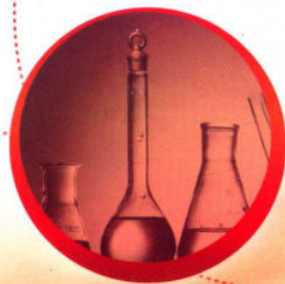
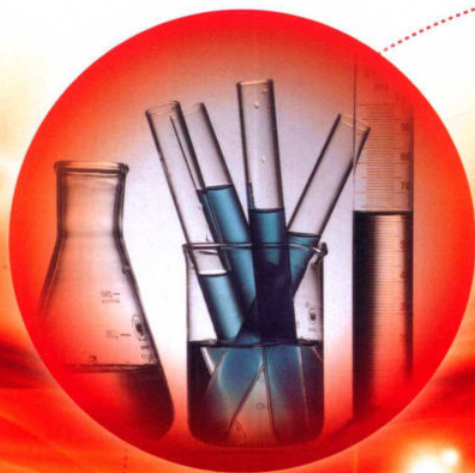


高等学校“十三五”规划教材



# 分析化学实验

王艳玮 马兆立 主编



化学工业出版社



《分析化学实验》共分四章，第一章为绪论，介绍了分析化学实验课的要求和分析化学实验的学习方法、化学实验室安全知识等。第二章为分析化学实验基本知识，介绍了纯水的制备及鉴定、化学试剂规格、溶液及其配制、滴定分析的仪器和基本操作等。第三章为化学分析部分，编入了二十四实验，包括验证性实验和综合性实验，基本满足了理工科对化学分析实验的要求。第四章为仪器分析部分，编入了二十个实验，包含了教学中广泛使用的色谱分析、光谱分析和电化学分析等主要方法。

《分析化学实验》可作为高等院校化学、化工、材料、环境类专业及相关专业本科生的教材。

# 分析化学实验

主编 马兆立 王艳玮

## 图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验/王艳玮, 马兆立主编. —北京: 化学工业出版社, 2019. 12  
ISBN 978-7-122-35838-7

I. ①分… II. ①王…②马… III. ①分析化学-化学实验 IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2019) 第 278199 号

责任编辑: 宋林青  
责任校对: 张雨彤

文字编辑: 刘志茹  
装帧设计: 刘丽华

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)

印刷: 北京京华铭诚工贸有限公司

装订: 三河市振勇印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张 10½ 彩插 1 字数 256 千字 2020 年 2 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888

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: 28.00 元

版权所有 违者必究

# 前言

分析化学是一门实践性很强的学科,分为化学分析和仪器分析,其实验课是教学中的一个重要环节。化学分析实验和仪器分析实验都是理工类各专业学生的基础实验课程,主要向学生传授物质组成的分析原理和分析方法,是学生将来从事科研和生产活动必不可少的知识和技能。化学分析实验旨在使学生巩固、加深对分析化学基本原理的理解,培养学生良好的实验习惯、实事求是的科学作风以及独立思考问题和解决问题的能力。仪器分析实验的目的是使学生了解各类现代分析仪器的基本结构原理,熟悉多种仪器的操作方法及使用维护,掌握化学物质的现代分析手段,深刻理解物质组成、结构和性质的内在关系。

本书共有四章,第一章为绪论,介绍了分析化学实验课的要求、分析化学实验的学习方法、化学实验室安全知识、实验室的三废处理及化学实验室守则等。第二章为分析化学实验基本知识,介绍了纯水的制备及鉴定、化学试剂规格、溶液及其配制、滴定分析的仪器和基本操作等。第三章为化学分析实验,编入了二十四四个实验,包括验证性实验和综合性实验,基本满足了理工科对化学分析实验的要求。第四章为仪器分析实验,编入了二十个实验,包含了在仪器分析实验教学中广泛使用的色谱分析、光谱分析和电化学分析的主要方法。书后附录列出了进行各类实验可能需要的参考数据,以便查阅。本书可作为高等学校化学、化工、材料、环境类专业及相关专业本科生的分析化学实验教材。

本书由编者结合所在学校的仪器条件和多年的教学实践经验,借鉴了多个兄弟院校的相关教材,在原来使用多年的自编讲义《基础化学实验》和《仪器分析实验》的基础上编写而成。

本书由青岛大学马兆立负责编写第一章和第四章,青岛大学的王艳玮负责编写第二章和第三章。本书由王艳玮和马兆立主编,王艳玮负责全书的筹划和统稿。参加本书编写的还有青岛大学的王越、王蕊、刘会峦、胡艳芳、黄震、张慧、王凤云、高翠丽、张浴晖等。本教材在编写过程中,得到了青岛大学有关领导和同行的大力支持,在此表示衷心感谢。

由于编者水平有限,书中难免会有疏漏和不当之处,敬请读者批评指正。

编 者

2019-9-16

# 目 录

第一章 绪论	1
第一节 分析化学实验课的要求	1
一、化学分析实验要求	1
二、仪器分析实验要求	2
第二节 分析化学实验的学习方法	2
一、课前充分预习	2
二、课堂规范操作	3
三、课后如实书写实验报告	3
第三节 化学实验室安全知识	5
一、分析化学实验守则	5
二、危险品的使用	6
三、化学中毒和化学灼伤事故的预防	6
四、一般伤害的救护	7
五、灭火常识	7
第四节 实验室的三废处理	8
一、实验室的废气	8
二、实验室的废渣	8
三、实验室的废液	8
第五节 化学实验室守则	9
第二章 分析化学实验基本知识	11
第一节 纯水的制备及鉴定	11
一、纯水的规格	11
二、纯水的制备	11
三、纯水的检验及合理选用	12
第二节 化学试剂规格	12
第三节 溶液及其配制	13
一、非标准溶液	13
二、标准物质	14
三、标准溶液	14
四、缓冲溶液	14
第四节 气体钢瓶	15
第五节 滴定分析的仪器和基本操作	15
一、滴定管	16

	二、容量瓶	17
	三、移液管	17
第六节	重量分析基本操作	18
	一、沉淀的过滤	18
	二、沉淀的洗涤和转移	19
第七节	样品处理	20
	一、样品前处理在分析化学中的地位及分类	20
	二、样品前处理技术的发展	20
	三、样品前处理技术研究进展	21
<hr/>		
<b>第三章</b>	<b>化学分析实验</b>	<b>23</b>
第一节	验证性实验	23
实验一	电子天平的使用方法 & 称量操作练习	23
实验二	溶液的配制	26
实验三	滴定分析基本操作练习	27
实验四	酸碱标准溶液的标定	28
实验五	有机酸(草酸)摩尔质量的测定(酸碱滴定法)	30
实验六	铵盐中氮含量的测定	32
实验七	混合碱中 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 和 $\text{NaHCO}_3$ 含量的测定	33
实验八	缓冲溶液的配制与性质实验	36
实验九	酸碱解离平衡常数的测定	38
实验十	双氧水中 $\text{H}_2\text{O}_2$ 含量的测定	39
实验十一	水样中化学耗氧量的测定	41
实验十二	漂白液中有效氯含量的测定——间接碘量法	44
实验十三	碘量法测定铜盐中铜含量	47
实验十四	自来水总硬度的测定(配位滴定法)	49
实验十五	自来水中氯含量的测定(莫尔法)	51
实验十六	生理盐水中 $\text{NaCl}$ 含量的测定(银量法)	54
实验十七	重量法测定钡盐中钡的含量	55
第二节	综合性实验	59
实验十八	胃舒平中 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 和 $\text{MgO}$ 含量的测定	59
实验十九	铁矿中全铁含量的测定(无汞定铁法)	62
实验二十	钢铁中镍含量的测定(丁二酮肟有机试剂沉淀重量分析法)	63
第三节	自主设计实验	65
实验二十一	白醋酸度的测定	65
实验二十二	维生素 C 含量的测定	67
实验二十三	粗盐提纯及海水中 $\text{Ca}$ 、 $\text{Mg}$ 含量分析	68
实验二十四	蛋壳中 $\text{Ca}$ 、 $\text{Mg}$ 含量的测定	73
<hr/>		
<b>第四章</b>	<b>仪器分析实验</b>	<b>76</b>
第一节	色谱分析法	76
	一、气相色谱法	76
实验二十五	气相色谱法对苯系物的分离分析	79

实验二十六	程序升温气相色谱法对醇系物的分离分析	82
二、	高效液相色谱法	83
实验二十七	反相色谱法测定饮料中咖啡因的含量	85
三、	离子色谱法	86
实验二十八	离子色谱法测定环境水样中的无机阴离子	88
四、	凝胶渗透色谱法	90
实验二十九	凝胶渗透色谱法测定聚合物的分子量及分子量分布	91
第二节	电化学分析法	95
一、	电位滴定法	95
实验三十	$K_2Cr_2O_7$ 电位滴定法滴定硫酸亚铁铵溶液	96
二、	离子选择性电极分析法	98
实验三十一	离子选择性电极法测定水中的微量氟	99
三、	循环伏安法	101
实验三十二	循环伏安法测定铁氰化钾的电极反应过程	102
第三节	毛细管电泳法	105
实验三十三	毛细管电泳法测定饮料中苯甲酸和山梨酸的含量	107
第四节	光谱分析法	109
一、	紫外-可见光谱法	109
实验三十四	邻菲罗啉分光光度法测定铁	112
实验三十五	紫外分光光度法测定苯酚	115
实验三十六	四溴双酚 A 存在时苯酚含量的紫外分光光度法测定	116
二、	荧光分析法	117
实验三十七	荧光法测定维生素 $B_2$ 的含量	121
实验三十八	硫酸奎宁的激发光谱和发射光谱的测定	124
三、	红外光谱分析法	125
实验三十九	液体石蜡、乙苯、苯甲酸钠的红外光谱测定与谱图分析	129
实验四十	聚苯乙烯的红外光谱测定与谱图分析	131
四、	原子吸收光谱法	132
实验四十一	火焰原子吸收分光光度法测定自来水中的钙、镁	137
实验四十二	石墨炉原子吸收光谱法测定水中痕量镉	139
五、	原子荧光光谱法	141
实验四十三	氢化物-原子荧光光谱法测定水中总砷含量	142
六、	电感耦合等离子体发射光谱法	144
实验四十四	电感耦合等离子体发射光谱法测定水样中的多种元素	145
第五节	质谱法	147
实验四十五	气相色谱-质谱联用定性分析正构烷烃	148
实验四十六	液质联用定性分析苯甲酸和十六烷基三甲基溴化铵	150
附录		151
附录一	市售酸碱的浓度和密度	151
附录二	常用指示剂	151
附录三	常用缓冲溶液的配制	153
附录四	常用基准物质的干燥及应用	153

附录五	弱电解质的电离常数 (约 0.1~0.01mol/L 水溶液)	154
附录六	某些配离子的稳定常数	156
附录七	化合物的溶度积常数 (25℃, I=0)	157
附录八	原子吸收分光光度法中常用的分析线	158
附录九	原子吸收分光光度法中的常用火焰	158
附录十	红外光谱的九个重要区段	159
参考文献		160

1	实验一 酸碱指示剂的配制	1
2	实验二 酸碱指示剂的配制	2
3	实验三 酸碱指示剂的配制	3
4	实验四 酸碱指示剂的配制	4
5	实验五 酸碱指示剂的配制	5
6	实验六 酸碱指示剂的配制	6
7	实验七 酸碱指示剂的配制	7
8	实验八 酸碱指示剂的配制	8
9	实验九 酸碱指示剂的配制	9
10	实验十 酸碱指示剂的配制	10
11	实验十一 酸碱指示剂的配制	11
12	实验十二 酸碱指示剂的配制	12
13	实验十三 酸碱指示剂的配制	13
14	实验十四 酸碱指示剂的配制	14
15	实验十五 酸碱指示剂的配制	15
16	实验十六 酸碱指示剂的配制	16
17	实验十七 酸碱指示剂的配制	17
18	实验十八 酸碱指示剂的配制	18
19	实验十九 酸碱指示剂的配制	19
20	实验二十 酸碱指示剂的配制	20
21	实验二十一 酸碱指示剂的配制	21
22	实验二十二 酸碱指示剂的配制	22
23	实验二十三 酸碱指示剂的配制	23
24	实验二十四 酸碱指示剂的配制	24
25	实验二十五 酸碱指示剂的配制	25
26	实验二十六 酸碱指示剂的配制	26
27	实验二十七 酸碱指示剂的配制	27
28	实验二十八 酸碱指示剂的配制	28
29	实验二十九 酸碱指示剂的配制	29
30	实验三十 酸碱指示剂的配制	30
31	实验三十一 酸碱指示剂的配制	31
32	实验三十二 酸碱指示剂的配制	32
33	实验三十三 酸碱指示剂的配制	33
34	实验三十四 酸碱指示剂的配制	34
35	实验三十五 酸碱指示剂的配制	35
36	实验三十六 酸碱指示剂的配制	36
37	实验三十七 酸碱指示剂的配制	37
38	实验三十八 酸碱指示剂的配制	38
39	实验三十九 酸碱指示剂的配制	39
40	实验四十 酸碱指示剂的配制	40
41	实验四十一 酸碱指示剂的配制	41
42	实验四十二 酸碱指示剂的配制	42
43	实验四十三 酸碱指示剂的配制	43
44	实验四十四 酸碱指示剂的配制	44
45	实验四十五 酸碱指示剂的配制	45
46	实验四十六 酸碱指示剂的配制	46
47	实验四十七 酸碱指示剂的配制	47
48	实验四十八 酸碱指示剂的配制	48
49	实验四十九 酸碱指示剂的配制	49
50	实验五十 酸碱指示剂的配制	50
51	实验五十一 酸碱指示剂的配制	51
52	实验五十二 酸碱指示剂的配制	52
53	实验五十三 酸碱指示剂的配制	53
54	实验五十四 酸碱指示剂的配制	54
55	实验五十五 酸碱指示剂的配制	55
56	实验五十六 酸碱指示剂的配制	56
57	实验五十七 酸碱指示剂的配制	57
58	实验五十八 酸碱指示剂的配制	58
59	实验五十九 酸碱指示剂的配制	59
60	实验六十 酸碱指示剂的配制	60
61	实验六十一 酸碱指示剂的配制	61
62	实验六十二 酸碱指示剂的配制	62
63	实验六十三 酸碱指示剂的配制	63
64	实验六十四 酸碱指示剂的配制	64
65	实验六十五 酸碱指示剂的配制	65
66	实验六十六 酸碱指示剂的配制	66
67	实验六十七 酸碱指示剂的配制	67
68	实验六十八 酸碱指示剂的配制	68
69	实验六十九 酸碱指示剂的配制	69
70	实验七十 酸碱指示剂的配制	70
71	实验七十一 酸碱指示剂的配制	71
72	实验七十二 酸碱指示剂的配制	72
73	实验七十三 酸碱指示剂的配制	73
74	实验七十四 酸碱指示剂的配制	74
75	实验七十五 酸碱指示剂的配制	75
76	实验七十六 酸碱指示剂的配制	76
77	实验七十七 酸碱指示剂的配制	77
78	实验七十八 酸碱指示剂的配制	78
79	实验七十九 酸碱指示剂的配制	79
80	实验八十 酸碱指示剂的配制	80
81	实验八十一 酸碱指示剂的配制	81
82	实验八十二 酸碱指示剂的配制	82
83	实验八十三 酸碱指示剂的配制	83
84	实验八十四 酸碱指示剂的配制	84
85	实验八十五 酸碱指示剂的配制	85
86	实验八十六 酸碱指示剂的配制	86
87	实验八十七 酸碱指示剂的配制	87
88	实验八十八 酸碱指示剂的配制	88
89	实验八十九 酸碱指示剂的配制	89
90	实验九十 酸碱指示剂的配制	90
91	实验九十一 酸碱指示剂的配制	91
92	实验九十二 酸碱指示剂的配制	92
93	实验九十三 酸碱指示剂的配制	93
94	实验九十四 酸碱指示剂的配制	94
95	实验九十五 酸碱指示剂的配制	95
96	实验九十六 酸碱指示剂的配制	96
97	实验九十七 酸碱指示剂的配制	97
98	实验九十八 酸碱指示剂的配制	98
99	实验九十九 酸碱指示剂的配制	99
100	实验一百 酸碱指示剂的配制	100

### 实验四 酸碱标准溶液的标定

#### 【实验目的】

1. 巩固分析天平的正确使用方法，掌握滴定法测定分析试剂含量的方法。  
2. 掌握酸碱标准溶液浓度的标定方法。

#### 【实验原理】

用来标定酸、碱标准溶液的基准物质很多。该实验用无水 Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 标定 HCl 溶液，以甲基橙为指示剂，滴定反应如下：

$$Na_2CO_3 + 2HCl \rightarrow 2NaCl + H_2O + CO_2 \uparrow$$

根据化学反应计量关系，有：

# 第一章

## 绪论

### 第一节 分析化学实验课的要求

#### 一、化学分析实验要求

学生通过化学分析实验,可以加深对分析化学基本概念和基本理论的理解;正确和熟练掌握化学分析实验基本操作,学习化学分析实验的基本知识,掌握典型的化学分析方法;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;学会正确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;提高观察、分析和解决问题的能力,为学习后续课程和将来参加工作打下良好的基础。

为了达到上述目的,对化学分析实验课提出以下基本要求:

① 认真预习 每次实验前必须明确实验目的和要求,了解实验步骤和注意事项,写好预习报告,做到心中有数。预习报告应包括实验的原理、步骤、数据记录表格、计算公式,还包括实验过程中的注意事项等。未预习者不得进行实验。

② 仔细实验,如实记录,积极思考 实验过程中,要认真学习有关分析方法的基本操作技术,在教师指导下正确使用仪器,严格按照规范进行操作。实验中使用过的仪器应按正确的洗涤方法洗涤至洁净。滴定管、容量瓶、移液管、吸量管在使用前、使用时、使用后的操作应规范正确。细心观察实验现象,不应将计算器带入实验室,实验数据直接记录在专用的、预先编好页码的原始数据记录表上,完成实验后把原始数据记录表提交给实验老师签字确认,不得随意涂改;同时要勤于思考、分析问题,培养良好的实验习惯和科学作风。实验完成后应做好清洁卫生工作,保持仪器、台面、水槽的洁净。

③ 认真写好实验报告 根据实验记录进行整理、分析、归纳、计算,并及时写好实验报告。实验报告一般包括实验名称、实验日期、实验原理、主要试剂和仪器及其工作条件、实验步骤、实验数据及其分析处理、实验结果和讨论。实验报告应简明扼要,图表清晰。

④ 严格遵守实验室规则,注意安全 保持实验室内安静、整洁。实验台面保持清洁,仪器和试剂按照规定摆放整齐有序。爱护实验仪器设备,实验中如发现仪器工作不正常,应及时报告教师处理。实验中要注意节约。安全使用电、水和有毒或腐蚀性的试剂。每次实验结束后,应将所用的试剂及仪器复原,清洗好用过的器皿,整理好实验室。

⑤ 每次实验不得迟到 迟到超过 10min 取消此次实验资格。因病、因事缺席，必须请假。

## 二、仪器分析实验要求

仪器分析实验是学生在教师指导下，以分析仪器为工具，亲自动手获得所需要物质化学组成和结构等信息的教学实践活动。通过仪器分析实验，学生可加深对有关仪器分析方法基本原理的理解，掌握仪器分析实验的基本知识和技能，合理地选择实验条件，学会正确使用分析仪器，正确处理实验数据和表达实验结果，培养学生严谨的科学态度和独立工作的能力。

为了达到以上教学目的，对仪器分析实验提出以下基本要求：

① 仪器分析实验所用仪器一般较昂贵，同一实验室不可能购置多套同类仪器。仪器分析实验通常采用大循环方式组织教学，因此学生在实验前必须做好预习工作，仔细阅读仪器分析实验教材，了解分析方法和分析仪器的基本原理、仪器主要部件的功能、操作程序以及注意事项。

② 学会正确使用仪器。学生要在教师指导下熟悉和使用仪器。详细了解仪器的性能，防止损坏仪器和发生安全事故，应始终保持实验室整洁和安静的教学秩序。必须注意：未经教师允许，学生不得随意开关仪器，不得改变仪器工作参数。

③ 在实验过程中学生要认真学习有关分析方法的基本技术，要细心观察实验现象，仔细记录实验数据和分析测试的仪器条件。要学会选择最佳实验条件，积极思考，勤于动手，培养良好的实验习惯和科学作风。

④ 爱护实验室的仪器设备。实验中如发现仪器工作异常，应及时报告教师处理。每次实验结束，应将所用仪器复原，容器清洗干净，整理好实验室的各类设施与环境卫生。

⑤ 认真写好实验报告。实验报告应简明扼要，图表清晰，条理清楚。实验报告的内容包括实验名称、完成日期、方法原理、仪器名称及型号、主要仪器的工作参数、主要实验步骤、实验数据或图谱、实验中出现的现象、实验数据分析和结果处理、问题讨论等部分。

## 第二节 分析化学实验的学习方法

分析化学实验是在教师的正确引导下由学生独立或合作完成的（化学分析实验独立完成、仪器分析实验合作完成），因此实验效果与正确的学习态度和学习方法密切相关。对于分析化学实验的学习方法，应抓住以下三个重要环节。

### 一、课前充分预习

实验课前预习是必要的准备工作，是做好实验的前提。对实验预习必须给予足够的重视，如果不预习，对实验目的、要求以及内容不清楚，不许进行实验。为了保证实验质量，实验前任课教师需检查预习情况。查看预习报告，对未预习或预习不合格者，任课教师有权禁止其进行本次实验。

实验预习一般应达到以下要求：

① 认真阅读实验教材，明确实验目的、理解实验原理、熟悉实验内容、掌握实验方法、

熟记实验中有关注意事项，在此基础上简明扼要地写出预习笔记。

② 实验预习报告是进行实验的首要环节，预习报告应当包括简要的实验步骤与操作、数据记录表格、数据计算公式等。

③ 为规范实验操作，在化学分析实验学期第一堂实验课，每人必须接受实验室安全教育及观看标准实验操作视频。

④ 按时到达实验室，专心听指导老师讲解，无故迟到 10min 以上者禁止进行此次实验。

## 二、课堂规范操作

实验是培养独立工作或团队合作及思维能力的重要环节，必须认真完成。

① 在充分预习的基础上规范操作，仔细观察实验现象，一丝不苟，及时如实将实验现象、数据记录填写在预习报告中。按要求处理好废液，对使用的公用仪器要求自觉管理好，并在相关记录本上登记，这是养成良好科学素养必须进行的训练。

② 对于自主设计实验，审题要确切，方案要合理，现象要清晰。在实验中发现设计方案存在问题时，应找出原因，及时修改方案，直至达到满意的结果。

③ 在实验中遇到疑难问题或者“反常现象”，应认真分析操作过程，思考原因。为了正确说明问题，可在教师指导下重新进行一组实验，以培养独立分析、解决问题的能力。

④ 实验中自觉养成良好的科学习惯，遵守实验工作规则。实验过程中应始终保持桌面布局合理、环境整洁。

⑤ 实验结束，所得的实验结果必须经教师认可并在原始数据记录上签字后，才能离开实验室。

## 三、课后如实书写实验报告

实验报告是对每次所做实验的概括和总结，必须严肃认真如实书写。

一份合格的报告应包括以下 7 部分内容。

① 实验目的和要求；

② 实验原理；

③ 仪器和试剂；

④ 实验步骤；

⑤ 原始数据记录及数据处理；

⑥ 讨论；

⑦ 思考题。

每次实验报告应按时连同教师签过字的原始数据一起交。

## 例 酸碱标准溶液的标定

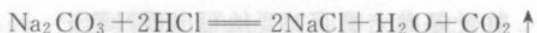
### 【实验目的】

1. 巩固分析天平的正确使用，继续练习滴定分析的基本操作。

2. 学习酸碱溶液浓度的标定方法。

### 【实验原理】

可用来标定酸、碱标准溶液的基准物质很多。本实验用无水  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  作为基准物质来标定 HCl 溶液，以甲基橙为指示剂，滴定反应如下：



按反应计量关系, 有:  $n(\text{Na}_2\text{CO}_3) : n(\text{HCl}) = 1 : 2$

根据所用  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  的质量和  $\text{HCl}$  溶液的体积, 可求出  $\text{HCl}$  溶液的准确浓度:

$$c(\text{HCl}) = \frac{2m(\text{Na}_2\text{CO}_3)}{V(\text{HCl})M(\text{Na}_2\text{CO}_3)/1000}$$

式中,  $c(\text{HCl})$  为盐酸浓度, mol/L;  $m(\text{Na}_2\text{CO}_3)$  为碳酸钠的质量, g;  $V(\text{HCl})$  为消耗盐酸的体积, mL;  $M(\text{Na}_2\text{CO}_3)$  为碳酸钠的摩尔质量。

用已标定的  $\text{HCl}$  标准溶液可以测定  $\text{NaOH}$  标准溶液的准确浓度。

### 【仪器和试剂】

仪器: 烧杯, 台秤, 天平, 容量瓶, 移液管, 锥形瓶, 滴定管。

试剂: 浓盐酸 (AR), 固体  $\text{NaOH}$  (AR), 无水碳酸钠 (AR), 甲基橙指示剂, 酚酞指示剂。

### 【实验步骤】

#### 1. 配制 0.1mol/L $\text{HCl}$ 溶液 400mL

根据原装浓盐酸瓶标签可知其质量分数为 0.368, 密度为 1.19g/mL, 计算浓盐酸物质的量浓度, 进一步计算出配制 400mL 0.1mol/L  $\text{HCl}$  溶液所需浓盐酸的体积。将适量的蒸馏水倒入烧杯中, 再加入计算的浓盐酸量, 搅拌后加蒸馏水稀释到 400mL, 混合均匀。

#### 2. 配制 0.1mol/L $\text{NaOH}$ 溶液 500mL

先计算配制 500mL 0.1mol/L  $\text{NaOH}$  溶液所需固体  $\text{NaOH}$  的质量 (单位为 g)。用台秤称出后转入 500mL 烧杯中, 加适量水溶解, 加蒸馏水稀释至 500mL, 搅匀。

#### 3. $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 基准溶液的配制

在分析天平上准确称取 1.20~1.40g 无水  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 置于烧杯中, 加入 50mL 蒸馏水, 微热, 小心搅拌使之溶解。冷却后, 小心将其全部转移至 250mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混合均匀。

#### 4. $\text{HCl}$ 溶液的标定

用移液管移取 25.00mL  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液于锥形瓶中, 加入甲基橙指示剂 1~2 滴, 混匀, 此时溶液呈黄色。

在滴定管中装入浓度约为 0.1mol/L 的待标定  $\text{HCl}$  溶液。记下初始读数后, 用  $\text{HCl}$  滴定  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液, 并不断摇动, 直到溶液恰好变为橙色为止。记下滴定管最后读数。重复滴定三次, 要求彼此的体积差小于 0.10mL, 计算  $\text{HCl}$  标准溶液的浓度。

#### 5. $\text{NaOH}$ 溶液浓度的测定

用移液管移取 25.00mL  $\text{HCl}$  标准溶液于锥形瓶中, 加入 1~2 滴酚酞, 在滴定管中装入待测  $\text{NaOH}$  溶液。用  $\text{NaOH}$  滴定  $\text{HCl}$  至溶液由无色变为微红色 (放置 30s 不褪色) 为止。重复滴定三次, 要求彼此的体积差小于 0.10mL, 计算  $\text{NaOH}$  标准溶液的浓度。

### 【原始数据记录及数据处理】

#### 1. $\text{HCl}$ 溶液的标定

记录项目	I	II	III
称量瓶 + $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 的质量(前)/g			
称量瓶 + $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 的质量(后)/g			
$\text{Na}_2\text{CO}_3$ 的质量/g			
$\text{HCl}$ 体积终读数/mL			

续表

记录项目	I	II	III
HCl 体积初读数/mL			
$V_{\text{HCl}}/\text{mL}$			
$c_{\text{HCl}}/(\text{mol/L})$			
$\bar{c}_{\text{HCl}}/(\text{mol/L})$			
个别测定的绝对偏差			
相对平均偏差/%			

## 2. NaOH 溶液浓度的测定

记录项目	I	II	III
NaOH 体积终读数/mL			
NaOH 体积初读数/mL			
$V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$			
$\bar{c}_{\text{HCl}}/(\text{mol/L})$			
$c_{\text{NaOH}}/(\text{mol/L})$			
$\bar{c}_{\text{NaOH}}/(\text{mol/L})$			
个别测定的绝对偏差			
相对平均偏差/%			

### 【讨论】

(略)

### 【思考题】

(略)

## 第三节 化学实验室安全知识

化学实验室是学习、研究化学的重要场所。在实验室中,经常接触到各种化学药品和各种仪器。实验室常常潜藏着诸如爆炸、着火、中毒、灼伤、割伤、触电等事故的危险性。因此,实验者必须特别重视实验安全。

### 一、分析化学实验守则

- ① 实验前认真预习,明确实验目的,了解实验原理,熟悉实验内容、方法和步骤。
- ② 严格遵守实验室的规章制度,听从教师的指导。实验中要保持安静,有条不紊,保持实验室的整洁。
- ③ 实验中要规范操作,仔细观察,认真思考,如实记录。
- ④ 爱护仪器,节约水、电、煤气和试剂药品。精密仪器使用后要在登记本上记录使用情况,并经教师检查认可。
- ⑤ 凡涉及有毒气体的实验,都应在通风橱中进行。
- ⑥ 废纸、火柴梗、碎玻璃和各种废液倒入废物桶或其他规定的回收容器中。

- ⑦ 损坏仪器应填写仪器破损单, 按规定进行赔偿。
- ⑧ 发生意外事故应保持镇静, 立即报告教师, 及时处理。
- ⑨ 实验完毕, 整理好仪器、药品和台面, 清扫实验室, 关好煤气、水、电的开关和门、窗。
- ⑩ 根据原始记录, 独立完成实验报告。

## 二、危险品的使用

① 浓酸和浓碱具有强腐蚀性, 不要把它们洒在皮肤或衣物上。废酸应倒入废液缸中, 但不要再向里面倾倒碱液, 以免酸碱中和产生大量的热而发生危险。

② 强氧化剂(如高氯酸、氯酸钾等)及其混合物(氯酸钾与红磷、碳、硫等的混合物)不能研磨或撞击, 否则易发生爆炸。

③ 银氨溶液放久后会变成氮化银而引起爆炸, 因此用剩的银氨溶液应及时处理。

④ 活泼金属钾、钠等不要与水接触或暴露在空气中, 应将它们保存在煤油中, 用镊子取用。

⑤ 白磷有剧毒, 并能灼伤皮肤, 切勿与人体接触。白磷在空气中易自燃, 应保存在水中。取用时, 应在水下进行切割, 用镊子夹取。

⑥ 氢气与空气的混合物遇火会发生爆炸, 因此产生氢气的装置要远离明火。点燃氢气时, 必须先检查氢气的纯度。进行生产大量氢气的实验时, 应把废气通至室外, 并注意室内的通风。

⑦ 有机溶剂(乙醇、乙醚、苯、丙酮等)易燃, 使用时一定要远离明火, 用后要把瓶塞塞严, 放在阴凉的地方, 最好放入沙桶内。

⑧ 进行能产生有毒气体(如氟化氢、硫化氢、氯气、一氧化碳、二氧化碳、二氧化氮、二氧化硫、溴等)的反应时, 加热盐酸、硝酸和硫酸时, 均应在通风橱中进行。

⑨ 汞易挥发, 会在人体内积累, 引起慢性中毒。可溶性汞盐、铬的化合物、氰化物、砷盐、铋盐、镉盐和钡盐都有毒, 不得进入口内或接触伤口, 其废液也不能倒入下水道, 应统一回收处理。为了减少汞液面的蒸发, 可在汞液面上覆盖化学液体: 甘油的效果最好, 5%  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  溶液次之, 水的效果最差。溅落的汞应尽量用毛刷蘸水收集起来, 直径大于 1mm 的汞粒可用吸气球或真空泵抽吸的捡汞器捡起来。撒落过汞的地方可以撒上多硫化钙、硫黄粉或漂白粉, 或喷洒药品使汞生成不挥发的难溶盐, 并要扫除干净。

## 三、化学中毒和化学灼伤事故的预防

① 保护好眼睛, 防止眼睛受刺激性气体的熏染, 防止任何化学药品特别是强酸、强碱、玻璃屑等异物进入眼内。

② 禁止用手直接取用任何化学药品, 使用有毒药品时, 除用药匙、量器外, 必须戴橡皮手套, 实验后马上清洗仪器用具, 立即用肥皂洗手。

③ 尽量避免吸入任何药品和溶剂的蒸气。处理具有刺激性、恶臭和有毒的化学药品时, 如  $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{NO}_2$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{Br}_2$ 、 $\text{CO}$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{HCl}$ 、 $\text{HF}$ 、浓硝酸、发烟硫酸、浓盐酸、乙酰氯等, 必须在通风橱中进行。通风橱开启后, 不要把头伸入橱内, 并保持实验室通风良好。

④ 严禁在酸性介质中使用氰化物。

⑤ 用移液管或吸量管移取浓酸、浓碱、有毒液体时, 禁止用口吸取, 应该用洗耳球吸取。严禁品尝药品试剂, 不得用鼻子直接嗅气体, 而是用手向鼻孔扇入少量气体。

⑥ 实验室内禁止吸烟进食，禁止穿拖鞋。

#### 四、一般伤害的救护

① 割伤 可用消毒棉棒把伤口清理干净，若有玻璃碎片需小心挑出，然后涂以紫药水等抗菌药物消炎并包扎。

② 烫伤 一旦被火焰、蒸气、红热的玻璃或铁器等烫伤时，立即将伤处用大量水冲洗，以迅速降温避免深度烧伤。若起水泡，不宜挑破，用纱布包扎后送医院治疗；对轻微烫伤，可用浓高锰酸钾溶液润湿伤口至皮肤变为棕色，然后涂上獾油或烫伤膏。

③ 受酸腐蚀 先用大量水冲洗，以免深度烧伤，再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水冲洗，最后再用水冲洗。如果酸溅入眼内也用此法，只是碳酸氢钠溶液改用1%的浓度，禁用稀氨水。

④ 受碱腐蚀 先用大量水冲洗，再用乙酸(20g/L)洗，最后用水冲洗。如果碱溅入眼内，可用硼酸溶液洗，再用水洗。

⑤ 受溴灼伤 被溴灼伤后的伤口一般不宜愈合，很危险，必须严加防范。凡用溴时都必须预先配制好适量的20%的 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液备用。一旦有溴粘到皮肤上，立即用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液冲洗，再用大量的水冲洗干净，包上消毒纱布后就医。

⑥ 白磷灼伤 用1%的硝酸银溶液、1%的硫酸铜溶液或浓高锰酸钾溶液洗后进行包扎。

⑦ 吸入刺激性气体 可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气，然后到室外呼吸新鲜空气。

⑧ 毒物进入口内 把5~10mL的稀硫酸铜溶液(约5%)加入一杯温水中，内服后用手伸入喉部，促使呕吐，吐出毒物，再送医院治疗。

#### 五、灭火常识

实验室内万一着火，要根据起火的原因和火场周围的情况，采取不同的扑灭方法。起火后，不要慌张，一般应立即采取以下措施。

① 防止火势扩展 停止加热，停止通风，关闭电闸，移走一切可燃物。

② 扑灭火源 一般的小火可用湿布、石棉布或沙土覆盖在着火的物体上；衣物着火时，切不可慌张乱跑，应立即用湿布或石棉布压灭火焰，如燃烧面积较大，可躺在地上，就地打滚。能与水发生剧烈作用的化学药品(金属钠)或比水轻的有机溶剂着火，不能用水扑救，否则会引起更大的火灾。使用灭火器也要根据不同的情况选择不同的类型。现将常用灭火器及其适用范围列入表1-1中。

表 1-1 常用灭火器及其适用范围

灭火器类型	药液成分	适用范围
酸碱灭火器	$\text{H}_2\text{SO}_4$ 和 $\text{NaHCO}_3$	非油类和电器失火的一般初起火灾
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 $\text{NaHCO}_3$	适用于油类起火
二氧化碳灭火器	液态 $\text{CO}_2$	适用于扑灭电器设备、小范围的油类及忌水的化学药品的失火
四氯化碳灭火器	液态 $\text{CCl}_4$	适用于扑灭电器设备，小范围的汽油、丙酮等失火。不能用于扑灭活泼金属钾、钠的失火，因 $\text{CCl}_4$ 会强烈分解，甚至爆炸；电石、 $\text{CS}_2$ 的失火，也不能使用它，因为会产生光气一类的毒气
干粉灭火器	主要成分是碳酸氢钠等盐类物质与适量的润滑剂和防潮剂	扑救油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器、图书文件等物品的初期火灾

## 第四节 实验室的三废处理

根据绿色化学的基本原则, 化学实验室应尽可能选择对环境无毒害的实验项目。对确实无法避免的实验项目若排放出废气、废渣和废液(这些废弃物又称三废), 如果对其不加处理而任意排放, 不仅污染周围空气、水源和环境, 造成公害, 而且三废中的有用或贵重成分未能回收, 在经济上也是损失。因此化学实验室三废的处理是很重要而又有意义的问题。化学实验室的环境保护应该规范化、制度化, 应对每次实验产生的废气、废渣和废液进行处理。教师和学生要按照国家要求的排放标准进行处理, 把用过的酸类、碱类、盐类等各种废液、废渣, 分别倒入各自的回收容器内, 再根据各类废弃物的特性, 采取中和、吸收、燃烧、回收循环利用等方法来进行处理。

### 一、实验室的废气

实验室中凡可能产生有害废气的操作都应在有通风装置的条件下进行, 如加热酸、碱溶液及产生少量有毒气体的实验等应在通风橱中进行。汞的操作室必须有良好的全室通风装置, 其抽风口通常在墙的下部。实验室若排放毒性大且较多的气体, 可参考工业上废气处理的办法, 在排放废气之前, 采用吸附、吸收、氧化、分解等方法进行预处理。毒性大的气体可参考工业上废气处理的办法处理后排放。

### 二、实验室的废渣

实验室产生的有害固体废渣虽然不多, 但绝不能将其与生活垃圾混倒。固体废弃物经回收、提取有用物质后, 其残渣仍是多种污染物的存在状态, 此时方可对它做最终的安全处理。

① 化学稳定 对少量高危险性物质(如放射性废弃物等), 可将其通过物理或化学的方法进行(玻璃、水泥、岩石的)固化, 再进行深地填埋。

② 土地填埋 这是许多国家对固体废弃物最终处置的主要方法, 这一方法要求被填埋的废弃物应是惰性物质或经微生物可分解成为无害物质。填埋场地应远离水源, 场地底土不透气、不能穿入地下水层。填埋场地可改建为公园或草地。因此, 这是一项综合性的环保工程技术。

### 三、实验室的废液

① 化学实验室产生的废弃物很多, 但以废液为主。实验室产生的废液种类繁多, 组成变化大, 应根据溶液的性质分别处理: 废液可先用耐酸塑料网纱或玻璃纤维过滤, 滤液加碱中和, 调 pH 值至 6~8 后就可排出, 少量滤渣可埋于地下。

② 废洗液可用高锰酸钾氧化法使其再生后使用, 少量的废洗液可加废碱液或石灰使其生成  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  沉淀, 将沉淀埋于地下。

③ 氰化物是剧毒物质, 少量的含氰废液可先加  $\text{NaOH}$  调至  $\text{pH} > 10$ , 再加入几克高锰酸钾使  $\text{CN}^-$  氧化分解。大量的含氰废液可用碱性氯化法处理, 即先用碱调至  $\text{pH} > 10$ , 再加

入次氯酸钠,使 $\text{CN}^-$ 氧化成氰酸盐,并进一步分解为 $\text{CO}_2$ 和 $\text{N}_2$ 。

④ 含汞盐的废液先调 pH 值至 8~10, 然后加入过量的  $\text{Na}_2\text{S}$ , 使其生成  $\text{HgS}$  沉淀, 并加  $\text{FeSO}_4$  与过量的  $\text{S}^{2-}$  生成  $\text{FeS}$  沉淀, 从而吸附  $\text{HgS}$  共沉淀下来。离心分离, 清液含汞量降到 0.02mg/L 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中进行。

⑤ 含重金属离子的废物, 最有效和最经济的方法是加碱或加  $\text{Na}_2\text{S}$  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, 经过滤后, 残渣可埋于地下。

## 第五节 化学实验室守则

### 第一节 纯水的制备及鉴定

化学实验室守则包括以下内容:

① 未经实验室管理人员允许, 不得进入实验室。实验前须预习实验内容, 明确实验目的和要求, 了解实验原理, 反应特点, 原料和产物的物理、化学性质及可能发生的事故, 写好预习笔记, 携带实验报告。

② 进入实验室要自觉遵守实验室守则, 保持安静, 严禁喧哗、嬉笑和打闹。

③ 进入实验室要穿实验服, 不能赤脚或穿拖鞋, 必要时, 实验操作应戴胶皮手套。

④ 实验开始前, 检查仪器、药品是否齐全, 不得随意调换。如发现问题, 及时报告。未经管理人员许可, 不得擅自使用仪器和药品, 仪器、药品使用后要放回原处。

⑤ 遵从教师指导, 严格按规程操作。未经教师允许, 不得擅自改变药品用量、操作条件或操作程序。水、电、煤气等一经用完立即关闭。

⑥ 实验室禁止明火。

⑦ 取用药品、溶剂要选用药匙、量筒等专用器具, 不能用手直接拿取, 防止药品、溶剂接触皮肤造成伤害。

⑧ 一切有毒或有刺激性的药品、溶剂的实验都应在通风橱内进行。

⑨ 极易挥发和引燃的有机溶剂(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。

⑩ 浓酸、浓碱具有强腐蚀性, 切勿溅在皮肤、衣服上或眼睛里。稀释它们时(特别是浓硫酸), 应将其慢慢倒入水中, 并搅拌冷却, 而不能反过来操作, 以避免迸溅。一旦接触皮肤、眼睛等立即用清水反复清洗。

⑪ 实验室药品, 特别是有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物, 特别是氰化物)不得接触皮肤、进入口中或接触伤口。

⑫ 绝对不允许随意混合各种化学试剂, 以免发生意外事故。

⑬ 加热试管时, 不要将管口对着任何人, 更不能俯视正在加热的液体, 以免液体溅出而烫伤。

⑭ 实验室仪器设备使用前需征得实验室负责人同意, 须在仪器使用记录本上详细记录使用人、使用时间和仪器状态。

⑮ 实验室电器设备的功率不得超过电源负载能力。电器设备使用前应检查是否漏电, 常用仪器外壳应接地。使用电器时, 人体与电器导电部分不能直接接触, 也不能用湿手按触电器插头。