



普通高等教育“十三五”规划教材

分析化学实验

ANALYTICAL CHEMISTRY EXPERIMENTS

张建刚 主编

 中国林业出版社
China Forestry Publishing House

普通高等教育“十三五”规划教材

分析化学实验

张建刚 主编

中国林业出版社

内 容 简 介

本书是通过吸收近年来国内外分析化学实验教材的特点和我国高等农业院校分析实验教学课程体系改革的研究成果编写而成。它包含了目前我国大多数高等农、林、水产院校所开设的分析化学实验范围,内容丰富,结构新颖、合理,既可作为高等农、林、水产院校各专业独立开设分析化学实验课的教科书,也可作为其他与生物相关的专业工作者和社会读者的实验参考书。

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验 / 张建刚主编. —北京:中国林业出版社, 2018. 9

普通高等教育“十三五”规划教材

ISBN 978-7-5038-9723-8

I. ①分… II. ①张… 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 (2018) 第 204528 号

国家林业和草原局生态文明教材及林业高校教材建设项目

中国林业出版社·教育出版分社

策划、责任编辑:高红岩

电 话:(010) 83143554

传 真:(010) 83143516

出版发行 中国林业出版社(100009 北京市西城区德内大街刘海胡同7号)

E-mail: jiaocai@public.163.com 电话:(010) 83143500

http://lycb.forestry.gov.cn

经 销 新华书店

印 刷 三河市祥达印刷包装有限公司

版 次 2018年9月第1版

印 次 2018年9月第1次印刷

开 本 787mm×1092mm 1/16

印 张 5.25

字 数 122千字

定 价 15.00元

未经许可,不得以任何方式复制或抄袭本书之部分或全部内容。

版权所有 侵权必究

前 言

本书是在吸收国内外分析化学实验教材及山西农业大学实验课程体系改革经验的基础上，结合农林院校课程的特点及编者多年来的教学实践与体会编写完成的。教材内容和结构安排合理，充分考虑到我国农、林、水产各高校的现状与实际，既有本门课程自身的独立性、系统性和科学性，又照顾到与各有关化学课程及其他专业课程的联系与衔接。教材中的综合实验和自行设计实验有利于学生对本门课程教学内容的全面了解和掌握，有利于增强学生分析和解决问题的能力以及创新精神的培养。每个实验由实验目的、实验原理、实验仪器与试剂、实验内容、实验数据记录及处理、思考题等内容组成，每个实验均涉及化学基本仪器的使用，可操作性强，将定量实验与定性实验有机结合。

全书共由分析化学实验基础知识、常用分析仪器及其操作技术、基础实验、综合实验及自行设计实验和附录 5 部分组成。本书由山西农业大学张建刚教授担任主编，参加本书编写的有：山西农业大学武鑫（第 1 章）、段云青（第 2 章）、张丽（第 3 章 3.1 ~ 3.3）、郭晓迪（第 3 章 3.4 ~ 3.8）、张建刚（第 3 章 3.9 ~ 3.14）、刘晓霞（第 4 章）和冀华（附录）。全书由张建刚修改并统稿。山西农业大学刘金龙教授主审并提出了许多宝贵意见。在此对各位老师特致谢意！

在本次编写过程中，我们尽了自己的最大努力，但限于水平，书中难免还会有错误或不当之处。我们恳切希望使用本书的同行和读者批评和指正。

编 者
2018 年 3 月

目 录

前 言

第 1 章 分析化学实验基础知识	(1)
1.1 分析化学实验安全规则	(1)
1.2 实验目的和要求	(2)
1.3 实验记录和实验报告	(3)
1.4 实验用水的基本知识	(6)
1.5 化学试剂知识和“三废”处理	(8)
1.6 玻璃仪器及洗涤	(12)
1.7 实验性污染的防治	(13)
第 2 章 常用分析仪器及其操作技术	(15)
2.1 简单玻璃工操作及玻璃仪器的洗涤与干燥	(15)
2.2 玻璃量器的校正	(17)
2.3 天平的使用方法及称量	(18)
2.4 标准溶液的配制与标定	(22)
2.5 缓冲溶液的配制	(24)
2.6 重量分析基本操作及有关仪器的使用	(26)
第 3 章 基础实验	(31)
3.1 滴定分析基本操作练习	(31)
3.2 分析天平称量练习	(35)
3.3 盐酸标准溶液的配制和标定	(36)
3.4 食用纯碱中 Na_2CO_3 和 NaHCO_3 含量的测定	(38)
3.5 氢氧化钠标准溶液的配制和标定	(40)
3.6 铵盐中含氮量的测定(甲醛法)	(42)
3.7 EDTA 标准溶液的配制和标定及水的总硬度测定	(43)
3.8 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液的配制及亚铁盐中 Fe 含量的测定	(45)
3.9 KMnO_4 标准溶液的配制与标定及过氧化氢含量的测定	(46)

3.10	沉淀滴定法测定可溶性氯化物中氯的含量	(48)
3.11	含碘盐中碘含量的测定	(49)
3.12	磺基水杨酸分光光度法测定铁	(51)
3.13	分光光度法测磷	(52)
3.14	荧光光度法分析测定维生素 B ₂ 的含量	(53)
第 4 章	综合实验及自行设计实验	(57)
4.1	食醋中总酸量的测定	(57)
4.2	高锰酸钾法测钙	(58)
4.3	水中化学耗氧量 (COD) 的测定	(60)
4.4	原子吸收分光光度法测定豆粉中的铁、锌、铜	(62)
4.5	细胞色素 C 的制备及测定	(65)
4.6	自行设计实验 (1) ——未知无机化合物溶液的分析	(66)
4.7	自行设计实验 (2) ——葡萄糖注射液中葡萄糖含量的测定	(67)
参考文献	(69)
附 录	(70)

第1章 分析化学实验基础知识

1.1 分析化学实验安全规则

在分析化学实验中,有时会使用易燃易爆的、腐蚀性的或有毒的化学试剂,有时会在易破损的玻璃仪器中进行实验,还会用酒精灯、电炉或煤气灯加热等。为确保实验的正常进行和人身安全,必须自觉遵守分析化学实验的操作规则和实验室的安全规则。

①实验室内严禁饮食、吸烟、随意点火及高声喧哗等,一切化学药品禁止入口。

②实验开始前,应仔细检查仪器有无破损,装置是否正确、稳妥。实验进行时,不得擅自离开岗位。

③使用电器设备时应特别小心,切不可用湿润的手去开启电闸和电器开关,发现漏电仪器,应停止使用,以免触电。

④使用浓 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、氨水时,均应在通风橱中操作,绝不允许在实验室加热。

⑤使用乙醚、丙酮、苯、 CCl_4 、 CHCl_3 等有机溶剂时,一定要远离火焰和热源,使用后将瓶塞塞严,放阴凉处保存。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰上或其他热源上加热,而应在水浴上加热。

⑥热、浓的 HClO_4 遇有机物常易发生爆炸。如果试样为有机物时,应先用浓 HNO_3 加热,使之与有机物发生反应,有机物被破坏后,再加入 HClO_4 。蒸发的 HClO_4 所产生的烟雾易在通风橱中凝聚,经常使用 HClO_4 的通风橱应定期用水冲洗,以免 HClO_4 的凝聚物与尘埃、有机物作用,引起燃烧或爆炸,造成事故。

⑦汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品,使用时应特别小心。氰化物不能接触酸,因作用时产生有剧毒的 HCN 。氰化物废液应倒入碱性 FeSO_4 溶液中,使其转化为亚铁氰化铁盐类,然后处理废液。严禁把氰化物废液直接倒入下水道或废液缸中。

⑧浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性,切勿溅在皮肤和衣服上。如不小心溅到皮肤上,应立即用水冲洗,然后用 5% NaHCO_3 溶液(酸腐蚀时采用)或 5% 硼酸溶液(碱腐蚀时采用)冲洗,最后再用清水冲洗。

⑨如发生烫伤,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。实验室如发生火灾时,应根据起火原因进行针对性灭火。酒精及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等不溶于水的有机溶剂着火时,用沙土扑灭,此时绝对不能用水,否则反而扩大燃烧面;导线或电器着火时,不能用水及二氧化碳灭火器,而应首先切断电源,用四氯化碳灭火器灭火。衣服着火时,切忌奔跑,而应就地躺下滚动,或用湿衣服在身上抽打灭火。情况紧急时应及时报警。

⑩一定要保持实验室内整洁、干净。要保持水槽清洁，禁止将固体物、玻璃碎片等扔在水槽内，以免造成下水道堵塞。此类物质以及废纸、废屑应放入废纸箱或实验室规定放的地方。废酸、废碱等应小心倒入废液缸，切勿倒入水槽内，以免腐蚀下水管道。

⑪水、电、酒精灯、煤气灯、电炉用完后应立即关闭。实验完毕后须洗净手。离开实验室时，应仔细检查是否已关好水、电、门、窗。

1.2 实验目的和要求

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验课是培养学生掌握分析化学基础理论知识和基本操作技能，养成认真、求实、严谨的科学态度，提高学生观察、分析和解决问题能力的重要环节。

1.2.1 实验前预习

为使实验能达到预期目的，实验前要做好充分的预习和准备工作，做到心中有数。因此，必须切实做到以下几点：

①认真阅读实验教材、参考数据等相关内容，复习与实验有关的理论。

②明确本次实验的目的、要求。

③了解实验内容、原理和方法。

④了解实验具体的操作步骤、仪器的使用及注意事项。

⑤查阅有关数据，获得实验所需有关常数。

⑥估计实验中可能发生的现象和预期结果，对于实验中可能会出现的问题，要明确防范措施和解决办法。

⑦写好简明扼要的预习报告。

1.2.2 实验过程中

实验时要严格按照规范操作进行，自觉遵守实验室规则。在每个实验过程中，都要认真、仔细地观察，积极地思考，并运用所学理论知识解释实验现象，研究实验中的一些问题。在进行每一步操作时，都要了解这一步操作的目的作用及应得的结果等，不能只是“照方配药”。要随时把必要的数据和现象如实、正确地记录在实验记录本上，实验记录本应标上页码，不得撕去任何一页。决不允许将数据记在单页纸上，或记在一张小纸片上。记录实验数据时，要有严谨的科学态度，要实事求是，切忌夹杂主观因素，决不能随意拼凑和伪造数据。

在实验过程中，应始终保持实验台和整个实验室的整洁、安静。公用试剂取用后应放回原处，以免耽误其他同学做实验。要爱护仪器，任何时候都要注意节约和安全。

1.2.3 实验结束后

对实验记录的数据和结果按实际情况及时整理、计算和分析，总结实验中的经

验教训。如果实验失败,要认真分析原因,采用正确方法,再次重做,以达到实验预期的目的和要求。最后,要认真写好实验报告。

1.3 实验记录和实验报告

1.3.1 实验记录

要做好实验,除了安全、规范操作外,在实验过程中还要认真仔细地观察实验现象,对实验的全过程进行及时、全面、真实、准确的记录。实验记录一般要求如下:

①实验记录的内容包括:时间、地点、室温、气压、实验名称、同组人姓名、操作过程、实验现象、实验数据、异常现象等。

②应有专门的实验记录本,不得将实验数据随意记在单页纸上、小纸片上或其他任何地方。记录本应标明页数,不得随意撕去其中的任何一页。

③实验过程中的各种测量数据及有关现象的记录,应及时、准确、清楚。不要事后根据记忆追记,那样容易错记或漏记。在记录实验数据时,一定要持严谨的科学态度,实事求是,切忌带有主观因素,更不能为了追求得到某个结果,擅自更改数据。

④实验记录上的每一个数据,都是测量结果,因此在重复测量时,即使数据完全相同,也应记录下来。

⑤所记录数据的有效数字应体现出实验所用仪器和实验方法所能达到的精确度。

⑥实验记录切忌随意涂改,如发现数据测错、读错等,确需改正时,应先将错误记录用一斜线划去,再在其下方或右边写上修改后的内容。

⑦实验过程中涉及的仪器型号、标准溶液的浓度等,也应及时准确记录下来。

⑧记录应简明扼要、字迹清楚。实验数据最好采用表格形式记录。

1.3.2 有效数字及其运算规则

科学实验要获得可靠的结果,不仅要正确地选用实验方案和实验仪器,准确地进行测量,还必须正确记录和运算。实验所获得的数据不仅表示数量的大小,还反映了测量的准确程度。在实验数据的记录和结果的计算中,保留几位数字不是任意的,要根据测量仪器及分析方法的准确程度来决定。这就涉及有效数字的概念。

(1) 有效数字

在科学实验中,对于任一物理量的测定,其准确度都是有一定限度的,读数时,一般都要在仪器最小刻度后再估读一位。例如,常用滴定管的最小刻度为0.1 mL,读数应读到小数点后第二位。若读数在21.4~21.5 mL之间,实验者还可根据液面位置在0.4~0.5之间再估读一位,如读为21.46 mL等。读数21.46 mL中的前三位数字“21.4”是准确读取的,是可靠的、有效的,第四位数字“6”是估读的,不同的人估读的结果可能有所差别,不太准确,称为可疑数字。可疑数字虽不十分准确,但并不是凭空臆造的,它所表示的量是客观存在的,只不过受到仪器、量器刻度的准确程度的限制而不能对它准确认定,在估读时受到实验者主观因素的影响而略有差别,因而也是具有实

际意义、有效的。因此，由若干位准确的数字和一位可疑数字(末位数字)所组成的测量值都是实验中实际能够测出的数字，都是有效的，称为有效数字。

有效数字不仅表示数量的大小，也反映了测量的准确度误差。例如用分析天平称取 0.5000 g 试样，数据中最后一位是可疑数字，表明试样的实际质量是在 (0.5000 ± 0.0001) g 范围的某一数值，测量的相对误差为 $(\pm 0.0001/0.5000) \times 100\% = \pm 0.02\%$ 。如用台秤称取试样 0.5 g，则表明试样的实际质量是在 (0.5 ± 0.1) g 范围内，测量的相对误差为 $(\pm 0.1/0.5) \times 100\% = \pm 20\%$ ，测量的准确度要比分析天平差得多。在根据仪器实际具有的准确度读数和记录实验结果的有效数字时，记录下准确数字后，一般再估读一位可疑数字就够了，多读或少读都是错误的。如将分析天平称取试样结果记作 0.500 g，则意味着试样的实际质量是在 (0.500 ± 0.001) g 范围的某一数值，测量的相对误差为 $(\pm 0.001/0.500) \times 100\% = \pm 0.2\%$ ，则将测量的准确度无形中降低了一个数量级，显然是错误的。如将结果记作 0.500 00 g，则又夸大了仪器的准确度，也是不正确的。

数字“0”在有效数字中位置不同，意义不同。它有时是有效数字，有时不是有效数字。当“0”在有效数字中间或有小数的数字末位时均为有效数字，数字末位的“0”说明仪器的准确度。例如，滴定管读数为 20.40 mL，两个“0”都是有效数字，这一数据的有效数字为四位，末位的“0”是可疑数字，它说明滴定管最小刻度为 0.1 mL。末位的“0”不能省略，也不能多加，否则会降低或夸大所用仪器的准确度；当“0”在数字前表示小数点位数时只起定位作用，不是有效数字。如 20.40 mL 若改用 L 为单位时记为 0.020 40 L，则前面的两个“0”只起定位作用，不是有效数字，有效数字位数仍为四位。另外还应注意，以“0”结尾的正整数，有效数字位数比较含糊，如 2200 有效数字的位数可能是四位，也可能是二位或三位，对于这种情况，应根据实际测定的准确度，以指数形式表示为 2.2×10^3 ， 2.20×10^3 或 2.200×10^3 ，则有效数字位数就明确了。

表示误差时，无论是绝对误差或相对误差，只取一位有效数字。记录数据时，有效数字的最后一位与误差的最后一位在位数上相对齐。如 1.21 ± 0.01 是正确的， 1.21 ± 0.001 或 1.2 ± 0.01 都是错误的。

(2) 有效数字修约规则

在处理数据过程中，各测量值的有效数字位数可能不同，须根据各步的测量准确度及有效数字的计算规则，按照“四舍六入五成双”的规则对数字进行修约，合理保留有效数字的位数，舍弃多余数字。修约规则具体做法是：拟保留 n 位有效数字，第 $n+1$ 位的数字 ≤ 4 时舍弃；第 $n+1$ 位的数字 ≥ 6 时进位；第 $n+1$ 位的数字为 5 且 5 后的数字不全为零时进位；第 $n+1$ 位的数字为 5 且 5 后的数字全为零时，如进位后第 n 位数成为偶数(含 0)则进位，奇数则舍弃。根据这一规则，将下列数据修约为三位有效数字时，结果应为：

待修约数据	修约后数据
1.2444	1.24

1. 2461	1. 25
1. 2351	1. 24
1. 2350	1. 24
1. 2450	1. 24

修约数字时，只允许对原测量值一次修约到所需的位数，不能分次修约。例如将 2.5491 修约为两位有效数字时，不能先修约为 2.55，再修约为 2.6，而应一次修约为 2.5。

(3) 有效数字运算规则

在有效数字运算过程中，应先按有效数字运算规则将各个数据进行修约，合理取舍，再计算结果。既不能无原则地保留多位有效数字使计算复杂化，也不应随意舍去尾数而使结果的准确度受到损失。

① 加减运算 几个数据相加或相减时，和或者差所保留的有效数字的位数，应以运算数据中小数点后位数最少（即绝对误差最大）的数据为依据。例如：

$$2.0113 + 31.25 + 0.357 = ?$$

三个数据分别有 ± 0.0001 、 ± 0.01 、 ± 0.001 的绝对误差，其中 31.25 的绝对误差最大，它决定了和的绝对误差为 ± 0.01 ，其他数对绝对误差不起决定作用，因此有效数字位数应以 31.25 为依据修约。先修约，后计算，可使计算简便。即：

$$2.0113 + 31.25 + 0.357 = 2.01 + 31.25 + 0.36 = 33.62$$

② 乘除运算 几个数据进行乘除运算时，积或商的有效数字的保留，应以运算数据中有效数字位数最少（即相对误差最大）的数据为依据，与小数点的位置或小数点后位数无关。例如：

$$0.0121 \times 25.64 \times 1.027 = ?$$

三个数的相对误差分别为： $(\pm 0.0001/0.0121) \times 100\% = \pm 0.8\%$ 、 $(\pm 0.01/25.64) \times 100\% = \pm 0.04\%$ 、 $(\pm 0.001/1.027) \times 100\% = \pm 0.1\%$ ，其中 0.0121 的相对误差最大，其有效数字位数为三位，应以它为依据将其他各数分别修约为三位有效数字后再相乘，最后结果的有效数字仍为三位。即：

$$0.0121 \times 25.64 \times 1.027 = 0.0121 \times 25.6 \times 1.03 = 0.139$$

此外，在乘除运算中，如果有效数字位数最少的数据的首位数字是 8 或 9，则通常该数的有效数字位数可多算一位。例如：8.25、9.12 等，均可视为 4 位有效数字。

③ 进行数值开方和乘方时，保留原来的有效数字的位数。

④ 运算过程中，对于像 π 、 e 以及手册上查到的常数等，可按需要取适当的位数。一些分数或系数等应视为在足够多的有效数字，不必考虑修约问题，可直接进行计算。

⑤ 对 pH、pM 等对数值，其有效数字位数仅取决于小数点后数字的位数，其整数部分只代表该数据的方次。例如：pH = 10.31，计算 H^+ 浓度时，应为 $[H^+] = 4.9 \times 10^{-11} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ，有效数字的位数为 2 位，不是 4 位。

1.3.3 实验报告

实验报告是全面总结实验情况,归纳整理实验数据,分析实验过程中出现的问题,得出实验结果必不可少的环节,因此,实验结束后要根据实验记录写出翔实的实验报告。

实验报告的内容一般包括实验名称、目的、原理、试剂与仪器、实验内容(步骤)、实验数据记录及处理、实验结果与讨论。尤其要注意在数据的记录和运算过程中要严格按照有效数字的运算规则合理地保留实验结果的有效数字位数。

1.4 实验用水的基本知识

1.4.1 纯水

在分析化学实验中,根据分析任务及要求的不同,对水的纯度要求也不同。对于一般的分析工作,采用蒸馏水或去离子水,而对于超纯物质的分析,则要求纯度较高的“高纯水”。

实验用水的纯度,通常用电阻率或导电率来表示。根据水的纯度要求,纯水大致可分为以下几种:

①软化水 硬度降低到0.1~5度之间的水被称为软化水,其总含盐量不变。

②脱盐水 去除水中易于除去的强电解质或减少至一定程度时的水,即为脱盐水。它在25℃时的电阻率为 $0.1 \times 10^6 \sim 1.0 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

③蒸馏水 蒸馏水中允许的杂质总量不高于 $1 \sim 5 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$,无 Cl^- , NH_4^+ 不高于 $0.03 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$, CO_2 不高于 $2.0 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$;pH值为6.5~7.5。

④纯水 又称深度脱盐水。经二次或多次蒸馏以及用离子交换法制备的水即为纯水。这种水在25℃时的电阻率为 $1.0 \times 10^6 \sim 10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 。

⑤高纯水 又称超纯水。水中导电介质几乎完全除掉,水中不离解的胶体物质、气体以及有机物均降至最低程度。25℃时的电阻率为 $1.0 \times 10^6 \sim 10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上,用于超微量和超纯分析。高纯水应贮存在石英或聚乙烯塑料容器中。

⑥电导水 是实验室中用来测定溶液电导时所用的一种纯水。这种水除了含 H^+ 和 OH^- 外不含其他物质,其电导率应为 $1 \times 10^{-6} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。电导水应保存在有钠石灰吸收管的硬质玻璃内,时间不宜过久,一般在2周以内。

1.4.2 纯水的制备方法

(1) 蒸馏法

目前使用的蒸馏器是用玻璃、铜、石英等材料制作的。蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质(无机盐等),但不能除去易溶于水的气体(如 NH_3 、 HCl 等)。同时由于蒸馏器的材料不同,蒸馏水所带的杂质含量也不相同,以石英蒸馏器的杂质含量为最低。对要

求较高的实验,可进行2~3次蒸馏。

(2) 离子交换法

利用离子交换树脂除去水中杂质离子制备得到纯水的一种方法。此法制得的纯水通常称为“去离子水”。其优点是:除去离子的能力强,制备的水量大、成本低。缺点是:不能除去非电解质(有机物等)杂质,且有微量树脂溶于水中。其电导率不能表示有机物的污染程度。

(3) 电渗析法

电渗析法是在离子交换技术的基础上发展起来的一种净水方法。它是在外电场作用下,利用阴、阳离子交换膜对水中离子的选择性透过原理,将杂质离子从水中分离出来,从而达到净化水的目的。此法除去杂质的效率较低,适用于要求不是很高的分析工作。

1.4.3 纯水的检验

根据一般分析实验室的要求,纯水质量检验的主要项目如下:

(1) 电阻率

在含有杂质离子的水中,带电荷的离子在电场的影响下具有导电作用。水的电阻率越高,表示水中的离子越少,水的纯度越高。使用电导仪进行测量,一般当电阻率 $\geq 5 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ 时,即认为符合要求。

(2) pH 值

由于空气中的 CO_2 可溶于水,故纯水的pH值常小于7.0,一般应为6.0左右。若pH值大于7.0时,一般是由于 HCO_3^- 含量较高所致。实验室常使用酸度计或精密pH试纸进行检验。也可以用指示剂法:取两支试管,各加水10 mL,一支试管中滴加0.2%甲基红2滴,应显黄色;另一试管中滴加0.1%溴百里酚蓝指示剂5滴,应显浅绿色。如此检验的pH值即为6左右,符合纯水的要求。

(3) 阳离子的检验

取水25 mL,加pH=10的 $\text{NH}_3\text{-NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液5 mL,加入0.2%铬黑T指示剂2滴,如呈现蓝色,说明 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 等阳离子的含量甚微,水质合格;如呈现紫红色,则说明水质不合格。

(4) 氯离子

取10 mL被检验的水,用(1+3)硝酸(即1份体积浓 HNO_3 +3份体积去离子水)酸化,加1% AgNO_3 溶液2滴,摇匀后,如不出现浑浊现象,说明此水质合格。

(5) 硅酸盐

取30 mL水于一小烧杯中,加入(1+3)硝酸5 mL,5%钼酸铵试剂5 mL,室温下放置5 min后,加入10% Na_2SO_3 5 mL,观察是否出现蓝色,如呈现蓝色,则说明水质不合格。

1.5 化学试剂知识和“三废”处理

1.5.1 化学试剂的相关知识

化学试剂的种类很多,世界各国对化学试剂的分类和分级的标准不尽一致,各国都有自己的国家标准及其他认定标准(行业标准、学会标准等)。我国化学试剂产品有国家标准(GB)、化工部标准(HG)及企业标准(QB)三级。

(1) 化学试剂的分类

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、电子工业或食品工业专用试剂、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,到目前为止,还没有统一的分类标准。通常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。

①标准试剂 是用于衡量其他(待测)物质化学量的标准物质。标准试剂的特点是主体含量高且准确可靠,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种类及用途列于表 1-1 中。

表 1-1 主要国产标准试剂的种类与用途

类 别	主要用途
滴定分析第一基准试剂	工作基准试剂的定值
滴定分析工作基准试剂	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	有机物元素分析

②一般试剂 是实验室最普遍使用的试剂,根据国家标准(GB)及部颁标准,一般化学试剂分为 4 个等级及生化试剂,其规格及适用范围等见表 1-2。指示剂也属于一般试剂。

表 1-2 一般试剂的规格及适用范围

级 别	中文名称	英文符号	标签颜色	适用范围
一级	优级纯 (保证试剂)	GR	绿色	精密的分析及科学研究工作
二级	分析纯 (分析试剂)	AR	红色	一般的科学研究及定量分析工作

(续)

级别	中文名称	英文符号	标签颜色	适用范围
三级	化学纯	CP	蓝色	一般定性分析及无机化学、有机化学实验
四级	实验试剂	LR	棕色或其他颜色	要求不高的普通实验
生化试剂	生化试剂 生物染色剂	BR	咖啡色 (染色剂: 玫瑰色)	生物化学及医用化学实验

按规定, 试剂瓶的标签上应标示试剂名称、化学式、摩尔质量、级别、技术规格、产品标准号、生产许可证号、生产批号、厂名等, 危险品和有毒药品还应给出相应的标志。

③高纯试剂 特点是杂质含量低(比优级纯基准试剂低), 主体含量一般与优级纯试剂相当, 而且规定检测的杂质项目比同种优级纯或基准试剂多1~2倍, 在标签上标有“特优”或“超优”字样。高纯试剂主要用于微量分析中试样的分解及试液的制备。

④专用试剂 指有特殊用途的试剂。如仪器分析中色谱分析标准试剂、气相色谱的载体及固定液、液相色谱填料、薄层色谱试剂、紫外及红外光谱纯试剂、核磁共振分析用试剂等。专用试剂与高纯试剂相似之处是主体含量较高。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。

(2) 化学试剂的选用

各种级别的试剂因纯度不同价格相差很大, 因此在选用化学试剂时, 应根据所做实验的具体要求, 如分析方法的灵敏度和选择性、分析对象的含量及对分析结果准确度的要求, 合理地选用适当级别的试剂。在满足实验要求的前提下, 应本着节约的原则, 尽量选用低价位试剂。

(3) 化学试剂的存放

在实验室中化学试剂的存放是一项十分重要的工作。一般化学试剂应贮存在通风良好、干净、干燥的库房内, 要远离火源, 并注意防止污染。实验室中盛放的原包装试剂或分装试剂, 都应贴有商标或标签, 盛装试剂的试剂瓶也都必须贴上标签, 并写明试剂的名称、纯度、浓度、配制日期等, 标签外应涂蜡或用透明胶带等保护, 以防标签受腐蚀而脱落或破坏。同时, 还应根据试剂的性质采用不同的存放方法。

①固体试剂一般应装在易于取用的广口瓶内; 液体试剂或配制成的溶液则盛放在细口瓶中; 一些用量小而使用频繁的试剂, 如指示剂、定性分析试剂等盛装在小滴瓶中。

②遇光、热、空气等易分解或变质的药品及试剂, 如硝酸、硝酸银、碘化钾、硫代硫酸钠、过氧化氢、高锰酸钾、亚铁盐和亚硝酸盐等, 都应盛放在棕色瓶中, 避光保存。

③容易侵蚀玻璃而影响试剂纯度的, 如氢氟酸、含氟盐、氢氧化钠等应保存在塑料瓶中。吸水性强的试剂, 如无水硫酸钠、氢氧化钠等应严格用蜡密封。

④碱性物质, 如氢氧化钾、氢氧化钠、碳酸钠、碳酸钾和氢氧化钡等溶液, 盛放的

瓶子要用橡皮塞，不能用玻璃磨口塞，以防瓶口被碱溶结。

⑤易燃液体应单独存放，注意阴凉避风，特别要注意远离火源。易燃液体主要是有机溶剂，实验室常见的一级易燃液体有：丙酮、乙醚、汽油、环氧丙烷、环氧乙烷；二级易燃液体有：甲醇、乙醇、吡啶、甲苯、二甲苯等；三级易燃液体有：柴油、煤油、松节油。

⑥易燃固体有机物(如硝化纤维、樟脑等)和无机物(如硫黄、红磷、镁粉和铝粉等)，着火点都很低，遇火后易燃烧，要单独贮藏在通风干燥处。白磷为自燃品，放置在空气中，不经明火就能自行燃烧，应贮藏在水里，加盖存放于避光阴凉处。

⑦金属钾、钠、电石和锌粉等为遇水燃烧的物品，与水剧烈反应并放出可燃性气体，贮存时应与水隔离，如金属钾和钠应贮藏在煤油里。贮存这类易燃品(包括白磷)时，最好把带塞容器的2/3埋在盛有干沙的瓦罐中，瓦罐加盖贮于地窖中。要经常检查，随时添加贮存用的液体。

⑧易爆炸物(如三硝基甲苯、硝化纤维和苦味酸等)应单独存放，不能与其他类试剂一起贮藏。具有强氧化能力的含氧酸盐或过氧化物，当受热、撞击或混入还原性物质时，就可能引起爆炸。贮存这类物质，绝不能与还原性物质或可燃物放在一起，贮藏处应阴凉通风。强氧化剂分为3个等级：一级强氧化剂与有机物或水作用易引起爆炸，如氯酸钾、过氧化钠、高氯酸；二级强氧化剂遇热或日晒后能产生氧气支持燃烧或引起爆炸，如高锰酸钾、过氧化氢；三级强氧化剂遇高温或与酸作用时，能产生氧气支持燃烧和引起爆炸，如重铬酸钾、硝酸铅。

⑨强腐蚀性药品(如浓酸、浓碱、液溴、苯酚和甲酸等)，应盛放在带塞的玻璃瓶中，瓶塞密闭。浓酸与浓碱不要放在高位架上，防止碰翻造成灼伤。如量大时，一般应放在靠墙的地面上。

⑩剧毒试剂(如氰化物、三氧化二砷或其他砷化物、氯化汞及其他汞盐等)，应由专人负责保管，取用时严格做好记录，每次使用以后要登记验收。钡盐、铅盐、铋盐也属于毒品，要妥善贮藏。

(4) 化学试剂的取用

取用试剂时，应先看清试剂的名称和规格是否符合，以免用错试剂。试剂瓶盖打开后，瓶盖应翻过来放在干净的地方，以免盖上时带入脏物，取出试剂后应及时盖上瓶盖，然后将试剂瓶的瓶签朝外放至原处。取用试剂要注意节约，用多少取多少，多取的试剂不应放回原试剂瓶内，以免沾污整瓶试剂，有回收价值的应放入回收瓶中。

①固体试剂的取用 固体试剂的取用一般使用药勺。药勺的两端为一大一小，取大量固体时用大端，取少量固体时用小端。使用的药勺必须干净，专勺专用，药勺用后应立即洗净。

要称取一定量固体试剂时，可将固体试剂放在干净的称量纸、表面皿、称量瓶内或其他干燥洁净的玻璃容器内，根据要求在不同精度的天平上称量。对腐蚀性或易潮解的固体，不能放在纸上，应放在称量瓶等玻璃容器内称量。

②液体试剂的取用 打开液体试剂瓶塞后，左手拿住盛接的容器，右手手心朝向标

签处握住试剂瓶(以免倾注液体时弄脏标签), 倒出所需量试剂。若盛接的容器是小口容器(如小量筒、滴定管), 要小心将容器倾斜, 靠近试剂瓶, 再缓缓倾入, 倒完后, 应将试剂瓶口在容器上靠一下, 使瓶口的残留试剂沿容器内壁流入容器内, 再使试剂瓶竖直, 以免液滴沿试剂瓶外壁流下。若盛接的容器是大口, 可使用玻璃棒, 使棒的下端斜靠在容器壁上, 将试剂瓶口靠在玻璃棒上, 使注入的液体沿玻璃棒从容器壁流下, 以免液体冲下溅出。

定量量取试剂时, 可根据对准确度的要求分别选用量筒、移液管、吸量管等。用量筒量取液体时, 应用左手持量筒, 以大拇指指示所需体积的刻度处, 右手持试剂瓶, 瓶口紧靠量筒口的边缘, 慢慢注入液体至所指刻度。读取刻度时, 让量筒竖直, 使视线与量筒内液面的弯月面最低处保持同一水平, 偏高偏低都会造成误差。

1.5.2 “三废”处理

在化学实验中会产生各种有毒的废气、废液和废渣。化学实验室的“三废”种类十分繁多, 如直接排放到空气或下水道中, 会对环境造成极大污染, 严重威胁人类的生存环境, 损害人们的健康。如 SO_2 、 NO 、 Cl_2 等气体对人的呼吸道有强烈的刺激作用, 对植物也有伤害作用; As 、 Pb 和 Hg 等化合物进入人体后, 不易分解和排出, 长期积累会引起胃痛、皮下出血、肾功能损伤等; 氯仿、四氯化碳、多环芳烃等有致癌作用; CrO_3 接触皮肤破损处会引起溃烂不止等。此外, “三废”中的贵重和有用的成分不回收, 在经济上也是不小损失。因此, 必须加大实验室的“三废”处理力度, 对实验过程中产生的“三废”进行必要的处理。

(1) 常用的废气处理方法

①溶液吸收法 即用适当的液体吸收剂处理气体混合物, 除去其中有害气体的方法。常用的液体吸收剂有水、碱性溶液、酸性溶液、氧化剂溶液和有机溶液, 它们可用于净化含有 SO_2 、 NO_x ($x=1, 2$)、 HF 、 SiF_4 、 HCl 、 Cl_2 、 NH_3 、汞蒸气、酸雾、沥青烟和各种组分有机物蒸气的废气。如卤化氢、 SO_2 等酸性气体, 可用 Na_2CO_3 、 NaOH 等碱性水溶液吸收后排放。碱性气体用酸溶液吸收后排放。

②固体吸收法 是将废气与固体吸收剂接触, 废气中的污染物(吸附质)吸附在固体表面从而被分离出来。此法主要用于净化废气中低浓度的污染物质, 常用的吸附剂有活性炭、活性氧化铝、硅胶、分子筛等。

(2) 常用的废水处理方法

①中和法 利用化学反应使酸性废水或碱性废水中和, 达到中性的方法称为中和法。中和法应优先考虑“以废治废”的原则, 尽量利用废酸和废碱进行中和, 或者让酸性废水和碱性废水直接中和。对于酸含量小于 4% 的酸性废水或碱含量小于 2% 的碱性废水, 常采用中和处理方法。无硫化物的酸性废水, 可用浓度相当的碱性废水中和; 含重金属离子较多的酸性废水, 可通过加入碱性试剂(如 NaOH 、 Na_2CO_3) 进行中和。

②萃取法 采用与水互不相溶但能良好溶解污染物的萃取剂, 使其与废水充分混合, 提取污染物, 达到净化废水的目的。例如, 含酚废水就可采用二甲苯作萃取剂。