提高学生整体素质的目的,学生进入实验室必须遵守以下规则。

- (1) 进入实验室,必须遵守实验室纪律和制度,听从老师的指导与安排。
- (2) 未穿实验服、未写实验预习报告者不得进入实验室进行实验。
- (3) 进入实验室后,要熟悉周围环境,熟悉防火及急救设备器材的使用方法和存放位

置,遵守实验室安全守则,若出现某种应急事故,应立即向指导老师报告。

(4) 实验前,清点、检查仪器,明确仪器规范操作方法及注意事项,否则不得动手操作。

(5) 用药品时,要求明确其性质及使用方法后,按实验要求规范使用。禁止使用不明确药品或随意混合药品。

(6) 实验中,不高声喧哗,保持实验室安静,不随地吐痰,不乱扔纸屑,保持实验室的整洁。认真操作,仔细观察,积极思考,如实记录。

(7) 实验时把观察到的实验现象、所得的数据以及计算和结论等正确而简明地记录在记录本上。计算必须准确、清楚、容易看懂。

(8) 记录本的篇页都要自己编号,不准随意撕毁,不准用小纸片记录实验结果。记录或计算若有错误应划去重写,不能涂改。每次实验后,应将记录数据交由老师审阅后,才能进行数据处理,绝对不允许自凑数据。

(9) 实验室公用物品(包括器材、药品等)用完后应归放回原指定位置。实验废液、废物按要求放入指定收集器皿。

(10) 爱护公物,注意卫生,保持整洁,节约用水、电、燃气和实验药品。

(11) 实验结束时,应把所用仪器洗净后,整齐放回原处,清理实验台面,打扫实验室卫生。仪器如有破损或缺少必须立即向老师请示补齐。

(12) 实验结束后,检查是否已切断电源、水阀和燃气管路,一切均已妥当后,向指导老师请示经同意后,才能离开实验室。

(13) 实验课后,对实验所得的结果和数据及时地进行整理、计算和分析。认真写好实验报告,按时交给指导老师。

五、实验数据记录、实验报告书写及实验结果表达

(一) 实验数据的记录

1. 实验数据记录

实验记录是进行实验的原始资料,每一个科学工作者都必须以严肃认真的态度对待这一工作。做好实验记录要注意以下几点。

(1) 本书中每个实验项目都有配套记录表,要求按规范记录,不允许将数据记在单页纸片上,或随意记在其他地方。

(2) 记录应及时、准确、清楚。记录现象或数据时,要实事求是,绝不允许弄虚作假。实验过程中涉及特殊仪器的型号和标准溶液的浓度、室温等,也应及时准确地记录下来。

(3) 实验过程中记录测量数据时,其数字的准确度应与分析仪器的准确度相一致。如用万分之一分析天平称量时,要求记录至 0.0001g ; 常量滴定管和移液管的读数应记录至 0.01mL 。

(4) 实验记录中的每一个数据都是测量结果。平行测定时,即使得到完全相同的数据也应如实记录下来。

(5) 在实验过程中,如发现数据中有记错、测错或读错而需要改动之处,可将要改动的数据用一横线划去,并在其上方写出正确的数据。

(6) 实验结束后,应该对记录是否正确、合理、齐全,是否需要重新测定等进行核对。

2. 实验数据处理的基本方法

实验数据的处理可用列表法、图解法及电子表格法，其中化学分析法常用列表法，其形式最为简洁。在后续的仪器分析法中常用图解法。而电子表格法既有列表法的直观和简洁，又可方便快速地制备各种形式的相关图，还便于实验室的信息统一存储和管理。

(二) 实验报告的书写

实验结束后完成实验报告的过程是对实验的提炼、归纳和总结，能进一步消化所学的知识，培养创新思维能力。因此，要重视实验报告的书写。

因此实验完毕后，应及时如实地写出实验报告。分析化学实验报告一般包括以下内容。

(1) 实验名称、实验日期。

(2) 实验目的。

(3) 实验原理。简要地用文字和化学反应式说明。例如对于滴定分析，通常应有滴定反应方程式、基准物质和指示剂的选择、测定条件、终点现象等。对特殊仪器的实验装置，应画出实验装置图。

(4) 实验主要仪器及试剂。包括特殊仪器的型号及标准溶液的浓度等。

(5) 实验步骤。应简明扼要地写出实验步骤流程。

(6) 实验数据及结果处理。应用文字、表格或图形，将数据表示出来。根据实验要求及计算公式计算出分析结果并进行有关数据和误差处理，尽可能地使记录表格化；涉及的实验数据应使用法定计量单位。

(7) 讨论。包括实验教材上的思考题和对实验中的现象、产生的误差等进行讨论和分析，尽可能地结合分析化学中有关理论，以提高自己分析问题、解决问题的能力。

(三) 实验结果的表达

在常规分析中，通常是一个试样平行测定 3 次，在不超过允许的相对误差范围内，取 3 次测定结果的平均值。分析结果一般报告三项值。

(1) 测定次数。

(2) 测定结果平均值或中位值。

(3) 相对平均偏差。

在非常规分析和科学研究中，分析结果应按统计学的观点反映出数据的集中趋势和分散程度，以及在一定置信度下真实值的置信区间。通常用 n 表示测定次数，用平均值来表示分析结果，用标准偏差来衡量各数据的精密度。

(四) 实验结果表达注意事项

(1) 实验现象的记录必须详细，实验数据必须真实可靠。

(2) 实验结果的给出形式要与实验的要求相一致。如用重铬酸钾法测铁，测定结果要求以 $w(\text{Fe}_2\text{O}_3)$ (%)，质量分数) 的形式报出时，就必须以该种形式给出，而不能以 FeO 的形式表示。同时给出实验结果计算公式。

(3) 对试样中某一组分含量的报告，要以原始试样中该组分的含量报出，不能仅给出供试溶液中该组分的含量。例如在测试前曾对样品进行过稀释、富集等处理，则最后结果应还原至未稀释、未富集前的情况。

(4) 结果数据的有效数字，要与实验中测量数据的有效数字相适应。在实验数据报出

时, 注明测定结果的精密度。

单元二 化学分析实验用水

在分析工作中, 洗涤仪器、溶解样品、配制溶液均需用水。一般天然水和自来水(生活饮用水)中常含有氯化物、碳酸盐、硫酸盐、泥沙等少量无机物和有机物, 影响分析结果的准确度。作为分析用水, 必须先经一定的方法净化达到国家规定。实验室用水规格, 根据分析任务和要求的不同, 采用不同纯度的水。

我国已建立了实验室用水规格的国家标准(GB/T 6682—2008), 《分析实验室用水规格和试验方法》中规定了实验室用水的技术指标、制备方法及检验方法。这一基础标准的制订, 对规范我国分析实验室的分析用水, 提高分析方法的准确度起了重要的作用。

一、分析用水的级别和用途

国家标准规定的实验室用水分为三级。

一级水基本上不含有溶解或胶态离子杂质及有机物。用于有严格要求的分析实验, 包括对颗粒有要求的试验, 如高效液相色谱分析用水。

二级水可含有微量的无机、有机或胶态杂质。用于无机痕量分析等试验, 如原子吸收光谱分析用水。

三级水最普遍使用的纯水, 适用于一般实验室试验工作, 过去多采用蒸馏方法制备, 故通常称为蒸馏水。

二、分析用水的制备

制备实验室用水的原料水, 应当是饮用水或比较纯净的水。如有污染, 则必须进行预处理。纯水常用以下 3 种方法制备。

1. 蒸馏法制备纯水

蒸馏法制备纯水是根据水与杂质的沸点不同, 将自来水(或其他天然水)用蒸馏器蒸馏而得到的。用这种方法制备纯水操作简单、成本低廉, 能除去水中非挥发性杂质, 但不能除去易溶于水的气体。由于蒸馏一次所得蒸馏水仍含有微量杂质, 只能用于定性分析或一般工业分析。

目前使用的蒸馏器一般是由玻璃、镀锡铜皮、铝皮或石英等材料制成的。由于蒸馏器的材质不同, 带入蒸馏水中的杂质也不同。用玻璃蒸馏器制得的蒸馏水会有 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等离子。用铜蒸馏器制得的蒸馏水通常含有 Cu^{2+} , 蒸馏水中通常还含有一些其他杂质。原因是二氧化碳及某些低沸物等易挥发物质, 随水蒸气带入蒸馏水中; 少量液态水成雾状飞出, 直接进入蒸馏水中; 微量的冷凝管材料成分也能带入蒸馏水中。

必须指出, 以生产中的废汽冷凝制得的“蒸馏水”, 因含杂质较多, 是不能直接用于分析化学的。

2. 离子交换法制纯水

蒸馏法制备纯水产量低, 一般纯度也不够高。化学实验室广泛采用离子交换树脂来分离出水中的杂质离子, 这种方法叫离子交换法。因此, 用此法制得的水通常称为“去离子水”。

这种方法具有出水纯度高、操作技术易掌握、产量大、成本低等优点，很适合于各种规模的化验室采用。该方法的缺点是设备较复杂，制备的水含有微生物和某些有机物。

3. 电渗析法制纯水

这是在离子交换技术基础上发展起来的一种方法。它是在外电场的作用下，利用阴阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使杂质离子自水中分离出来，从而制得纯水的方法。

三、纯水与高纯水水质标准

《标准》中只规定了一般技术指标，在实际工作中，有些实验对水有特殊要求，还要检查有关项目，例如 Cl^- 、 Fe^{3+} 、 Cu^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等离子。实验室用水规格见表 1-1。

表 1-1 实验室用水的级别及主要指标

指 标 名 称		一级	二级	三级
pH 范围		—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/ $\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$	$\leq$	0.01	0.10	0.5
吸光度(254nm, 1cm 光程)	$\leq$	0.001	0.01	—
可氧化物质[以(O)计]/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	$\leq$	—	0.08	0.4
蒸发残渣(105℃±2℃)/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	$\leq$	—	1.0	2.0
可溶性硅[以(SiO_2)计]/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	$\leq$	0.01	0.02	—

注：1. 由于在一级水、二级水的纯度下，难于测定其真实的 pH，因此，对一级水、二级水的 pH 范围不做规定。
2. 一级水、二级水的电导率需用新制备的水“在线”测定。
3. 由于在一级水的纯度下，难于测定可氧化物质和蒸发残渣，对其限量不做规定，可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

四、分析用水的检验

为保证纯水的质量符合分析工作要求，对于所制备的每一批纯水，都必须进行质量检查。

1. pH 的测定

普通纯水 pH 应在 5.0~7.5 (25℃)，可用精密 pH 试纸或酸碱指示剂检验。对甲基红不显红色，对溴百里酚蓝不呈蓝色。用酸度计测定纯水的 pH 时，先用 pH 为 5.0~8.0 的标准缓冲溶液校正 pH 计，再将 100mL 三级水注入烧杯中，插入玻璃电极和甘汞电极，测定 pH。

2. 电导率的测定

纯水是微弱导体，水中溶解了电解质，其电导率将相应增加。测定电导率应选用适于测定高纯水的电导率仪。一级水、二级水电导率极低，通常只测定三级水。测量三级水电导率时，将 300mL 三级水注入烧杯中，插入光亮铂电极，用电导率仪测定其电导率。测得的电导率小于或等于 $5.0 \mu\text{S}/\text{cm}$ 时，即为合格。

3. 吸光度的测定

将水样分别注入 1cm 和 2cm 的比色皿中，用紫外-可见分光光度计于波长 254nm 处，以 1cm 比色皿中水为参比，测定 2cm 比色皿中水的吸光度。一级水的吸光度应 ≤ 0.001 ；二级水的吸光度应 ≤ 0.01 ；三级水可不测水样的吸光度。

4. SiO₂ 的测定

SiO₂ 的测定方法比较繁琐, 一级水、二级水中的 SiO₂ 可按 GB/T 6682—2008 方法中的规定测定。通常使用的三级水可测定水中的硅酸盐。其测定方法如下: 取 30mL 水于一小烧杯中, 加入 4mol·L⁻¹ HNO₃ 5mL, 5mL 5% (NH₄)₂MoO₄ 溶液, 室温下放置 5min 后, 加入 10% Na₂SO₄ 溶液 5mL, 观察是否出现蓝色。如呈现蓝色, 则不合格。

5. 氯化物

取 20mL 水于试管中, 用 1 滴 HNO₃ (1+3) 酸化, 加入 0.1mol·L⁻¹ AgNO₃ 溶液 1~2 滴, 如有白色乳状物, 则水不合格。

6. Cu²⁺、Pb²⁺、Zn²⁺、Fe³⁺、Ca²⁺、Mg²⁺ 等金属离子

(1) Cu²⁺ 取 10mL 水于试管中, 加入 1+1 盐酸溶液 1 滴, 摇匀, 加入 1~2mL 0.001% 双硫脲及 CCl₄ 试剂 1~2mL, 观察 CCl₄ 层中是否呈现浅蓝色或浅紫色, 如出现上述颜色, 则水不合格。

(2) Pb²⁺ 取 10mL 水于试管中, 加入 10% 柠檬酸 1~2mL、10% KCN 1mL, 并加入 0.001% 双硫脲 1mL、CCl₄ 2mL, 观察 CCl₄ 层中的颜色变化, 如出现粉红色, 则水不合格。

(3) Zn²⁺ 取 10mL 水于试管中, 加入 HAc-NaAc 缓冲溶液 5mL、10% Na₂S₂O₃ 0.5mL, 摇匀后加入 0.001% 双硫脲 1mL, 如溶液呈现蓝紫色, 则水不合格。

以上 Cu²⁺、Pb²⁺、Zn²⁺ 的量 < 0.1μg·mL⁻¹ 时, 均可检验出来 (检出限小于 0.1×10⁻⁶)。

另一种简易检查金属离子的方法如下: 取水 25mL, 加 0.2% 铬黑 T 指示剂 1 滴、pH=10.0 的氨缓冲溶液 5mL, 如呈现蓝色, 说明 Fe³⁺、Zn²⁺、Pb²⁺、Ca²⁺、Mg²⁺ 等阳离子含量甚微, 水质合格; 如呈现紫红色, 则说明水质不合格。

单元三 化学试剂

一、试剂种类

将化学试剂进行科学的分类, 以适应化学试剂的生产、科研、进出口等需要, 是化学试剂标准化所要研究的内容之一。

化学试剂产品已有数千种, 有分析试剂、仪器分析专用试剂、指示剂、有机合成试剂、生化试剂、电子工业专用试剂、医用试剂等。随着科学技术和生产的发展, 新的试剂种类还将不断产生。常用的化学试剂的分类方法有: 按试剂用途和化学组成分类; 按试剂用途和学科分类; 按试剂包装和标志分类; 按化学试剂的标准分类。现将化学试剂分为标准试剂、一般试剂、高纯试剂、专用试剂四大类, 下面逐一作简单介绍。

1. 标准试剂

标准试剂是用于衡量其他 (欲测) 物质化学量的标准物质。标准试剂的特点是主体含量高而且准确可靠, 其产品一般由大型试剂厂生产, 并严格按国家标准检验。主要国产标准试剂的分类及用途列于表 1-2 中。

2. 一般试剂

一般试剂是实验室最普遍使用的试剂, 一般可分为 4 个等级及生化试剂等 (见表 1-3)。

表 1-2 主要国产标准试剂的分类及用途

类 别	主 要 用 途
滴定分析第一基准试剂(C级)	工作基准试剂的定值
滴定分析工作基准试剂(D级)	滴定分析标准溶液的定值
杂质分析标准溶液	仪器及化学分析中作为微量杂质分析的标准
滴定分析标准溶液	滴定分析法测定物质的含量
一级 pH 基准试剂	pH 基准试剂的定值和高精密度 pH 计的校准
pH 基准试剂	pH 计的校准(定位)
热值分析试剂	热值分析仪的标定
色谱分析标准	气相色谱法进行定性和定量分析的标准
临床分析标准溶液	临床化验
农药分析标准	农药分析
有机元素分析标准	有机元素分析

表 1-3 一般试剂的分级标准和适用范围

级别	纯度分类	英文符号	适用范围	标签颜色
一级	优级纯(保证试剂)	G. R.	适用于精密分析实验和科学研究工作	绿色
二级	分析纯(分析试剂)	A. R.	适用于一般分析实验和科学研究工作	红色
三级	化学纯	C. P.	适用于一般分析工作	蓝色
四级	实验试剂	L. R.	适用于一般化学实验辅助试剂	棕色或其他颜色
生化试剂	生物染色级(生化试剂)	B. R.	生物化学及医用化学实验	咖啡色(生化试剂) 玫瑰色(生物染色剂)

3. 高纯试剂

高纯试剂的特点是杂质含量低（比优级纯基准试剂低），主体含量与优级纯试剂相当，且规定检验的杂质项目比同种优级纯或基准试剂多 1~2 倍。通常杂质质量控制在 $10^{-9} \sim 10^{-6}$ 级的范围内。高纯试剂主要用于微量分析中试样的分解及试液的制备。

高纯试剂多属于通用试剂（如 HCl 、 HClO_4 、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 Na_2CO_3 、 H_3BO_3 ）。目前只有 8 种高纯试剂颁布了国家标准，其他产品一般执行企业标准，在产品的标签上标有“特优”或“超优”试剂字样。

4. 专用试剂

专用试剂是指有特殊用途的试剂。其特点是不仅主体含量较高，而且杂质含量很低。它与高纯试剂的区别是：在特定的用途中（如发射光谱分析）有干扰的杂质成分只需控制在不致产生明显干扰的限度以下。

专用试剂种类颇多，如紫外及红外光谱法试剂、色谱分析试剂、标准试剂、气相色谱载体及固定液、液相色谱填料、薄层色谱试剂、核磁共振分析用试剂等。

二、试剂的选用

化学试剂的主体成分含量越高，杂质含量越少，级别越高，由于其生产或提纯过程越复杂而价格越高，如基准试剂和高纯试剂的价格要比普通试剂高数倍乃至数十倍。在进行实验时，应根据实验的性质、实验方法的灵敏度与选择性、待测组分的含量及对实验结果准确度的要求等，选择合适的化学试剂，既不超级别造成浪费，又不随意降低级别而影响实验结果。

选用化学试剂应注意以下几点。

① 一般无机化学教学实验使用化学纯试剂，提纯实验、配制洗涤液则可使用实验级试剂。

② 一般滴定分析常用标准滴定溶液，应采用分析纯试剂配制，再用基准试剂标定；而对分析结果要求不高的实验，则可用优级纯甚至分析纯试剂代替基准级试剂；滴定分析所用其他试剂一般为分析纯试剂。

③ 仪器分析实验中一般使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 从很多试剂的主体成分含量看，优级纯与分析纯相同或很接近，只是杂质含量不同。如果所做实验对试剂杂质要求高，应选择优级纯试剂；如果只对主体含量要求高，则应选用分析纯试剂。

⑤ 如现有试剂的纯度不能满足某种实验的要求，或对试剂的质量有怀疑时，应将试剂进行一次或多次提纯后再使用。

⑥ 化学试剂的级别必须与相应的纯水以及容器配合。在精密分析实验中常使用优级纯试剂，就需要以二次蒸馏水或去离子水及硬质硼硅玻璃器皿或聚乙烯器皿与之配合，只有这样才能发挥化学试剂的纯度作用，达到要求的实验精度。

⑦ 由于进口化学试剂的规格、标志与我国化学试剂现行等级标准不甚相同，使用时应参照有关化学手册加以区分。

单元四 实验室安全环保知识

一、实验室安全守则

对于分析实验室的工作人员，除了需要了解、掌握有关用电、化学危险品以及气瓶使用的安全知识外，在日常工作中还要遵守一些常规的、涉及安全问题的常识和规则。

(一) 实验室一般安全守则

① 实验室要保持整齐、清洁。仪器、试剂、工具存放有序，实验台面干净，使用的仪器摆放合理。混乱、无序往往是引发事故的重要原因之一。

② 严格按照技术规程和有关分析程序进行工作。

③ 进行有潜在危险的工作时，如危险物料的现场取样、易燃易爆物品的处理、焚烧废料等，必须有他人陪伴。陪伴者应位于能看清操作者工作情况的地方，并注意观察操作的全过程。

④ 打开久置未用的浓硝酸、浓盐酸、浓氨水的瓶塞时，应着防护用具，瓶口不要对着人，宜在通风柜中进行。热天打开易挥发溶剂的瓶塞时，应先用冷水冷却。瓶塞如难以打开，尤其是磨口塞，不可猛力敲击。

⑤ 稀释浓硫酸时，稀释用容器（如烧杯、锥形瓶等，绝不可直接用细口瓶）置于塑料盆中，将浓硫酸慢慢分批加入水中，并不时搅拌，待冷至近室温时再转入细口储液瓶。绝不可将水倒入酸中。

⑥ 蒸馏或加热易燃液体时，绝不可使用明火，一般也不要蒸干。操作过程中不要离开人，以防温度过高或冷却水临时中断引发事故。

- ⑦ 化验室的每瓶试剂，必须贴有标签。绝不允许在瓶内盛装与标签内容不相符的试剂。
- ⑧ 进行有毒、有害、危险性操作时要佩戴专用的防护用具，实验工作服不宜穿出室外。
- ⑨ 实验室内禁止抽烟、饮食。
- ⑩ 实验完后要认真洗手，离开实验室时要认真检查，停水、断电、熄灯、锁门。

(二) 实验室安全必备用品

① 实验室必须配置适合的灭火器材，就近放在便于取用的地方。并要定期检查，如失效要及时更换。

② 根据实验室工作内容，配置相应的防护用具和急救药品，如防护眼镜、橡胶手套、防毒口罩等；常用的红药水、紫药水、碘酒、创可贴、稀小苏打溶液、硼酸溶液、消毒纱布、药棉、医用镊子、剪刀等。

(三) 化学试剂管理办法

化学试剂如保管不善则会发生变质。变质试剂不仅是导致分析误差的主要原因，而且还会使分析工作失败，甚至会引起事故。因此，了解影响化学试剂变质的原因，妥善保管化学试剂在实验室管理中是一项十分重要的工作。

1. 影响化学试剂变质的因素

(1) 空气的影响 空气中的氧易使还原性试剂氧化而被破坏。强碱性试剂易吸收二氧化碳而变成碳酸盐；水分可以使某些试剂潮解、结块；纤维、灰尘能使某些试剂还原、变色等。

(2) 温度的影响 试剂变质的速度与温度有关。夏季高温会加快不稳定试剂的分解；冬季严寒会促使甲醛聚合而沉淀变质。

(3) 光的影响 日光中的紫外线能加速某些试剂的化学反应而使其变质（例如，银盐、汞盐，溴和碘的钾、钠、铵盐和某些酚类试剂）。

(4) 杂质的影响 不稳定试剂的纯净与否对其变质情况的影响不容忽视。例如，纯净的溴化汞实际上不受光的影响，而含有微量的溴化亚汞或有机物杂质的溴化汞遇光易变黑。

(5) 储存期的影响 不稳定试剂在长期储存后可能发生歧化聚合、分解或沉淀等变化。

2. 化学试剂的储存

一般化学试剂应储存在通风良好、干净和干燥的房间，要远离火源，并注意防止水分、灰尘和其他物质污染。

(1) 试剂的存放容器 固体试剂应保存在广口瓶中，液体试剂盛在细口瓶或滴瓶中，见光易分解的试剂（如 AgNO_3 、 KMnO_4 、双氧水、草酸等）应盛在棕色瓶中并置于暗处；容易侵蚀玻璃而影响试剂纯度的如氢氟酸、氟化钠、氟化钾、氟化铵、氢氧化钾等，应保存在塑料瓶中或涂有石蜡的玻璃瓶中。盛碱的瓶子要用橡皮塞，不能用磨口塞，以防瓶口被碱溶解。

(2) 吸水性强的试剂 如无水碳酸钠、苛性碱、过氧化钠等应严格用蜡密封。

(3) 剧毒试剂 如氰化物、砒霜、氢氟酸、二氯化汞等，应设专人保管，要经一定登记或审批手续方可取用，以免发生事故。

(4) 相互作用的试剂 如挥发性的酸与氨，氧化剂与还原剂，应分开存放。

(5) 易燃的试剂 如乙醇、乙醚、苯、丙酮与易爆炸的试剂如高氯酸、过氧化氢、硝基