

FENXI HUAXUE

分析化学实验

SHIYAN

钟文英 王志群 编
倪坤仪 主审



东南大学出版社

分析化学实验

主 编 钟文英

副主编 王志群

主 审 倪坤仪

东南大学出版社

内 容 提 要

《分析化学实验》是参照高等医药院校药学专业《分析化学及分析化学实验大纲》，结合近年来的教学实践编写而成，注重培养学生的动手能力和分析问题、解决问题的能力。

全书共分四章，包括分析化学实验基本知识、分析化学实验仪器及操作、基础实验和设计实验。基础实验包括化学分析和仪器分析两大部分，共 61 个实验。设计实验题目 23 个。

本书可作为医药院校药学类各专业的分析化学实验教材，也可供分析工作者及大、专院校的师生参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/钟文英、王志群编. —南京:东南大学出版社,
2000.8

I. 分… II. 钟… III. 分析化学—化学实验
IV. 0652.1

ISBN 7-81050-669-2

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2000)第 33317 号

东南大学出版社出版发行

(南京四牌楼 2 号 邮编:210096)

出版人:宋增民

江苏省新华书店经销 南京雄洲彩色印刷厂印刷

开本:787mm×1092mm 1/16 印张:15.5 字数:397 千字

2000 年 8 月第 1 版 2000 年 8 月第 1 次印刷

印数:1-5050 定价:19.00 元

(凡因印装质量问题,可直接向我社发行科调换)

前 言

分析化学是一门实验科学。分析化学实验在整个分析化学教学中占有很大的比重,也是培养药学人才不可缺少的教学环节。本书参照高等医药院校药学专业《分析化学及分析化学实验大纲》,适度地反映分析化学的最新进展,结合我校多年来分析化学实验教学实践并吸收兄弟院校实验教学经验编写而成。

在实验内容上,根据医药院校药学专业学生的特点,着重选用一些药物类样品,包括原料药、制剂等,以及一些常见的样品。在教材的编排上,将分析化学中常用的分析仪器单列一章,一目了然,便于查阅。实验部分包括化学分析和仪器分析两部分。经过前面的基本训练后,还安排了设计性实验,学生可选做其中部分实验。在教师的指导下,学生可通过查阅文献资料,对所学的各类分析方法加以灵活应用,独立地拟定实验方案,这对培养学生分析问题和解决问题的能力是十分有益的。

中国药科大学分析化学教研室许多教师曾先后参加本实验课程的教学,对本教材的建设作出了许多贡献,在本书编写过程中提出了许多宝贵意见。倪坤仪同志仔细审阅全书,提出许多中肯意见,对他们的全力合作,在此谨致衷心的感谢。

参加本书编写工作的有钟文英(第1、2章,第3章实验10、12~17、32、42~43、45、47、48、50、51、60、61,第4章,附录)、王志群(第1、2章,第3章实验1~4、10、18、28、44、46、49、52、54~58,附录)、黄芳(第2章,第3章实验19~25、33~41)、沈卫阳(第2章,第3章实验5~9、11、26、27、29~31、53、59),最后由钟文英、王志群统稿、整理。

由于编者水平有限,书中错误难免,恳请读者批评指正。

编 者

2000年2月于南京

目 录

第 1 章 分析化学实验基本知识	(1)
1.1 分析实验室规则	(1)
1.2 实验室安全常识	(1)
1.3 分析实验室用水的规格、制备和检验方法	(2)
1.3.1 分析实验室用水的规格	(2)
1.3.2 水纯度的检查	(3)
1.3.3 各种纯度水的制备	(4)
1.4 常用玻璃器皿的洗涤及洗液的配制	(4)
1.5 化学试剂的一般知识	(5)
1.6 常用的基准物质	(5)
1.7 气体钢瓶的使用及注意事项	(6)
1.7.1 常用气体钢瓶的国家标准规定	(6)
1.7.2 使用钢瓶时的注意事项	(7)
1.8 实验数据的记录、处理和实验报告	(8)
1.8.1 实验数据的记录	(8)
1.8.2 分析数据的处理	(8)
1.8.3 实验报告	(8)
第 2 章 分析化学实验仪器及操作	(9)
2.1 一般仪器	(9)
2.2 滴定分析仪器及基本操作	(10)
2.2.1 移液管及其使用方法	(10)
2.2.2 容量瓶及其使用方法	(11)
2.2.3 滴定管及其使用方法	(13)
2.3 重量沉淀法基本操作	(15)
2.3.1 样品的称取和溶解	(15)
2.3.2 沉淀	(16)
2.3.3 过滤	(16)
2.3.4 沉淀的洗涤及沉淀的转移	(18)
2.3.5 沉淀的干燥和灼烧	(19)
2.4 分析天平	(20)
2.4.1 分析天平的结构原理	(20)
2.4.2 天平的分类	(20)
2.4.3 分析天平的结构	(21)
2.4.4 天平的使用方法	(22)

2.4.5	分析天平的使用规则	(24)
2.4.6	分析天平常见故障的排除	(25)
2.4.7	天平室规则	(26)
2.5	电化学分析仪器及操作	(26)
2.5.1	指示电极和参比电极	(26)
2.5.2	pHS-25 型酸度计	(28)
2.5.3	PXD-12 型数字式离子计	(30)
2.6	光谱分析仪器及操作	(31)
2.6.1	紫外—可见分光光度计	(31)
2.6.2	红外分光光度计	(36)
2.6.3	LS50B 荧光仪	(38)
2.6.4	岛津 AAS-670 型分光光度计	(39)
2.6.5	FIA-TI-721 型流动注射分光光度分析仪	(40)
2.6.6	PMX-60SI 高分辨核磁共振波谱仪	(40)
2.7	色谱分析仪器及操作	(46)
2.7.1	岛津 CS-9000 型双波长薄层扫描仪	(46)
2.7.2	岛津 GC-14A 气相色谱仪	(50)
2.7.3	LC-10A 液相色谱仪(日本岛津公司)	(53)
2.7.4	色谱数据处理机	(55)
第 3 章	实验部分	(63)
3.1	化学分析	(63)
实验 1	天平性能的检查	(63)
实验 2	称量练习	(65)
实验 3	氟化钡结晶水的测定	(68)
实验 4	硫酸钠的含量测定	(72)
实验 5	容量仪器的校正	(75)
实验 6	氢氧化钠标准溶液(0.1 mol/L)的配制与标定	(78)
实验 7	药物阿斯匹林的含量测定	(82)
实验 8	盐酸标准溶液(0.2 mol/L)的配制与标定	(84)
实验 9	药用硼砂的含量测定	(86)
实验 10	药用氧化锌的含量测定	(87)
实验 11	混合碱的含量测定	(89)
实验 12	高氯酸标准溶液(0.1 mol/L)的配制与标定	(91)
实验 13	药物水杨酸钠的含量测定	(93)
实验 14	硝酸银标准溶液的配制与标定	(95)
实验 15	药物氯化铵的含量测定	(98)
实验 16	EDTA 标准溶液(0.05 mol/L)的配制与标定	(99)
实验 17	水的硬度测定	(102)

实验 18	磷酸铝干凝胶的含量测定	(105)
实验 19	碘标准溶液(0.05 mol/L)的配制与标定	(107)
实验 20	硫代硫酸钠标准溶液(0.1 mol/L)的配制与标定	(109)
实验 21	维生素 C 的含量测定(直接碘量法)	(112)
实验 22	硫酸铜的含量测定(置换滴定法)	(114)
实验 23	高锰酸钾标准溶液(0.02 mol/L)的配制与标定	(116)
实验 24	原料药硫酸亚铁的含量测定	(118)
实验 25	双氧水中过氧化氢的含量测定	(120)
3.2	仪器分析	(121)
实验 26	用酸度计测定药物液体制剂的 pH 值	(121)
实验 27	磷酸的电位滴定	(125)
实验 28	药物咖啡因的含量测定	(129)
实验 29	用氯离子选择电极测定 Cl^- 离子浓度	(131)
实验 30	亚硝酸钠标准溶液的配制与标定(永停滴定法)	(135)
实验 31	永停滴定法测定磺胺类药物	(137)
实验 32	费休氏法测定抗生素药物中的含水量(永停滴定法)	(140)
实验 33	吸收曲线的绘制	(144)
实验 34	邻二氮菲比色法测定铁的条件试验	(148)
实验 35	邻二氮菲比色法测定水中的含铁量	(149)
实验 36	维生素 B_{12} 注射液的含量测定(吸收系数法和标准对比法)	(152)
实验 37	原料药品吸收系数的测定	(154)
实验 38	安钠咖注射液中咖啡因和苯甲酸钠的含量测定(双波长法)	(156)
实验 39	三波长分光光度法测定常药降压片中氢氯噻嗪的含量	(161)
实验 40	红外分光光度法测定药物的化学结构	(164)
实验 41	富里叶变换红外光谱法测定环己酮的含量	(166)
实验 42	荧光分光光度法测定阿斯匹林片中乙酰水杨酸和水杨酸	(168)
实验 43	原子吸收分光光度法测定自来水中镁的含量	(170)
实验 44	石墨炉原子化原子吸收分光光度法测定含铜废液中微量铜	(172)
实验 45	流动注射—分光光度法测定自来水中磷的含量	(174)
实验 46	核磁共振波谱法测定有机化合物的结构	(176)
实验 47	纸色谱法分离鉴定蛋氨酸及甘氨酸	(178)
实验 48	薄层色谱法分离复方新诺明片中 SMZ 和 TMP	(181)
实验 49	丹参有效成分的薄层扫描定量	(184)
实验 50	离子交换法测定枸橼酸钠的含量	(187)
实验 51	气液色谱柱的制备	(190)
实验 52	气相色谱仪的性能检查、柱性能的测定	(191)
实验 53	相对校正因子的测定	(195)
实验 54	酊剂中乙醇含量的测定(已知浓度样品对照法)	(197)
实验 55	毛细管气相色谱柱的 Kovats 保留指数测定	(199)

实验 56	程序升温毛细管气相色谱法测定药物中有机溶剂残留量	(202)
实验 57	高效液相色谱柱的性能考察及分离度测试	(204)
实验 58	反相色谱中影响溶质保留值的主要因素	(207)
实验 59	高效液相色谱法测定苯丙酸诺龙注射液的含量	(209)
实验 60	高效液相色谱法测定人血浆中扑热息痛含量	(210)
实验 61	毛细管区带电泳法测定复方布洛芬片中布洛芬和伪麻黄碱的含量	(212)
第 4 章	设计实验	(214)
4.1	概述	(214)
4.2	分析方案设计	(215)
附录		(217)
附录 1	萨德勒(SADTLER)标准光谱集红外光谱的查阅方法	(217)
附录 2	附表	(227)
表 1	常用指示剂	(227)
表 2	常用缓冲溶液的配制	(230)
表 3	0~95℃时标准缓冲溶液的 pH 值	(231)
表 4	常用酸碱的密度、含量和浓度	(232)
表 5	化合物的相对分子质量	(232)
表 6	元素的相对原子质量	(235)
表 7	常用溶剂的折光率和紫外截止吸收	(236)
表 8	气相色谱中常用的固定液	(237)
表 9	一些化合物的相对质量校正因子(f_m)和沸点	(238)
参考文献		(239)

第 1 章 分析化学实验基本知识

1.1 分析实验室规则

(1)实验前应准备一本预习报告本,认真进行预习,并写好预习报告。内容包括:实验目的要求、基本原理、简单的实验步骤、实验中注意事项,做好实验安排。对将要进行的实验做到心中有数。

(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的操作规程,听从教师指导。未经允许切不可随意动手,以防损坏。

(3)实验过程中要保持安静,正确操作,细致观察,认真记录,周密思考。要遵守实验室安全规则,保持室内整洁,特别是随时保持实验台面干净、整齐。火柴梗、废纸等杂物丢入废物缸内。要注意节约使用水、电、煤气等。

(4)实验记录应如实反映实验的情况。通常应按一定格式用钢笔或圆珠笔书写。所有的原始数据都应边实验边准确地记录在报告本上,而不要等到实验结束后才补记,更不要将原始数据记录在草稿本、小纸片或其他地方。记录本应预先编好页码,不应撕毁其中的任何一页。必须养成实事求是的科学态度,不凭主观意愿删去你不喜欢的数据,更不得随意涂改。若记错了,可将错的数据轻轻划一道杠,将正确的数据记在旁边,切不可乱涂乱改或用橡皮擦拭。任何随意拼凑、杜撰原始数据的做法都是不允许的。

(5)实验结束后,应立即把玻璃器皿洗刷干净,仪器复原,填好使用登记卡,整理好实验台面,把当天的实验报告及时交给老师。

(6)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。

1.2 实验室安全常识

实验室安全包括人身安全及实验室仪器、设备的安全。分析化学实验室主要应预防化学药品中毒,操作过程中的烫伤、割伤、腐蚀等危害人身安全的各种因素和燃气、高压气体、高压电源、易燃易爆化学品可能产生的火灾、爆炸及跑水等事故。

(1)实验室内禁止饮食、吸烟,切勿以实验用容器代替水杯、餐具使用,防止化学试剂入口,实验结束后要洗手。

(2)使用 KCN、 As_2O_3 、 HgCl_2 等剧毒品时要特别小心,用过的废物、废液不可乱扔、乱倒,要回收或加以特殊处理。

(3)使用浓酸、浓碱及其他具有强烈腐蚀性的试剂时,操作要小心,防止溅伤和腐蚀皮

肤、衣物等。易挥发的有毒或有强烈腐蚀性的液体和气体,要在通风柜中操作(尤其是用它们热分解试样时)。浓酸、浓碱如果溅到身上应立即用水冲洗,溅到实验台上或地面上要用水稀释后擦掉。

(4)使用高压气体钢瓶时,要严格按操作规程进行操作。例如在原子吸收光谱实验室中所用的各种火焰,其点燃与熄灭的原则是:先开助燃气,再开燃气;先关燃气,再关助燃气(即燃气按迟到早退原则开启)。乙炔钢瓶应存放在远离明火,通风良好,温度低于 35℃ 的地方。钢瓶在更换前仍应保持一部分压力。

(5)在仪器分析实验中,要在阅读仪器操作规程后或经教师讲解后再动手操作仪器。不要随便拨弄仪器,以免损坏或发生其他事故。

(6)使用自来水后要及时关闭阀门,遇停水时要立即关闭阀门,以防来水后发生跑水,离开实验室之前应再检查自来水阀门是否完全关闭(使用冷凝器时较易忘记关闭冷却水)。

(7)如果发生烫伤或割伤,可先利用实验室的小药箱进行简单处理,然后尽快去医院进行治疗。

(8)实验过程中万一发生着火,不要惊慌,应尽快切断电源或燃气源,用石棉布或湿抹布熄灭(盖住)火焰。密度小于水的非水溶性有机溶剂着火时,不可用水浇,以防止火势蔓延。电器着火时,不可用水冲,以防触电,应使用干冰或干粉灭火器进行灭火。着火范围较大时,应立即用灭火器灭火,并根据火情决定是否要报告消防部门。

1.3 分析实验室用水的规格、制备和检验方法

分析实验室用于溶解、稀释和配制溶液的水,都必须先经过纯化。分析要求不同,对水质纯度的要求也不同。故应根据不同要求,采用不同纯化方法制得纯水。

一般实验室用的纯水有蒸馏水、二次蒸馏水、去离子水、无二氧化碳蒸馏水、无氨蒸馏水等。

1.3.1 分析实验室用水的规格

根据中华人民共和国国家标准 GB 6682-92《分析实验室用水规格及试验方法》的规定,分析实验室用水分为三个级别:一级水、二级水和三级水。分析实验室用水应符合表 1-1 所列规格。

表 1-1 分析实验室用水规格

项 目	一 级	二 级	三 级
pH 值范围, 25℃	-*	-	5.0~7.5
电导率, $\kappa/(\text{ms}\cdot\text{m}^{-1})$, 25℃ $\leq$	0.01	0.10	0.50
可氧化物以(O)计, $\rho(\text{O})/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})\leq$	-	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℃, $\rho_{\text{B}}/(\text{mg}\cdot\text{L}^{-1})\leq$	-	1.0	2.0
可溶性硅, 以 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。

一级水用于有严格要求的分析实验,包括对颗粒有要求的实验,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 $0.2\ \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤来制取。

二级水用于无机痕量分析等试验,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。

三级水用于一般化学分析实验。三级水可用蒸馏或离子交换等方法制取。

实验室使用的蒸馏水,为保持纯净,蒸馏水瓶要随时加塞,专用虹吸管内均应保持干净。蒸馏水瓶附近不要存放浓 HCl 、 $\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ 等易挥发试剂,以防污染。通常用洗瓶取蒸馏水。用洗瓶取水时,不要取出其塞子和玻管,也不要使蒸馏水瓶上的虹吸管插入洗瓶内。

通常,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。用于痕量分析的高纯水,如二次亚沸石英蒸馏水,则需要保存在石英或聚乙烯塑料容器中。

1.3.2 水纯度的检查

按照国家标准 GB 6682-92 所规定的试验方法检查水的纯度是法定的水质检查方法。根据各实验室分析任务的要求和特点,对实验用水也经常采用如下方法进行一些项目的检查:

1) 酸度

要求纯水的 pH 值在 6~7。检查方法是在两支试管中各加 10 ml 待测的水,一管中加 2 滴 0.1% 甲基红指示剂,不显红色;另一管加 5 滴 0.1% 溴百里酚蓝指示剂,不显蓝色,即为合格。

2) 硫酸根

取待测水 2~3 ml 放入试管中,加 2~3 滴 2 mol/L 盐酸酸化,再加 1 滴 0.1% 氯化钡溶液,放置 15 h,不应有沉淀析出。

3) 氯离子

取 2~3 ml 待测水,加 1 滴 6 mol/L 硝酸酸化,再加 1 滴 0.1% 硝酸银溶液,不应产生混浊。

4) 钙离子

取 2~3 ml 待测水,加数滴 6 mol/L 氨水使其呈碱性,再加饱和草酸铵溶液 2 滴,放置 12 h 后,无沉淀析出。

5) 镁离子

取 2~3 ml 待测水,加 1 滴 0.1% 鞣酐黄及数滴 6 mol/L 氢氧化钠溶液,如有淡红色出现,即有镁离子,如呈橙色则合格。

6) 铵离子

取 2~3 ml 待测水,加 1~2 滴内氏试剂,如呈黄色则有铵离子。

7) 游离二氧化碳

取 100 ml 待测水注入锥形瓶中,加 3~4 滴 0.1% 酚酞溶液,如呈淡红色,表示无游离二氧化碳;如为无色,可加 0.100 0 mol/L 氢氧化钠溶液至淡红色,1 min 内不消失,即为终点。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。

水纯度的分析结果通常用以下几种方法表示：

(1)毫克/升(mg/L) 表示每升水中含有某物质的毫克数。

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

(3)硬度 我国采用 1 L 水中含有 10 mg 氧化钙作为硬度的 1 度,这和德国标准一致,所以有时也称作 1 德国度。

1.3.3 各种纯度水的制备

1)蒸馏水

将自来水在蒸馏装置中加热汽化,然后将蒸汽冷凝即可得到蒸馏水。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,但还有少量金属离子、二氧化碳等杂质。

2)二次石英亚沸蒸馏水

为了获得比较纯净的蒸馏水,可以进行重蒸馏,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,如加入甘露醇能抑制硼的挥发;加入碱性高锰酸钾可破坏有机物并防止二氧化碳蒸出。二次蒸馏水一般可达到二级水指标。第二次蒸馏通常采用石英亚沸蒸馏器,其特点是在液面上方加热,使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

去离子水是使自来水或普通蒸馏水通过离子树脂交换柱后所得的水。制备时,一般将水依次通过阳离子树脂交换柱、阴离子树脂交换柱和阴阳离子树脂混合交换柱。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。

市售 70 型离子交换纯水器可用于实验室制备去离子水。

1.4 常用玻璃器皿的洗涤及洗液的配制

分析化学实验中要求使用洁净的器皿,因此,在使用前必须将器皿充分洗净。常用的洗涤方法有 4 种。

1)刷洗

用水和毛刷洗涤,除去器皿上的污渍和其他不溶性和可溶性杂质。

2)用去污粉、肥皂、合成洗涤剂洗涤

洗涤时先将器皿用水湿润,再用毛刷蘸少许去污粉或洗涤剂,将仪器内外洗刷一遍,然后用水边冲边刷洗,直至干净为止。

3)用铬酸洗液(简称洗液)洗涤

被洗涤器皿尽量保持干燥,倒少许洗液于器皿内,转动器皿使其内壁被洗液浸润(必要时可用洗液浸泡),然后将洗液倒回原装瓶内以备再用(若洗液的颜色变绿,则另作处理)。

再用水冲洗器皿内残留的洗液,直至干净为止。如用热的洗液洗涤,则去污能力更强。

洗液主要用于洗涤被无机物沾污的器皿,它对有机物和油污的去污能力也较强。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、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) 铬酸洗液的配制方法

将 5 g 重铬酸钾用少量水润湿,慢慢加入 80 ml 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。

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三次。洗涤干净的器皿,放去水后,内壁只应留下均匀一薄层水,如壁上挂着水珠,说明没有洗干净,必须重洗。

1.5 化学试剂的一般知识

化学试剂的规格是以其中所含杂质的多少来划分的,一般分为 4 个等级,其规格见表 1-2。

表 1-2 化学试剂规格

等 级	名 称	英 文 名 称	符 号	标签标志
一级品	优级纯(保证试剂)	Guaranteed reagent	G R	绿色
二级品	分析纯(分析试剂)	Analytical reagent	A R	红色
三级品	化学纯	Chemically reagent	C. P 或 P	蓝色
四级品	实验试剂	Laboratorial reagent	L. R	棕色等
	生物试剂	Biological reagent	B. R 或 C R	黄色等

在一般分析工作中,通常使用 A. R 级的试剂。

此外,还有基准试剂、色谱纯试剂、光谱纯试剂等。基准试剂的纯度相当于或高于优级纯试剂。可作为滴定分析法的基准物质,也可用于直接法配制标准溶液。色谱纯试剂是在最高灵敏度下以 10^{-10} g 下无杂质峰来表示的。光谱纯试剂专门用于光谱分析,它是以光谱分析时出现的干扰谱线的数目及强度来衡量的,即其杂质含量用光谱分析法已测不出或其杂质含量低于某一限度。

选择试剂时,不要盲目地追求纯度高,应根据分析工作的具体情况进行选择。例如,配制铬酸洗液时,仅需工业用的 $K_2Cr_2O_7$ 及工业硫酸即可,若用 A. R 级的 $K_2Cr_2O_7$,必定造成浪费。当然也不能随意降低试剂的规格而影响分析结果的准确度。

1.6 常用的基准物质

分析化学中常用的基准物质列于表 1-3 中。

表 1-3 常用基准物的干燥条件和应用

基准物质		干燥后组成	干燥条件(℃)	标定对象
名 称	分子式			
碳酸氢钠	NaHCO_3	Na_2CO_3	270~300	酸
碳酸钠	$\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	Na_2CO_3	270~300	酸
硼砂	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	放在含 NaCl 和蔗糖饱和液的干燥器中	酸
碳酸氢钾	KHCO_3	K_2CO_3	270~300	酸
草酸	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	室温空气干燥	碱或 KMnO_4
邻苯二甲酸氢钾	$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$	$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$	110~120	碱
重铬酸钾	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	140~150	还原剂
溴酸钾	KBrO_3	KBrO_3	130	还原剂
碘酸钾	KIO_3	KIO_3	130	还原剂
铜	Cu	Cu	室温干燥器中保存	还原剂
三氧化二砷	As_2O_3	As_2O_3	室温干燥器中保存	氧化剂
草酸钠	$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	130	氧化剂
碳酸钙	CaCO_3	CaCO_3	110	EDTA
锌	Zn	Zn	室温干燥器中保存	EDTA
氧化锌	ZnO	ZnO	900~1 000	EDTA
氯化钠	NaCl	NaCl	500~600	AgNO_3
氯化钾	KCl	KCl	500~600	AgNO_3
硝酸银	AgNO_3	AgNO_3	280~290	氯化物
氨基磺酸	HOSO_2NH_2	HOSO_2NH_2	在真空 H_2SO_4 干燥器中保存 48 h	碱
氟化钠	NaF	NaF	在铂坩埚中 500~550℃ 下保存 40~50 min 后,置于 H_2SO_4 干燥器中冷却	

1.7 气体钢瓶的使用及注意事项

1.7.1 常用气体钢瓶的国家标准规定

气体钢瓶是由无缝碳素钢或合成钢制成,适用于装介质压力在 $1.520 \times 10^7 \text{ Pa}$ 以下的气体。不同类型的气体钢瓶,其外表所漆的颜色、标记的颜色等有统一规定。我国钢瓶常用的标记列于表 1-4。

表 1-4 部分气体钢瓶的标记

气体钢瓶名称	外表颜色	字体颜色	压力(Pa)及色环	字样	工作压力(Pa)	性质	钢瓶内气体状态
氧气	天蓝	黑	$P=1.520 \times 10^7$, 无环 $P=2.026 \times 10^7$ 白色一环 $P=3.040 \times 10^7$ 白色二环	氧	1.471×10^7	助燃	压缩气体
氢气	深绿	红	$P=1.520 \times 10^7$, 无环 $P=2.026 \times 10^7$, 红 $P=3.040 \times 10^7$, 红	氢	1.471×10^7	易燃	压缩气体
乙炔	白	红		乙炔	2.942×10^6	可燃	乙炔溶解在活性丙酮中
氮气	黑	黄	$P=1.520 \times 10^7$, 无环 $P=2.026 \times 10^7$ 棕色一环 $P=3.040 \times 10^7$ 棕色二环	氮气	1.471×10^7	不可燃	压缩气体
氩气	灰	绿		氩	1.471×10^7	不可燃	压缩气体

1.7.2 使用钢瓶时的注意事项

(1)钢瓶应存放在阴凉、干燥,远离阳光、暖气、炉火等热源的地方。离明火要在 10 m 以上,室温不要超过 35℃,并有必要的通风设备。最好放在室外,用导管通入。

(2)搬动钢瓶时要稳拿轻放,并旋上安全帽。放置使用时,必须固定好,防止倒下击爆。开启安全帽和阀门时,不能用锤或凿敲打,而要用扳手慢慢开启。

(3)使用时要用减压阀(二氧化碳和氨气钢瓶可例外),要检查钢瓶气门的螺丝扣是否完好。一般可燃气体的钢瓶气门螺纹是反扣的(如氢气、乙烯等),腐蚀性气体(如氯气等)一般不用减压阀。各种减压阀不能混用。

(4)氧气钢瓶的气门、减压阀严禁沾染油脂。

(5)钢瓶附件各连接处都要使用合适的衬垫防漏,如铝垫、薄金属片、石棉垫等均可,不能用棉、麻等织物,以防燃烧。检查接头或管道是否漏气时,对于可燃气体可用肥皂水涂于被检查处进行观察,但氧气和氢气不可用此法。检查钢瓶气门是否漏气,可用气球扎紧于气门上进行观察。

(6)钢瓶中气体不可用尽,应保持 4.93×10^4 Pa 表压以上的残留量,乙炔气瓶要保留 $1.961 \times 10^5 \sim 2.922 \times 10^5$ Pa 表压以上,以便于判断瓶中何种气体,检查附件的严密性,也可防止大气的倒灌。

(7)氧气钢瓶和可燃性气体钢瓶不要存放在一起,氢气钢瓶和氯气钢瓶也不要存放在一起。

(8)钢瓶每隔 3 年进厂检验一次,重涂规定颜色的油漆。装腐蚀性气体的钢瓶,每隔 2 年检验一次,不合格的钢瓶要及时报废或降级使用。

1.8 实验数据的记录、处理和实验报告

1.8.1 实验数据的记录

学生应备有专用的记录本(编好页数,不要随便撕去任何一页),不允许将数据记在小纸片上或随便记在任何地方。

实验过程中所得的各种测量数据及现象,应及时记录下来。应有严谨的科学态度和实事求是的精神,决不能拼凑数据。若发现数据读错、算错而需要改动时,可将该数据用一横线划去,并在其上方写上正确的数据(不要涂改)。

记录实验数据时,保留几位有效数字应和所用仪器的准确程度相适应。如用分析天平称量时,应记录至 0.000 1 g,滴定管和移液管的读数应记录至 0.01 ml。

1.8.2 分析数据的处理

分析化学实验中,测得一组数据 $x_1, x_2, \dots, x_n$ 后,对其中的可疑数据是保留还是舍弃,可用 Q 检验法或 Grubbs 法进行检验决定其取舍,然后算出算术平均值 $\bar{X}$ 。同时,还应把分析结果的精密度表示出来。分析结果的精密度可用相对平均偏差、标准偏差(S)及相对标准偏差(RSD)表示,这些是分析实验中最常用的几种处理数据的表示方法。

1.8.3 实验报告

分析化学实验报告一般包括下列内容:

实验编号 _____ 实验名称 _____ 实验日期 _____

1) 原理

简要地用文字和反应式表示。

2) 实验内容

应简明扼要,一般可用流程图表示。

3) 实验数据及处理

可用表格、图形将数据表示出来。并根据数据按一定公式计算出分析结果和分析结果的精密度。

4) 问题及讨论

对实验中观察到的现象及实验结果进行分析和讨论。若实验失败,应寻找失败原因,总结经验教训,以提高自己分析问题和解决问题的能力。

第2章 分析化学实验仪器及操作

2.1 一般仪器

这里只简略地介绍在分析化学实验里一般仪器及使用方法、注意事项等。

1) 瓷坩埚及坩埚钳

瓷坩埚能耐 1200°C 高温,常用于沉淀的灼烧和称量。用天然气灯灼烧瓷坩埚只能达到 $800\sim 900^{\circ}\text{C}$ 左右,更高的温度需在马弗炉中灼烧。选用的坩埚不要太大和太厚,常用的是 25 ml 和 30 ml 薄壁的瓷坩埚。瓷坩埚中不能用来熔融金属碳酸盐、苛性碱,当然更不能与 HF 接触,使用前应用自来水及热的浓 HCl 洗涤(洗去 Fe_2O_3 、 Al_2O_3),最后用纯水涮干净。灼烧坩埚前,应先在烘箱中烘干或先用小火焰“舐”烧坩埚的各部分,使其慢慢被烘干后,再逐渐升高温度。湿坩埚或放有湿沉淀的坩埚,决不能突然用大火灼烧,否则很容易爆裂。

当夹持高温或冷却后待称量的坩埚时,要用坩埚钳。坩埚钳用后要钳口向上平放于白瓷板上,铜制或铁制坩埚钳要用细砂纸磨光亮后再用。

2) 干燥器

不论是坩埚还是称量瓶、基准物还是试样,烘干后在称量之前,一定要放置待其温度达到室温。由于空气中总含有一定量的水分,因此冷却它们就不能放在桌面上,暴露于大气中,必须放在干燥器中冷却。

按照放在干燥器中的物质的吸湿性不同,需采用不同强度的干燥剂。经常用的干燥剂是变色硅胶、无水 CaCl_2 ,其他一些干燥剂还有 CaSO_4 、 Al_2O_3 、浓 H_2SO_4 等。 P_2O_5 和 $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$ 是最强的干燥剂,应用较少。

干燥器中有一带孔的白瓷盘,孔上可以架坩埚,其他地方可放置称量瓶等。

准备干燥器时要用干抹布将瓷盘和内壁擦抹干净,一般不用水洗,否则不能很快干燥。干燥剂不要放得太满,装至干燥器下室的一半就够了,太多就容易沾污坩埚。装干燥剂的方法见图 2-1。

干燥器的身与盖之间应均匀地涂抹一层凡士林。启盖的方法是一手抱住干燥器,另一只手将盖向旁边推开(见图 2-2)。搬动干燥器时,应用拇指按住其盖,防止滑落而打碎(见图 2-3)。

应当注意,干燥器不能用来保存湿的器皿或沉

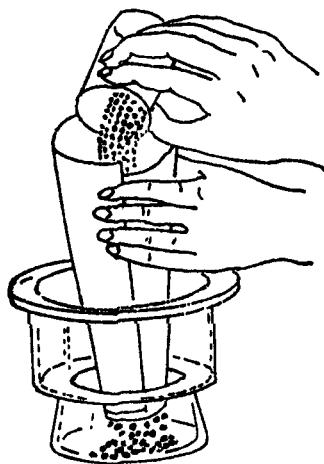


图 2-1 装干燥剂的方法