
The background features a light blue and green color palette with a pattern of hexagons. Some hexagons are solid colors, while others are outlines. In the center, there is a complex chemical structure diagram consisting of several fused and connected rings, including benzene and cyclohexane derivatives, with various functional groups and atoms represented by circles and lines.

# 分析化学实验

钟桐生 连琰 廖湘东 主编

 北京理工大学出版社  
BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

普通高等院校化学应用类规划教材

# 分析化学实验

主 编：钟桐生 连 琰 卿湘东  
副主编：李 媛 刘 蓉 祝小艳 方 伟 申湘忠

 **北京理工大学出版社**  
BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

## 内 容 简 介

《分析化学实验》共包括 10 章：分析化学实验的基础知识、定量分析仪器与操作方法、定量分析基本操作、酸碱滴定实验、络合滴定实验、氧化-还原滴定实验、沉淀滴定及重量分析实验、分光光度法实验、综合实验和设计实验。

本书内容全面，层次清晰，与实际联系紧密，可作为应用型本科化学、应用化学、材料科学、生命科学、环境科学、医学、药学、农学、地学等专业的分析化学实验教材，也可作为师范类院校和综合性大学有关专业的参考用书。

版权专有 侵权必究

---

### 图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验/钟桐生, 连琰, 卿湘东主编. —北京: 北京理工大学出版社, 2019.8 (2019.9 重印)

ISBN 978-7-5682-7437-1

I. ①分… II. ①钟… ②连… ③卿… 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 (2019) 第 174069 号

---

出版发行 / 北京理工大学出版社有限责任公司

社 址 / 北京市海淀区中关村南大街 5 号

邮 编 / 100081

电 话 / (010) 68914775 (总编室)

(010) 82562903 (教材售后服务热线)

(010) 68948351 (其他图书服务热线)

网 址 / <http://www.bitpress.com.cn>

经 销 / 全国各地新华书店

印 刷 /

开 本 / 787 毫米 × 1092 毫米 1/16

印 张 / 14

字 数 / 330 千字

版 次 / 2019 年 8 月第 1 版 2019 年 9 月第 2 次印刷

定 价 / 38.00 元

责任编辑 / 陆世立

文案编辑 / 赵 轩

责任校对 / 周瑞红

责任印制 / 李志强

---

图书出现印装质量问题, 请拨打售后服务热线, 本社负责调换

# 前 言

当前，我国的高等教育从精英教育的一元结构向大众化教育的多元结构转变，正在开展应用型教育，培养应用型人才，因此，在转变化学教育培养观念的同时，对实验课程体系和教学内容的改革也势在必行。

分析化学是一门实践性很强的课程。通过“分析化学实验”课程的教学，可以加深学生对理论知识的理解，让学生熟练地掌握分析化学的基本操作技能，提高动手能力，培养学生实事求是的科学态度和良好的实验习惯，促使其形成严格的量的概念，为他们以后走向工作岗位奠定基础。

本教材根据当前的教学要求，结合编者多年的教学实践，并借鉴兄弟院校化学实验教学改革的经验，经过充分地讨论、研究编写而成。在本教材的编写过程中，我们注意了以下几个问题：

1. “分析化学实验”是一门基础课，本教材充分考虑了让学生打好基础的目标，结合编者的教学经验，将基础知识详细而有条理地分节介绍。

2. 以模块形式编写，与理论章节相对应，由浅入深，由单一到综合，由教师指导实验到学生自行设计研究性实验，兼顾环境工程、生物工程等专业的实验教学，有较大的选择余地。

3. 在有限的篇幅内，尽可能地拓展学生的知识面，在综合实验和设计实验中加入大量与实践相关的实验。

4. 与理论课紧密衔接，每个实验配有相应的数据记录表，对数据的记录和处理进行简要的说明，从而培养学生严谨的治学态度。

在教材的编写过程中，很多老师对课程的设置和建设提出了宝贵的建议，并给予了大力支持和帮助，在此表示衷心感谢。

由于编者水平有限，疏漏和不足之处在所难免，恳请广大师生批评指正。

编 者  
2019年5月

# 目 录

<b>第 1 章 分析化学实验的基础知识</b> .....	1
1.1 化学实验的目的 .....	1
1.2 化学实验的学习方法 .....	1
1.3 化学实验室的安全规则 .....	2
1.4 分析实验室的实验规则 .....	3
1.5 分析实验室用水的制备 .....	4
1.6 常用玻璃器皿的洗涤和干燥 .....	6
1.7 试剂及药品使用规则 .....	9
1.8 分析试样的准备和分解.....	12
<b>第 2 章 定量分析仪器及其操作方法</b> .....	16
2.1 滴定分析仪器及其操作方法.....	16
2.2 沉淀重量分析法的操作.....	23
2.3 分析天平及其使用方法.....	29
2.4 酸度计.....	35
2.5 紫外-可见分光光度法 .....	41
<b>第 3 章 定量分析基本操作</b> .....	46
实验 3.1 分析天平称量练习 .....	46
实验 3.2 滴定分析基本操作练习 .....	48
实验 3.3 容量仪器的校准 .....	50
<b>第 4 章 酸碱滴定实验</b> .....	54
实验 4.1 食用白醋中 HAc 浓度的测定 .....	54
实验 4.2 工业纯碱总碱度测定 .....	56
实验 4.3 有机酸摩尔质量的测定 .....	58
实验 4.4 硫酸铵肥料中含氮量的测定 (甲醛法) .....	60
实验 4.5 阿司匹林药片中乙酰水杨酸含量的测定 .....	62
实验 4.6 蛋壳中碳酸钙含量的测定 .....	64
实验 4.7 磷的测定 磷钼酸铵沉淀-酸碱滴定法 .....	66
实验 4.8 非水滴定法测定 $\alpha$ -氨基酸含量 .....	67
实验 4.9 磷酸的电位滴定 .....	69

实验 4.10 醋酸解离度和解离常数的测定 .....	73
<b>第 5 章 络合滴定实验 .....</b>	<b>76</b>
实验 5.1 EDTA 标准溶液的配制和标定 .....	76
实验 5.2 自来水总硬度的测定 .....	78
实验 5.3 EDTA 滴定法连续测定铋和铅 .....	80
实验 5.4 铝合金中铝含量的测定 .....	81
实验 5.5 胃舒平药片中 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 和 $\text{MgO}$ 含量的测定 .....	83
<b>第 6 章 氧化-还原滴定实验 .....</b>	<b>86</b>
实验 6.1 过氧化氢含量的测定 .....	86
实验 6.2 水样中化学耗氧量 (COD) 的测定 (高锰酸钾法) .....	88
实验 6.3 铁矿中全铁含量的测定 (无汞定铁法) .....	90
实验 6.4 间接碘量法测定铜合金中的铜含量 .....	92
实验 6.5 直接碘量法测定水果中的抗坏血酸 ( $V_c$ ) 含量 .....	96
实验 6.6 高锰酸钾间接滴定法测定补钙制剂中的钙含量 .....	98
实验 6.7 溴酸钾法测定苯酚 .....	99
<b>第 7 章 沉淀滴定及重量分析实验 .....</b>	<b>103</b>
实验 7.1 莫尔法测定氯化物中的氯含量 .....	103
实验 7.2 佛尔哈德法测定氯化物中的氯含量 .....	105
实验 7.3 二水合氯化钡中钡含量的测定 (硫酸钡晶形沉淀重量分析法) .....	107
实验 7.4 沉淀重量法测定钡 (微波干燥恒重) .....	109
实验 7.5 钢铁中镍含量的测定 .....	111
<b>第 8 章 分光光度法实验 .....</b>	<b>113</b>
实验 8.1 有机化合物紫外吸收光谱的溶剂效应 .....	113
实验 8.2 紫外吸收光谱鉴定物质的纯度 .....	115
实验 8.3 紫外吸收光谱测定蒽醌粗品中蒽醌的含量和摩尔吸光系数 .....	116
实验 8.4 二苯胺可见分光光度法测定 DNA 的含量 .....	118
实验 8.5 茜素红 S 分光光度法测定血清白蛋白 .....	119
实验 8.6 邻二氮菲分光光度法测定微量铁 .....	120
实验 8.7 过硫酸铵氧化法光度测定黄铜中的微量锰 .....	123
实验 8.8 铝的二元与三元络合物的某些性质及其比较 .....	125
<b>第 9 章 综合实验 .....</b>	<b>129</b>
实验 9.1 三草酸合铁 (III) 酸钾的制备及组成分析 .....	129
实验 9.2 二草酸合铜 (II) 酸钾的制备及组成测定 .....	131
实验 9.3 二氯化六氨合镍 (II) 的制备、组成及物性测定 .....	135
实验 9.4 五水硫酸铜的制备及铜含量的测定 .....	138
实验 9.5 硫酸亚铁铵晶体的制备及纯度检验 .....	141

实验 9.6	三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备及组成的测定	144
实验 9.7	过碳酸钠的制备及产品质量检验	148
实验 9.8	水泥熟料中 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$ 和 $\text{MgO}$ 含量的测定	152
实验 9.9	室内空气中甲醛的测定	158
实验 9.10	钢铁中硅、锰、磷的测定	160
<b>第 10 章</b>	<b>设计实验</b>	<b>164</b>
实验 10.1	酸碱滴定方案设计	164
实验 10.2	络合滴定方案设计	165
实验 10.3	氧化-还原滴定方案设计	166
实验 10.4	沉淀滴定及重量分析方案设计	168
<b>附 录</b>		<b>171</b>
附录 1	常用指示剂	171
附录 2	常用缓冲溶液的配制	175
附录 3	常用浓酸、浓碱的密度和浓度	181
附录 4	常用基准物质及其干燥条件与应用	182
附录 5	常用熔剂和坩埚	183
附录 6	相对原子质量表	184
附录 7	常用化合物的相对分子质量表	188
附录 8	定量化学分析实验常用仪器清单	192
附录 9	常用定容玻璃仪器允差	193
附录 10	国产滤纸的型号与性质	194
附录 11	滴定分析实验操作考查表(以 $\text{NaOH}$ 溶液浓度的标定为例)	195
附录 12	常用分析化学术语(汉英对照)	197

# 第 1 章

---

## 分析化学实验的基础知识

### 1.1 化学实验的目的

在无机及分析化学的学习中，实验占有极其重要的地位，它是基础化学实验平台的重要组成部分，也是高等工科院校化学工程、生物工程、轻工技术与工程等专业的的主要基础课程。“无机及分析化学实验”作为一门独立设置的课程，突破了原无机化学和分析化学实验分科设课的界限，使之融为一体，旨在充分发挥无机及分析化学实验教学在素质教育和创新能力培养中的独特地位，使学生在实践中学习、巩固、深化和提高化学的基本知识与基本理论，掌握基本操作，培养实践能力和创新能力。通过实验，达到以下 4 个方面的目的。

(1) 提高对物质变化的感性认识，掌握重要化合物的制备、分离和分析方法，加深对基本原理和基本知识的理解，培养用实验方法获取新知识的能力。

(2) 熟练地掌握实验操作的基本技术，正确使用无机及分析化学实验中的各种常见仪器，培养以下能力：独立工作和独立思考的能力（如在综合性和设计性实验中，培养学生独立准备和进行实验的能力）；细致观察，及时记录实验现象，归纳、综合、处理数据并用文字表述结果的能力；分析实验结果、组织实验、科学研究和创新的能力。

(3) 培养实事求是的科学态度，准确、细致、整洁等良好的科学习惯，科学的思维方法，敬业、一丝不苟和团队协作的工作精神，养成良好的实验室工作习惯。

(4) 了解实验室工作的有关知识，如实验室试剂与仪器的管理、实验可能发生的一般事故及其处理、实验室废液的处理方法等。

### 1.2 化学实验的学习方法

要很好地完成实验任务，达到上述实验目的，除了应有正确的学习态度外，还要有正确的学习方法。“无机及分析化学实验”课程一般有 3 个环节：预习、实验和实验报告。

#### 1. 预习

为了获得良好的实验效果，实验前必须进行预习，通过阅读实验教材、参考书和参考资料，明确实验目的与要求，理解实验原理，清楚操作步骤和注意事项，设计好数据记录格式，写出简明扼要的预习报告（对综合性和设计性实验写出设计方案），并于实验前作好时间安排，然后进入实验室有条不紊地进行各项操作。

## 2. 实验

在教师指导下独立地进行实验是实验课的主要教学环节，也是训练学生正确掌握实验技术、实现化学实验目的的重要手段。实验原则上应根据实验教材上所提示的方法和步骤，使用要求的试剂进行操作，设计新实验或者对一般实验提出新的实验方案，应该与指导教师讨论，修改和定稿后方可进行实验。

实验时要求做到以下几点：

- (1) 认真操作，细心观察，如实而详细地记录实验现象和数据；
- (2) 如果发现实验现象和理论不相符，应尊重实验事实，认真分析和检查其原因，通过必要的手段重做实验，有疑问时尽量自己解决问题，也可以相互轻声讨论或询问实验指导教师；
- (3) 实验过程中应保持肃静，严格遵守实验室工作规则；
- (4) 实验结束后，洗净仪器，整理实验试剂及实验台。

## 3. 实验报告

做完课堂实验只是完成实验的一半，更为重要的工作是分析实验现象，整理实验数据，将感性认识提高到理性思维，因此，必须撰写实验报告。实验报告的内容应包括以下内容：

- (1) 实验目的。
- (2) 实验原理。
- (3) 实验步骤：尽量采用表格、图表、符号等清晰的表示形式。
- (4) 实验现象和数据记录：仔细观察实验现象，表达要全面正确，数据记录要完整。
- (5) 解释、结论或数据处理：根据实验现象作出简明扼要的解释，并写出主要化学反应方程式或离子式，分题目作出小结或最后结论。若有数据计算，务必将依据的公式和主要数据表达清楚。
- (6) 讨论：实验报告可以针对本实验中遇到的疑难问题，对实验过程中发现的异常现象或数据处理时出现的异常结果展开讨论，提出自己的见解，分析实验产生误差的原因，也可对实验方法、教学方法、实验内容等提出自己的意见或建议。

## 1.3 化学实验室的安全规则

化学实验室中的很多试剂易燃、易爆，具有腐蚀性或毒性，存在着不安全因素，所以进行化学实验时，必须重视安全问题，不可麻痹大意。初次进行化学实验的学生，应接受必要的安全教育，且每次实验前都要仔细阅读实验室的安全注意事项。在实验过程中，要遵守实验室的安全规则。

- (1) 不得在实验室内吸烟、进食或喝饮料。
- (2) 浓酸和浓碱具有腐蚀性，配制溶液时，应将浓酸注入水中，而不得将水注入浓酸中。
- (3) 自瓶中取用试剂后，应立即盖好试剂瓶盖，不可将取出的试剂或试液倒回原试剂或试液贮存瓶内。
- (4) 无用的或沾污的试剂要妥善处理。固体弃于废物缸内，无环境污染的液体可用大量水冲入下水道。

(5) 要特别小心汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品。氰化物接触酸会产生具有剧毒的HCN, 因此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, 再倒入下水道中;  $\text{H}_2\text{O}_2$  能腐蚀皮肤。接触化学药品后应立即洗手。

(6) 将玻璃管、温度计或漏斗插入塞子前, 要用水或适当的润滑剂润湿, 然后用毛巾包好才能插入。此时双手不要分得太开, 以免折断或划伤手指。

(7) 闻气味时应用手小心地把气体或烟雾扇向鼻子。取浓  $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 $\text{HCl}$ 、 $\text{HNO}_3$ 、 $\text{H}_2\text{SO}_4$  和  $\text{HClO}_4$  等易挥发的试剂时, 应在通风橱内操作, 不可将瓶口对着自己或他人的面部开启瓶盖。夏季开启瓶盖时, 最好先用冷水冷却。如果不小心将试剂溅到皮肤和眼内, 应立即用水冲洗, 然后用5%碳酸氢钠溶液(酸腐蚀时采用)或5%硼酸溶液(碱腐蚀时采用)冲洗, 最后用水冲洗。

(8) 使用易燃的有机溶剂(乙醇、乙醚、苯、丙酮等)时, 一定要远离火焰和热源; 使用后应将瓶塞盖紧, 置于阴凉处保存。

(9) 下列实验应在通风橱内进行:

①制备或反应产生具有刺激性的、恶臭的或有毒的气体, 如  $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{NO}_2$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{CO}$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{Br}_2$ 、 $\text{HF}$  等。

②加热或蒸发  $\text{HCl}$ 、 $\text{HNO}_3$ 、 $\text{H}_2\text{SO}_4$  或  $\text{H}_3\text{PO}_4$  等溶液。

③溶解或消化试样。消化也称消解, 它是将样品与酸、氧化剂、催化剂等一同置于回流装置或密闭装置中, 加热分解并破坏有机物的一种方法。

(10) 如果发生化学灼伤, 应立即用大量清水冲洗皮肤, 同时脱去被污染的衣服; 如果眼睛受化学灼伤或异物入眼, 应将眼睛睁开, 用大量清水冲洗, 至少持续冲洗15 min; 如果烫伤, 可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏。严重者应立即送医院治疗。

(11) 加热或激烈反应进行时, 人不得离开。

(12) 使用电器设备应特别细心, 切不可用湿手开启电闸和电器开关; 不要使用漏电的仪器, 以免触电。

(13) 使用精密仪器时, 要严格遵守操作规程, 仪器使用完毕后, 将仪器各部分旋钮恢复到原来的位置, 并关闭电源, 拔去插头。

(14) 发生事故时, 要保持冷静, 采取应急措施, 首先切断电源、气源等, 防止事故扩大; 然后报告老师, 必要时尽快拨打119、110或120电话。

## 1.4 分析实验室的实验规则

实验规则是人们在长期实验室工作中归纳总结出来的规则, 是防止意外事故, 保证正常实验的良好环境、工作秩序和做好实验的重要前提。

(1) 实验前应认真进行预习, 并写好预习报告。预习报告的内容包括实验目的和要求、基本原理、简单的实验步骤及实验注意事项, 详细地做好实验安排, 熟悉将要进行的实验。

(2) 要爱护仪器设备, 对不熟悉的仪器设备应先仔细阅读仪器使用说明书或操作规程, 听从教师指导。切不可随意动手, 以防损坏仪器设备。

(3) 实验过程中不要大声说话, 要正确操作, 细心观察, 认真记录, 周密思考; 要遵守实验室安全规则, 保持室内整洁, 随时保持实验台面干净、整齐, 废纸等杂物要丢入废物

缸内；注意节约使用水、电和煤气等，避免浪费。

(4) 实验记录应如实反映实验的情况，通常应按一定格式用黑色签字笔或水性笔书写；所有的原始数据应及时而准确地记录在实验卡上，不要等到实验结束后补记，更不要将原始数据记录在草稿本、小纸片或其他地方，养成实事求是的科学态度，不凭主观意愿删除数据，更不得随意涂改数据；记错的数据轻轻划一道杠，将正确的数据记在旁边，不可乱涂乱改或用橡皮擦拭数据，也不允许随意拼凑、篡改原始数据。

(5) 实验报告一般应包括以下内容：

- ①姓名；
- ②实验项目和实验日期；
- ③实验目的与实验要求、简要原理及主要实验步骤；
- ④实验数据原始记录；
- ⑤结果处理，包括图、表、计算公式及实验结果；
- ⑥实验总结。

(6) 实验结束后，应立即把玻璃器皿清洗干净，将仪器复原，填好仪器使用登记卡，整理好实验台，把当天的实验卡交给老师，并按约定时间及时递交实验报告。

(7) 值日生应认真打扫实验室，关好水、电、煤气、窗、门后，方可离开实验室。

## 1.5 分析实验室用水的制备

分析实验室用于配制溶液的水必须进行纯化。分析要求不同，对水质纯度的要求也不同，故应根据不同的要求，采用不同的方法制备纯水。

### 1. 分析实验室用水的规格

根据 GB/T 6682—2008《分析实验室用水规格和试验方法》的规定，分析实验室用水分为 3 个级别：一级水、二级水和三级水。

(1) 有严格要求的分析实验（包括对颗粒有要求的实验）用一级水，如高效液相色谱用水。一级水可用二级水经过石英设备蒸馏或离子交换混合床处理后，再经 0.2 μm 微孔滤膜过滤来制取。

(2) 无机痕量分析等试验用二级水，如原子吸收光谱分析用水。二级水可用多次蒸馏或离子交换等方法制取。

(3) 一般化学分析实验用三级水。三级水可用蒸馏或离子交换等方法制取。

分析实验室用水规格见表 1.1。为了保持实验室使用的蒸馏水的纯净，蒸馏水瓶要随时加塞，专用虹吸管内外均应保持干净。蒸馏水瓶附近不要存放浓 HCl、NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O 等易挥发试剂，以防污染。通常用洗瓶取蒸馏水。

表 1.1 分析实验室用水规格

项目	一级	二级	三级
pH 范围, 25℃	—*	—	5.0 ~ 7.5
电导率, $\kappa/(mS \cdot m^{-1})$ , 25℃, ≤	0.01	0.10	0.50

续表

项目	一级	二级	三级
可氧化物质 (以 O 计), $\rho(O) / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}) \leq$	—	0.08	0.4
吸光度, 254 nm, 1 cm 光程, $A \leq$	0.001	0.01	
蒸发残渣 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ , $\rho_B / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}) \leq$	—	1.0	2.0
可溶性硅 (以 $\text{SiO}_2$ 计), $\rho_{\text{SiO}_2} / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}) \leq$	0.01	0.02	

\* 难以测定, 不作规定。

普通蒸馏水保存在玻璃容器中, 去离子水保存在聚乙烯塑料容器中, 用于痕量分析的二次亚沸石英蒸馏水等高纯水保存在石英或聚乙烯塑料容器中。

## 2. 水纯度的检测

根据各实验室分析任务的要求和特点, 往往需要对实验用水进行检查, 常检测的项目有酸度、硫酸根、氯离子、钙离子、镁离子、铵离子及游离二氧化碳等。

(1) 酸度检测: 要求纯水的  $\text{pH} = 6 \sim 7$ 。在 2 支试管中各加入 10 mL 待测水, 一支试管中滴入 2 滴 0.1% 甲基红指示剂, 不显红色; 另一支试管中滴入 5 滴 0.1% 溴百里酚蓝指示剂, 不显蓝色, 即为合格。

(2) 硫酸根检测: 取 2~3 mL 待测水, 滴入 2~3 滴  $2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  盐酸酸化, 再滴入 1 滴 0.1% 氯化钡溶液, 放置 15 h, 无沉淀析出则无硫酸根。

(3) 氯离子检测: 取 2~3 mL 待测水, 滴入 1 滴  $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  硝酸酸化, 再滴入 1 滴 0.1% 硝酸银溶液, 无混浊产生, 则无氯离子。

(4) 钙离子检测: 取 2~3 mL 待测水, 滴入数滴  $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  氨水使其呈碱性, 再滴入 2 滴饱和草酸铵溶液, 放置 12 h 后, 无沉淀析出则无钙离子。

(5) 镁离子检测: 取 2~3 mL 待测水, 滴入 1 滴 0.1% 鞣酐黄及数滴  $6 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  氢氧化钠溶液, 若有淡红色出现则有镁离子, 若呈橙色则合格。

(6) 铵离子检测: 取 2~3 mL 待测水, 滴入 1~2 滴内氏试剂, 若呈黄色则有铵离子。

(7) 游离二氧化碳检测: 取 100 mL 待测水注入锥形瓶中, 滴入 3~4 滴 0.1% 酚酞溶液, 若呈淡红色, 表示无游离二氧化碳; 若为无色, 可滴入  $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  氢氧化钠溶液至淡红色, 1 min 内不消失, 即可算出游离二氧化碳的含量。注意, 氢氧化钠溶液用量不能超过 0.1 mL。

## 3. 水纯度分析结果的表示

分析结果通常以待测组分实际存在形式的含量表示, 如果待测组分的实际存在形式不清楚, 则分析结果最好以氧化物或元素形式的含量表示。随着实验用分析系统灵敏度的提高, 对水的纯度有了更高的要求。

分析实验室用水的纯度通常有 4 种表示方法:

(1) 毫克/升 ( $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ ): 表示每升水中含有某物质的毫克数。

(2) 微克/升 ( $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ): 表示每升水中含有某物质的微克数。

(3) 电阻率 ( $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ ): 表示在水中距离 1 cm 的两片面积为  $1 \text{ cm}^2$  大小的电极间的电阻值, 通常又称比电阻。

(4) 电导率 ( $\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$  或  $\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$ ): 电阻率的倒数, 又称导电率。

将自来水中的离子去除会使电阻率升高 (电导率降低), 但并非无限地增加, 这是因为部分水分子电离, 其电阻率极限值为  $18.248 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$  ( $25^\circ\text{C}$ )。此外, 电阻率值会随着水的电离常数而改变, 因而会受到水温的影响。例如,  $25^\circ\text{C}$  超纯水的电阻率为  $18.248 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ , 在  $0^\circ\text{C}$  则为  $84.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ ,  $100^\circ\text{C}$  则为  $1.3 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。在  $25^\circ\text{C}$  附近, 当温度上升  $1^\circ\text{C}$ , 其电阻值将下降  $0.84 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。因此, 多使用补偿至  $25^\circ\text{C}$  的电阻率值作为衡量标准。

#### 4. 各种纯水的制备

一般实验室用的纯水有蒸馏水、二次蒸馏水、去离子水, 以及无二氧化碳蒸馏水、无氨蒸馏水和无氯蒸馏水等特殊用水。

##### 1) 蒸馏水

将自来水在蒸馏装置中加热汽化, 再将蒸气冷凝便得到蒸馏水。由于杂质离子一般不挥发, 所以蒸馏水中所含杂质比自来水少得多, 比较纯净, 可达到三级水的指标, 但少量金属离子、二氧化碳等杂质未能除净。

##### 2) 二次蒸馏水

将蒸馏水进行重蒸馏, 并在准备重蒸馏的蒸馏水中加入适当的试剂以抑制某些杂质的挥发, 如用甘露醇抑制硼的挥发, 用碱性高锰酸钾破坏有机物并防止二氧化碳蒸出等。二次蒸馏水一般可达到二级水指标。第 2 次蒸馏通常采用石英亚沸蒸馏器, 它在液面上方加热, 液面始终处于亚沸状态, 可使水蒸气带出的杂质减至最低。

##### 3) 去离子水

去离子水是将自来水或普通蒸馏水通过离子树脂交换柱后所得到的水, 一般将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而制得。这样得到的水纯度比蒸馏水纯度高, 质量可达到二级或一级水指标, 但对非电解质及胶体物质无效, 同时会有微量的有机物从树脂中溶出, 因此, 根据需要可将去离子水进行重蒸馏以得到高纯水。

市面上有很多离子交换纯水器出售。

##### 4) 特殊用水

(1) 无二氧化碳蒸馏水。将蒸馏水煮沸至原体积的  $3/4$  或  $4/5$ , 隔离空气, 冷却, 贮存于连接碱石灰吸收管的瓶中, 其 pH 应为 7。

(2) 无氨蒸馏水。于每升蒸馏水中加入 25 mL 5% 氢氧化钠溶液, 煮沸 1 h, 然后用前述的方法检查铵离子; 于每升蒸馏水中加入 2 mL 浓硫酸, 经重蒸馏后即可得到无氨蒸馏水。

(3) 无氯蒸馏水。在硬质玻璃蒸馏器中将蒸馏水煮沸蒸馏, 收集中间馏出部分, 即可得到无氯蒸馏水。

## 1.6 常用玻璃器皿的洗涤和干燥

无机及分析化学实验中使用的玻璃仪器常粘附化学药品, 既有可溶性物质, 也有灰尘、和不溶性物质 (油污等)。为了得到正确的实验结果, 实验所用的玻璃仪器必须是洁净的,

有时还需要干燥，因此必须对玻璃仪器进行洗涤和干燥。

### 1. 洗涤方法

玻璃仪器的洗涤方法很多，应根据实验要求、污物的性质、沾污的程度来选用适宜的方法，常用的洗涤方法如下。

#### 1) 刷洗

用水和毛刷刷洗，除去器皿上的污渍、不溶性杂质和可溶性杂质。

#### 2) 去污粉、肥皂、合成洗涤剂洗涤

器皿用水湿润后，再用毛刷蘸取少许去污粉和洗涤剂，将器皿内外洗刷一遍，然后用水边冲边刷洗，直至干净为止。

#### 3) 洗液洗涤

被洗涤器皿尽量保持干燥，在器皿内倒入少许洗液，转动器皿使其内壁被洗液浸润或用洗液浸泡，然后将洗液倒回原装瓶内备用（若洗液的颜色变绿，则另作处理）；用水冲洗器皿内残留的洗液，直至干净为止。热的洗液去污能力更强。

洗液适用于洗涤被无机物沾污的器皿，对有机物和油污也有较强的去污能力，常用来洗涤一些口小、管细等形状特殊的器皿，如吸管、容量瓶等。

洗液具有强酸性和强氧化性，对衣服、皮肤、桌面、橡皮等有腐蚀作用，使用时要特别小心。

#### 4) 酸性洗液洗涤

根据器皿中污物的性质，可直接使用不同浓度的硝酸、盐酸或硫酸进行洗涤或浸泡，并可适当加热。

(1) 浓盐酸（粗）。附着在器皿上的二氧化锰等氧化剂可以用浓盐酸洗涤，大多数不溶于水的无机物也可以用它来洗涤；灼烧过沉淀的瓷坩埚，用 1:1 盐酸洗涤后再用洗液洗涤。

(2) 硝酸-氢氟酸洗液。硝酸-氢氟酸洗液是洗涤玻璃器皿和石英器皿的优良洗涤剂，可以避免杂质金属离子的沾附，洗涤效率高，清洗速度快，但对油脂及有机物的清除效率差。

使用硝酸-氢氟酸洗液时要注意：洗液对皮肤有很强的腐蚀性，操作时应戴手套，若沾到皮肤上，应立即用大量清水冲洗；对玻璃和石英器皿有腐蚀作用，不宜用来洗涤精密玻璃量器、标准磨口仪器、活塞、砂芯漏斗、光学玻璃、精密石英部件、比色皿等；常温下使用，贮存于塑料瓶中。

#### 5) 碱性洗液洗涤

碱性洗液适用于洗涤油脂和有机物，因其作用较慢，一般要浸泡 24 h 或用浸煮的方法洗涤。

(1) 氢氧化钠-高锰酸钾洗液。用此洗液洗涤后的器皿上会残留二氧化锰，必须用盐酸再次洗涤。

(2) 氢氧化钠（钾）-乙醇洗液。此洗液洗涤油脂的效力高于有机溶剂，但不能与玻璃器皿长期接触。

碱性洗液具有腐蚀性，使用时注意避免溅到眼睛上。

#### 6) 有机溶剂洗液洗涤

有机溶剂洗液用于洗涤油脂类、单体原液、聚合物等有机污物。常用的有机溶剂洗液有三氯乙烯、二氯乙烯、苯、二甲苯、丙酮、乙醇、乙醚、三氯甲烷、四氯化碳、汽油、醇醚混合液等，应根据污物性质选择适当的有机溶剂。一般先用有机溶剂洗2次，然后用水冲洗，再用浓酸或浓碱洗液洗，最后用水冲洗。洗不干净时，可先用有机溶剂浸泡一定时间，再如上处理。

此外，还可以根据污物性质对症下药，如用氨水洗去氯化银沉淀，用盐酸和硝酸洗去硫化物沉淀，用10%硫代硫酸钠溶液除去衣服上的碘斑，用硫酸亚铁酸性溶液除去高锰酸钾溶液残留在器壁上的棕色污斑。

不论用上述哪种方法洗涤器皿，最后都必须用自来水冲洗，再用蒸馏水或去离子水荡洗3次。洗涤干净的器皿内壁只应留下均匀的薄层水，壁上不挂水珠，否则必须重洗。

## 2. 常用洗液的配制

(1) 铬酸洗液：将5g重铬酸钾用少量水润湿，慢慢加入80mL粗浓硫酸，搅拌以加速溶解。冷却后贮存在磨口试剂瓶中，防止吸水而失效。

(2) 硝酸-氢氟酸洗液：含氢氟酸约5%、硝酸20%~35%，由100~120mL40%氢氟酸、150~250mL浓硝酸和650~750mL蒸馏水配制而成。洗液出现混浊时，可用塑料漏斗和滤纸过滤；洗涤能力降低时，可适当补充氢氟酸。

(3) 氢氧化钠-高锰酸钾洗液：将4g高锰酸钾溶于少量水中，用10%氢氧化钠溶液稀释至100mL。

(4) 氢氧化钠-乙醇洗液：将120g氢氧化钠溶解在120mL水中，用95%的乙醇稀释至1L。

(5) 硫酸亚铁酸性洗液：含少量硫酸亚铁的稀硫酸溶液，此洗液不能放置，放置后会因 $\text{Fe}^{2+}$ 氧化而失效。

(6) 醇醚混合物：乙醇和乙醚等体积混合。

## 3. 玻璃仪器的干燥

实验经常用到的玻璃仪器应在实验完毕后清洗干净备用。根据不同的实验，对玻璃仪器的干燥有不同的要求，通常实验中用的烧杯、锥形瓶等洗净后即可使用，而有的玻璃仪器则要求在洗净后必须干燥。玻璃仪器常用的干燥方法如下。

### 1) 倒置晾干

将洗净的仪器倒置在干净的仪器架上或在仪器柜内自然晾干。

### 2) 热（冷）风吹干

仪器急需干燥时，可用吹风机吹干，一些不能受热的容量器皿也可用吹风机吹干。吹风前用乙醇、乙醚、丙酮等易挥发的水溶性有机溶剂冲洗一下，器皿干得更快。

### 3) 加热烘干

洗净的仪器可放在烘箱内烘干，烘干温度一般控制在105℃左右，仪器放进烘箱前应尽

量把水倒净。能加热的仪器（如烧杯、试管）也可直接用小火加热烘干。加热前，要把仪器外壁的水擦干，加热时，仪器口要略向下倾斜。

## 1.7 试剂及药品使用规则

### 1. 化学试剂的级别

试剂的纯度影响分析结果的准确度，不同的分析工作对试剂纯度的要求也不相同，因此，必须了解试剂的分类标准，以便正确使用试剂。

我国化学试剂等级标志与某些国家化学试剂等级标志的对照见表 1.2。

表 1.2 化学试剂等级对照表

质量 级序	我国化学试剂等级标志				德、美、英等国 通用等级和符号
	级别	中文标志	符号	瓶签颜色	
1	一级品	保证试剂优级纯	G. R.	绿	G. R.
2	二级品	分析试剂分析纯	A. R.	红	A. R.
3	三级品	化学纯	C. P., P.	蓝	C. P.
4	四级品	化学用实验试剂	L. R.	棕	
5	五级品	生物试剂	B. R., C. R.	黄色等	

G. R. 试剂宜用作基准物质和精密分析；A. R. 试剂的纯度略低于 G. R. 试剂，宜用作大多数分析工作；C. R. 试剂适用于一般分析工作和分析化学教学工作；L. R. 试剂纯度较低，在分析化学中一般用作辅助试剂。另外，还有一些特殊用途的高纯试剂。例如，光谱纯试剂的杂质低于光谱分析法的检测限；色谱纯试剂是指进行色谱分析时使用的标准试剂，在色谱条件下只出现指定化合物的峰，不出现杂质峰；超纯试剂用于痕量分析和一些科学研究工作，其生产、贮存和使用都有一些特殊要求。

指示剂的纯度往往不太明确，除少数标明“分析纯”“试剂四级”外，经常只写明“化学试剂”“企业标准”或“部颁暂行标准”等。常用的有机溶剂也常等级不明，一般只可作为化学纯试剂使用，必要时进行提纯。

生物化学中使用的特殊试剂的纯度表示与化学中使用的一般试剂表示不同。例如，蛋白质类试剂常以含量或某种方法（如电泳法等）测定的杂质含量来表示；酶的纯度以单位时间内能酶解的底物来表示，它是用活力来表示的。

### 2. 试剂的保存和使用

试剂保存不善或使用不当极易变质和沾污，在分析实验中往往是引起误差甚至造成实验失败的主要原因之一。因此，必须按一定的要求保存和使用试剂。

(1) 使用前，要认明标签；取用时，应将盖子反放在干净的地方，不可将瓶盖随意乱放。用干净的药匙取用固体试剂，用毕立即洗净，晾干备用，一般用量筒取用液体试剂。倒

试剂时标签朝上，不要将试剂泼撒在外，多余的试剂不应放回试剂瓶内，取完试剂随手将瓶盖盖好，切不可“张冠李戴”，以防沾污。

(2) 盛试剂的试剂瓶都要贴上标签，标明试剂的名称、规格、日期等，不可在试剂瓶中装入与标签不符的试剂，以免造成差错。标签脱落的试剂，在查明瓶中盛放的试剂前不可使用。标签最好用碳素墨水书写，以保持字迹长久，标签的四周要剪齐，并贴在试剂瓶的2/3处，保持整齐美观。

(3) 取用标准溶液前，应把试剂充分摇匀。

(4) 一般单质和无机盐类的固体，应放在试剂柜内；无机试剂要与有机试剂分开存放；危险性试剂应严格管理，必须分类隔开放置，不能混放在一起。

(5) 易燃液体主要是有机溶剂，极易挥发成气体，遇明火即燃烧。实验中常用的易燃液体有苯、乙醇、乙醚和丙酮等，应单独存放，注意阴凉、通风，远离火源。

(6) 易燃固体无机物的（如硫磺、红磷、镁粉和铝粉等）着火点很低，应单独存放，存放处应通风、干燥。白磷在空气中可自燃，应保存在水里，并放于避光阴凉处。

(7) 遇水燃烧的物品（金属锂、钠、钾、电石和锌粉等）可与水剧烈反应，放出可燃性气体。因此，锂要用石蜡密封，钠和钾应保存在煤油中，电石和锌粉等应放在干燥处。

(8) 易腐蚀玻璃的试剂（如氟化物、苛性碱等）应保存在塑料瓶或涂有石蜡的玻璃瓶中。

(9) 易氧化的试剂（氯化亚锡、低价铁等）、易风化或潮解的试剂（如 $\text{AlCl}_3$ 、无水 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{NaOH}$ 等）应用石蜡密封瓶口。

(10) 易受光分解的试剂（如 $\text{KMnO}_4$ 、 $\text{AgNO}_3$ 等），应用棕色瓶盛装，并保存在暗处。

(11) 易受热分解的试剂、低沸点的液体和易挥发的试剂，应保存在阴凉处。

(12) 剧毒试剂（如氰化物、三氧化二砷、二氯化汞等）应有专人妥善保管，取用时严格做好记录，以免发生事故。

### 3. 常用试剂的提纯

利用仪器分析法进行痕量或超痕量测定时，对试剂有特殊要求。例如，单晶硅的纯度在99.999 9%以上，杂质含量不超过0.000 1%，分析这类高纯物质时，必须使用高纯度的试剂；甲醇或乙腈在高效液相色谱法中经常被用作流动相，要求其中不含芳烃，否则会干扰测定。对于这些实验，即使使用优级纯也必须进行适当的提纯处理。

在试剂提纯过程中，不可能也无必要除去所有杂质，只需要针对分析的某种特殊要求，除去其中的某些杂质即可。例如，光谱分析中所使用的光谱纯试剂，仅要求所含杂质低于光谱分析法的检测限。因此，适宜某种用途的试剂，也许完全不适用另一些用途。

蒸馏、重结晶、色谱、电泳和超离心等技术是常用的试剂提纯方法。几种常用溶剂或熔剂的提纯方法如下。

#### 1) 盐酸

盐酸用蒸馏法或等温扩散法提纯。盐酸形成恒沸化合物，恒沸点为 $110^\circ\text{C}$ ，因此借助于蒸馏能够获得恒沸组成的纯酸。蒸馏器需用石英蒸馏器，取中段馏出液。

等温扩散法提纯盐酸的步骤为：在直径30 cm的干燥器中（玻璃干燥器须在内壁涂一层