

高等学校教材

分析化学实验

余振宝 姜桂兰 主编



化学工业出版社
教材出版中心

· 北 京 ·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/余振宝, 姜桂兰主编. —北京: 化学工业出版社, 2005. 9
高等学校教材
ISBN 7-5025-7236-8

I. 分… II. ①余…②姜… III. 分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2005) 第 112078 号

高等学校教材
分析化学实验
余振宝 姜桂兰 主编
责任编辑: 何 丽
文字编辑: 李姿娇
责任校对: 陈 静
封面设计: 潘 峰

*

化学工业出版社 出版发行
教材出版中心
(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)
购书咨询: (010)64982530
(010)64918013
购书传真: (010)64982630
[http:// www. cip. com. cn](http://www.cip.com.cn)

*

新华书店北京发行所经销
北京市兴顺印刷厂印装
开本 787mm×1092mm 1/16 印张 13½ 彩插 1 字数 331 千字
2006 年 1 月第 1 版 2006 年 1 月北京第 1 次印刷
ISBN 7-5025-7236-8
定 价: 24.00 元

版权所有 违者必究
该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

前 言

分析化学是生命科学、环境科学、医药学、食品、材料、农业和地质类等专业的**主要基础课程之一**。分析化学实验是分析化学课程教学中的重要环节，在培养学生基本技能、实践能力、科学素质以及增强学生的创新意识等方面都起着重要作用。因此，加强分析化学实验教学已成为全面提高学生素质的重要途径之一。而分析化学实验教材是搞好实验教学的重要依据。

吉林大学五校合并后，针对近化学类专业分析化学实验教学体系等的改革问题进行了较全面深入的研究和探讨，并对实验教学内容和新实验项目进行了探索，在总结近五年的教学实践经验的基础上，结合非化学化工类分析化学实验教学实际情况和可能，将化学分析实验与仪器分析实验按上下两篇合编。

《分析化学实验》编写的宗旨是：以基本操作技能为主线，突出“量”的意识、能力和素质培养，适应学生个性化发展。

在内容上，力求既结合实际，又面向未来；既以生物、环境类专业为主，又照顾到其他类专业的需要。

在实验项目的编排上，尽力做到实验原理阐述清晰、实验步骤和注意事项叙述详细，利于学生选课预习和独立完成实验。

本书分为两篇，章次按全书排序。上篇为化学分析实验部分，分为五章。第一章介绍化学分析实验安全常识和化学分析实验基础知识；第二章介绍化学分析实验中的器皿洗涤、天平称量及容量瓶、移液管、滴定管等的基本操作方法和要求；第三章为化学分析基础实验部分，包括 10 个实验；第四章为化学分析选做实验部分，包括 13 个实验；第五章为化学分析设计实验部分，包括 20 个实验。

下篇为仪器分析实验部分，分为六章。第六章主要介绍地质、环境、生物等各种样品的前处理技术，包括微波及超声溶样等新方法；第七章介绍分析化学中常用的分离富集技术，包括膜分离、固相微萃取等新技术；第八章为仪器分析基础实验部分，包括 24 个实验；第九章为仪器分析选做实验部分，包括 12 个实验；第十章为仪器分析设计及综合实验；第十一章为多媒体化学实验数据处理。

上、下两篇实验内容涵盖多种实验方法，而且选取了生物、食品、药物、地质、土壤、水体等方面的多种样品作为分析对象，因此，本实验教材可用于非化学化工类多种专业本科生的实验教学。

参加本书上篇的编写人员和编写的内容如下：余振宝（第一章的部分内容，第四章中实验十一、十二、十八、二十至二十三和第五章）、郑克岩（第一章、第二章的主要部分）、宋乃忠（第三章）、季桂娟（第二章的部分内容，第四章实验十三至十七、十九）。上篇由余振宝修改定稿。

参加本书下篇的编写人员和编写的内容如下：姜桂兰（第七章，第八章实验十、十三至十六、十八、二十三，第九章实验三十、三十五至三十六和第十章）、鲍长利（第六章，第八章实验五、七、二十一、二十七、三十一、三十二）、田玉美（第八章实验六）、张凯（第八章实验一、四，第九章实验二十八、二十九）、季桂娟（第八章实验二、三、十一、十二，第九章实验二十六）、余振宝（第八章实验八）、宋乃忠（第八章实验九）、周伟红（第八章实验二十）、马玖彤（第八章实验十七）、李增文（第八章实验十九，第九章实验三十四）、詹从红（第八章实验二十二）、蒋曼（第八章实验二十四）、张蛮、赫奕（第九章实验二十五）、牟凤田（第九章实验三十三）、许海、宋乃忠（第十一章）。下篇由姜桂兰修改定稿（其中第十一章由余振宝整理定稿）。

参加本书附录部分的编写人员和编写的内容如下：郑克岩、余振宝（附录一至十一）、张凯（附录十二至十七），最后由余振宝整理定稿。

本教材的出版得到化学工业出版社的大力支持，在此深表谢意。

限于时间及编者水平，本书难免存在疏漏之处，请读者批评指正。

编 者

2005 年 6 月

目 录

分析化学实验课的要求	1
------------------	---

上篇 化学分析实验

第一章 化学分析实验基础知识	3
一、学生实验守则	3
二、实验室安全规则	3
三、纯水的制备和检验	5
四、化学试剂规格	6
五、玻璃仪器的洗涤	6
六、定量和定性分析滤纸的规格	8
七、分析化学中常用的干燥剂	9
八、原装酸、碱的含量、密度和浓度	10
九、常用溶液的配制方法	10
十、实验数据的记录、处理和实验报告	11
第二章 定量分析仪器和基本操作	15
一、分析天平称量	15
二、重量分析基本操作	19
三、滴定分析基本操作	25
第三章 化学分析基础实验	33
实验一 常用容量器皿的校准	33
实验二 化学分析基本操作	35
实验三 酸碱滴定练习	38
实验四 有机酸摩尔质量的测定	40
实验五 EDTA 标准溶液的配制与标定	42
实验六 水的硬度和钙镁总量的测定	45
实验七 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制与标定	46
实验八 维生素 C 含量的测定（碘量法）	48
实验九 风干样品水分的测定（土壤、植物重量分析）	50
实验十 钡盐含量的测定（硫酸钡重量法）	52
第四章 化学分析选做实验	54
实验十一 果品总酸度的测定	54
实验十二 铵盐中氮含量的测定	55
实验十三 铋、铅含量的连续测定	57
实验十四 过氧化氢含量的测定	58
实验十五 水样中化学耗氧量（COD）的测定（高锰酸钾法）	59

实验十六 铁矿中全铁含量的测定（无汞定铁法）	60
实验十七 间接碘量法测定铜合金中铜的含量	62
实验十八 胆矾中铜含量的测定（间接碘量法）	64
实验十九 钢铁中镍含量的测定	66
实验二十 补钙制剂中钙含量的测定（高锰酸钾间接滴定法）	67
实验二十一 水样中氯化物的测定（硝酸银滴定法）	69
实验二十二 含碘食盐中碘含量的测定	71
实验二十三 蛋壳中 Ca、Mg 含量的测定	72
第五章 化学分析设计实验	76
一、实验目的	76
二、要求	76
三、实验方案设计参考选题	76

下篇 仪器分析实验

第六章 分析化学中常用的样品前处理技术	79
第一节 试样处理技术	79
一、干灰化法	79
二、湿式消解法	80
三、熔融分解法	82
第二节 复杂样品预处理示例	82
一、植物和生物样品的预处理	82
二、岩石、土壤试样的预处理	83
第七章 分析化学中常用的分离富集技术	84
第一节 挥发和蒸馏分离法	84
第二节 沉淀和共沉淀法	84
一、沉淀分离法	84
二、共沉淀法	85
第三节 萃取分离法	86
一、溶剂萃取	86
二、固相萃取	86
三、超临界流体萃取	87
四、超声提取	87
第四节 离子交换分离法	87
第五节 色谱分离法	87
一、气相色谱法	88
二、高效液相色谱法	89
三、离子色谱法	90
四、超临界流体色谱法	90
第六节 膜分离法	90
一、膜渗析	91

二、电渗析	91
三、膜过滤	91
四、液膜技术	91
五、膜萃取	91
第八章 仪器分析基础实验	92
第一节 发射光谱分析法	92
实验一 电感耦合等离子体发射光谱法 (ICP-AES) 测定食品中的多种微量元素	92
实验二 地质样品的 X 射线荧光光谱定性、半定量分析	94
实验三 X 射线荧光光谱法测定地质样品中的常量、微量元素	96
实验四 原子荧光光谱法检验矿物药石膏中的砷	97
第二节 吸收光谱分析法	99
实验五 原子吸收光谱分析中实验条件的选择	99
实验六 原子吸收光谱法测定茶水中的钙	101
实验七 石墨炉原子吸收光谱法测定土壤中的微量铅和镉	102
实验八 Al^{3+} -CAS 二元络合物与 Al^{3+} -CAS-CPC 三元络合物光吸收性质的比较和 水样中铝的测定	104
实验九 邻二氮菲吸光光度法测定水样中铁的条件选择和测定	106
实验十 分光光度法测定食盐中的碘含量	108
实验十一 分光光度法测定水样中的六价铬	109
实验十二 紫外可见分光光度法测定水样中的苯酚	111
实验十三 红外光度法测定水中的石油类和动植物油	113
实验十四 傅里叶变换红外光谱法测定蛋白质多肽二级结构	116
第三节 电化学分析法	117
实验十五 电位法测定水溶液的 pH 值	117
实验十六 离子选择电极法测定水中的氟离子	120
实验十七 循环伏安法测定饮料中的葡萄糖	122
实验十八 催化极谱法测定地下水中的铅	124
实验十九 示波极谱法测定污水样中的铅	125
实验二十 毛细管电泳/紫外检测阿司匹林中的水杨酸	127
第四节 色谱法	130
实验二十一 离子色谱法测定水中的阴离子	130
实验二十二 高效液相色谱法测定茶叶、咖啡和可乐饮料中的咖啡因	131
实验二十三 毛细管气相色谱法测定菊花茶中的木糖	133
第五节 热分析	134
实验二十四 硫酸铜的差热-热重分析	134
第九章 仪器分析选做实验	138
实验二十五 微波等离子体-发射光谱法 (MPT-AES) 测定水中的钙、镁	138
实验二十六 X 射线荧光光谱法测定硅酸盐中的主量元素	139
实验二十七 原子光谱法测定生化样品中的微量元素	140
实验二十八 矿物药石膏中汞、砷的同时测定	142

实验二十九 紫外可见分光光度法测定人发中的微量铝	143
实验三十 分光光度法测定水性涂料中的甲醛	145
实验三十一 原子吸收光谱法中的化学干扰及其抑制	147
实验三十二 高效毛细管电泳/电导检测法分离检测饮用水中的 Cl^- 、 NO_3^- 、 SO_4^{2-}	149
实验三十三 不锈钢在硫酸溶液中钝化曲线的测定及耐腐蚀能力的评价	151
实验三十四 气相色谱法测定水样中的有机磷农药	152
实验三十五 核磁共振波谱法测定多肽二级结构	155
实验三十六 气相色谱法测定工业废水中的总硝基化合物	157
第十章 仪器分析设计及综合实验	160
实验三十七 番茄红素的提取及分离	160
实验三十八 山楂多糖的提取及检测	160
实验三十九 动、植物中有效组分的提取及分离	161
第十一章 多媒体化学实验数据处理	162
一、Origin 简介	162
二、曲线拟合	164
附录一 元素的相对原子质量	175
附录二 常用式量表	176
附录三 常用酸、碱在水中的离解常数 (25°C , $I=0$)	177
附录四 难溶化合物的溶度积常数 ($18\sim 25^\circ\text{C}$, $I=0$)	180
附录五 金属-无机配位体络合物的稳定常数 (25°C , $I=0$)	183
附录六 金属-有机配位体络合物的稳定常数 ($I\approx 0$)	188
附录七 EDTA 的 $\lg\alpha_{Y(H)}$ 值	193
附录八 常用指示剂 ($18\sim 25^\circ\text{C}$)	194
附录九 常用缓冲溶液的配制	197
附录十 常用基准物质的干燥条件和应用	198
附录十一 常用试剂的配制	199
附录十二 光谱分析中元素的分析线	201
附录十三 某些元素 K 线系的谱线波长及相对强度	202
附录十四 一些元素的氢化物参数 (25°C)	203
附录十五 原子吸收光谱分析中常用的保护剂和释放剂	204
附录十六 极谱半波电位 (25°C)	204
附录十七 红外光谱中一些基团的吸收区域	205
参考文献	207

分析化学实验课的要求

学生实验前，要求认真进行预习，从而了解每个实验的基本原理、各个操作步骤的作用、测定结果的计算和实验中误差的来源等。

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。预习报告的格式可以参考实验报告格式示例或自己拟定，并在实践中不断加以改进。

实验步骤部分尽可能用方框图、箭头等符号简明表示。

学生在实验中应该做到下列几点：

- (1) 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。
- (2) 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。
- (3) 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。
- (4) 实验过程中要勤于思考，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。
- (5) 在实验过程中应该保持严谨的态度，严格遵守实验室工作规则。

在实验教学过程中，要注意培养学生严谨的学习态度、科学的思想方法、良好的实验操作习惯和实事求是的工作作风。

本课程成绩的评定，通常包括下列内容：实验操作技能、实验结果的准确度与精密度、实验原理和实验基本知识的理解、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。实验成绩的考核既要注意课程要求的全面性，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。

通过本课程的基础训练后，应该掌握分析化学的基本知识，如一般分析对象的

分析测试步骤、常见基准物质的使用、常用的滴定方法和指示剂的应用、常用分析仪器的操作，初步掌握分析化学手册及参考资料的查阅方法等。使学生对分析方法和实验有全面的了解，并得到科学的综合训练，能够独立分析某些简易的样品；培养学生具备一定的分析问题和解决问题的独立实验室工作能力，为后续课程和科学研究打下初步的基础。

上篇 化学分析实验

第一章 化学分析实验基础知识

一、学生实验守则

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，对进实验室实验的学生要求必须遵守实验课堂纪律，讲文明，讲礼貌，不高声喧哗，保持实验室安静，不吸烟，不随地吐痰，不乱扔纸屑，保持实验室的整洁。

分析化学实验室守则是学生实验正常进行的保证，学生进入实验室必须遵守以下规则。

- ① 进入实验室，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，应立即向指导教师报告。
- 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，要保持安静，认真操作，仔细观察，积极思维，如实记录。不得擅自离开岗位。
- 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，应将记录数据交由教师审阅后，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、燃气及器材和实验药品。
- 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。仪器如有破损或短缺必须立即向教师请示补齐。
- 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，向指导教师请示经同意后，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，按时交给指导教师。

二、实验室安全规则

(1) 实验室内严禁饮食、吸烟，一切化学药品禁止入口。实验完毕必须洗手。水、电、燃气灯使用完毕后，应立即关闭。离开实验室时，应仔细检查水、电、燃气、门、窗是否均

已关好。

(2) 使用燃气时, 应先将空气孔调小, 再点燃火柴。然后一边打开燃气开关, 一边点火。不允许先开燃气, 再点燃火柴。点燃燃气后, 调节好火焰。用后立即关闭。

(3) 使用电器设备时, 应特别细心, 且不可用湿润的手去开启电闸和电器开关。凡是漏电的仪器不要使用, 以免触电。

(4) 浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性, 切勿溅在皮肤和衣服上。使用浓 HNO_3 、浓 HCl 、浓 H_2SO_4 、浓 HClO_4 、浓氨水时, 均应在通风橱中操作。夏天, 打开浓氨水瓶盖之前, 应先将氨水瓶放在自来水流水下冷却后, 再行开启。如不小心将酸或碱溅到皮肤上或眼内, 应立即用水冲洗, 然后用 50g/L 碳酸氢钠溶液 (酸腐蚀时采用) 或 50g/L 硼酸溶液 (碱腐蚀时采用) 冲洗, 最后用水冲洗。

(5) 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时, 一定要远离火焰和热源。使用完后将试剂瓶塞严, 放在阴凉处保存。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰上或热源 (燃气灯或电炉) 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, 应先用浓硝酸加热, 使之与有机物发生反应, 有机物被破坏后, 再加入 HClO_4 。蒸发 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, 因作用时产生剧毒的 HCN ! 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, 然后作废液处理, 严禁直接倒入下水道或废液缸中。

(8) 硫化氢气体有毒, 涉及到有关硫化氢气体的操作时, 一定要在通风橱中进行。

(9) 实验室应保持室内整齐、干净。不能将毛刷、抹布扔在水槽中; 禁止将固体物、玻璃碎片等扔入水槽内, 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存放的地方。废酸、废碱应小心倒入废液缸, 切勿倒入水槽内, 以免腐蚀下水管。

(10) 意外事故的处理

① 起火。起火时, 要立即一面灭火, 一面防止火势蔓延 (如采取切断电源、移去易燃药品等措施)。灭火要针对起因, 选用合适的方法: 一般的小火可用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物; 火势大时可使用泡沫灭火器; 电器失火时切勿用水泼救, 以免触电, 而应首先切断电源, 用 CCl_4 灭火器; 若衣服着火, 切勿惊慌乱跑, 应赶快脱下衣服, 或用石棉布覆盖着火处, 或立即就地卧倒打滚, 或迅速以大量水扑灭; 汽油、乙醚等有机溶剂着火时, 用沙土扑灭, 此时绝对不能用水, 否则会扩大燃烧面; 此外, 应根据火情决定是否要向消防部门报告。

② 割伤。伤处不能用手抚摸, 也不能用水洗涤。应先取出伤口中的玻璃碎片或固体物, 用 3% H_2O_2 洗后涂上紫药水或碘酒, 再用绷带扎住。大伤口则应先按紧主血管以防大量出血, 并急送医务室。

③ 烫伤。烫伤不重时, 可涂抹甘油、万花油, 或者用蘸有酒精的棉花包扎伤处; 烫伤较重时, 立即用蘸有饱和苦味酸溶液或饱和 KMnO_4 溶液的棉花或纱布贴上, 再到医务室处理。

④ 酸或碱灼伤。酸灼伤时, 应立即用水冲洗, 再用 3% NaHCO_3 溶液或肥皂水处理; 碱灼伤时, 水洗后用 1% HAc 溶液或饱和 H_3BO_3 溶液洗。

⑤ 酸或碱溅入眼内。酸液溅入眼内时, 立即用大量自来水冲洗眼睛, 再用 3% NaHCO_3

溶液洗眼；碱液溅入眼内时，先用自来水冲洗眼睛，再用 10% H_3BO_3 溶液洗眼。最后均用蒸馏水将余酸或余碱洗净。

⑥ 皮肤被溴或苯酚灼伤。应立即用大量有机溶剂如酒精或汽油洗去溴或苯酚，最后在受伤处涂抹甘油。

⑦ 吸入刺激性或有毒的气体。吸入 Cl_2 或 HCl 气体时，可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气使之解毒；吸入 H_2S 或 CO 气体而感到不适时，应立即到室外呼吸新鲜空气。应注意： Cl_2 或 Br_2 中毒时不可进行人工呼吸， CO 中毒时不可使用兴奋剂。

⑧ 毒物进入口内。把 5~10mL 5% CuSO_4 溶液加到一杯温水中，内服后，把手指伸入咽喉部，促使呕吐，吐出毒物，然后立即送医务室。

⑨ 触电。首先切断电源，然后在必要时进行人工呼吸与急救。

三、纯水的制备和检验

在分析化学实验中，根据任务及要求的不同，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即可，而对于超纯物质分析，则要求纯度较高的“高纯水”。

由于在空气中二氧化碳可溶于水中，故纯水的 pH 值常小于 7.0，一般约为 5.0~6.0。

制备纯水的方法不同，带来的杂质情况也不同。采用铜蒸馏器制备的水，显然会有少量或微量的铜离子；玻璃蒸馏器制备的水，则常含有钠离子、硅酸根离子等；离子交换法或电渗析法制备的水，常含有少量的微生物和某些有机物等。

1. 纯水的制备方法

(1) 蒸馏法 目前使用的蒸馏器有玻璃、铜、石英、不锈钢等。蒸馏法只能除去水中非挥发性的杂质，溶解在水中的气体杂质并不能完全除去。蒸馏法的设备成本低，操作简单，但消耗能量大。为节约能源和减少污染，可采用离子交换法、电渗析法等方法制备。

(2) 离子交换法 用离子交换法制备的纯水称为去离子水。目前多采用阴、阳离子交换树脂的混合床装置来制备，此方法的优点是制备的水量大、成本低、除去离子的能力强；缺点是设备及操作较复杂，不能除去非电解质（如有机物）杂质，而且尚有微量树脂溶在水中。

(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方法。它是在外电场的作用下，利用阴、阳离子交换膜对溶液小离子的选择性透过而使溶液中的溶质和溶剂分离，从而达到净化水的目的。此方法除去杂质的效率较低，适用于要求不很高的分析工作。

2. 纯水的检验

纯水的检验有物理方法（如测定水的电导率）和化学方法两类。现将检验纯水的主要项目介绍如下。

(1) 电导率 水的电导率越低，表示水中的离子越少，水的纯度越高。25℃时，电导率为 0.1~5.0 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 的水称为纯水，电导率小于 0.1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 的水称为高纯水。高纯水应贮存在石英或聚乙烯塑料容器中。

(2) pH 值 用酸度计测定与大气相平衡的纯水的 pH 值，一般应为 6.0 左右。采用简易化学方法检定时，取两支试管，在其中各加水 10mL，于甲试管中滴加 0.2% 甲基红溶液（变色范围 $\text{pH}=4.4\sim6.2$ ）2 滴，不得显红色，于乙试管中滴加 0.2% 溴百里酚蓝溶液（变色范围 $\text{pH}=7.6\sim9.6$ ）5 滴，不得显蓝色。

(3) 硅酸盐 取 30mL 水于一小烧杯中，加入 1+3 硝酸 5mL、5% 钼酸铵溶液 5mL，室温下放置 5min 后，加入 10% 亚硫酸钠溶液 5mL，观察是否出现蓝色。如呈现蓝色，则水

不合格。

(4) 氯化物 取 20mL 水于试管中, 用 1+3 HNO_3 1 滴酸化, 加入 0.1mol/L AgNO_3 溶液 1~2 滴, 如有白色乳状物, 则水不合格。

(5) Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等金属离子

① Cu^{2+} 。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% 双硫腙及 CCl_4 1~2mL, 观察 CCl_4 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 Pb^{2+} 。取 10mL 水于试管中, 加入 10% 柠檬酸 1~2mL、10% KCN 1mL, 并加入 0.001% 双硫腙 1mL、 CCl_4 2mL, 观察 CCl_4 层中的颜色变化, 如出现粉红色, 则水不合格。

③ Zn^{2+} 。取 10mL 水于试管中, 加入 HAc-NaAc 缓冲溶液 5mL、10% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.5mL, 摇匀后加入 0.001% 双硫腙 1mL, 如溶液呈现蓝紫色, 则水不合格。

以上 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 的量 $< 0.1\mu\text{g/mL}$ 时, 均可检验出来 (检出限 $< 0.1 \times 10^{-6}$)。

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、 $\text{pH}=10.0$ 的氨缓冲溶液 5mL, 如呈现蓝色, 说明 Fe^{3+} 、 Zn^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 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。

四、化学试剂规格

表 1-1 是中国化学试剂等级与某些国家化学试剂等级标志的对照表。

表 1-1 化学试剂等级对照

质量次序		1	2	3	4	5
中国化学试剂 等级标志	级别	一级品	二级品	三级品	四级品	生物试剂
	中文标志	保证试剂	分析试剂	化学纯	化学用	
		优级纯	分析纯	纯	实验试剂	
	符号	GR	AR	CP,P	LR	BR,CR
	标签颜色	绿色	红色	蓝色	棕色等	黄色等
德、美、英等国通用等级和符号		GR	AR	CP		

此外, 还有一些特殊用途的所谓“高纯”试剂。例如, “光谱纯”试剂, 是以光谱分析时出现的干扰的谱线强度大小来衡量的; “色谱纯”试剂, 是在最高灵敏度 (10^{-10}g) 下以无杂质峰来表示的; “放射化学纯”试剂, 是以放射性测定时出现干扰的核辐射强度来衡量的; “MOS”试剂, 是“金属-氧化物-硅”或“金属-氧化物-半导体”试剂的简称, 是电子工业专用的化学试剂。

在一般分析工作中, 通常要求使用分析纯 (AR) 试剂。分析实验中使用的试剂均为分析纯试剂, 以后不再加以说明。

化学试剂的检验, 除经典的化学方法之外, 已愈来愈多地使用物理化学方法和物理方法, 如原子吸收光谱法、发射光谱法、电化学方法、紫外分析法、红外分析法和核磁共振分析法以及色谱法等。高纯试剂的检验, 无疑只能选用比较灵敏的痕量分析方法。

分析工作者必须对化学试剂标准有一明确的认识, 做到合理使用化学试剂, 既不超规格引起浪费, 又不随意降低规格影响分析结果的准确度。

五、玻璃仪器的洗涤

分析化学实验中所使用的器皿应洁净, 其内壁应能被水均匀润湿而无条纹, 且不挂

水珠。

实验室中常用的烧杯、锥形瓶、量筒等一般的长期未用的玻璃器皿用自来水润湿后，可用毛刷蘸去污粉或合成洗涤剂刷洗，再用自来水冲净，然后用蒸馏水或去离子水润洗 2~3 次。洗涤过程注意器皿外壁的刷洗。

滴定管、移液管、容量瓶等具有精密刻度的仪器，常用铬酸洗液浸泡 15min 左右后，用自来水冲净残留在器皿上的洗液，然后用蒸馏水润洗 2~3 次。

光度法中所用的比色皿，是由光学玻璃制成的，不能用毛刷刷洗。通常视被玷污的情况，选用铬酸洗液、HCl-乙醇、合成洗涤剂等浸泡后，用自来水冲净，再用蒸馏水润洗 2~3 次。

对于天天使用的器皿或在实验中需再洗涤的器皿，用自来水冲净，然后用蒸馏水或去离子水润洗 2~3 次即可。

1. 实验室常用洗液的配制及使用

分析实验室常用的洗液有下面几种。

(1) 铬酸洗液 重铬酸钾为氧化剂，它与硫酸组成的铬酸洗液氧化力强，是实验室里最常用的强氧化洗液之一，一般称之为铬酸混合剂或洗液，其配制方法十分简单，但在反应过程中能产生大量的热，并有迸溅的危险，所以在配制铬酸洗液时要特别注意。一些铬酸洗液的配方见表 1-2。新配制的铬酸洗液应为深橙红色，配制比例中浓硫酸含量高的洗液效果好。

表 1-2 一些铬酸洗液的配方

重铬酸钾/g	水/mL	浓硫酸/mL	重铬酸钾/g	水/mL	浓硫酸/mL
50	—	1000	80	1000	100
50	5	1000	200	500	500

铬酸洗液的配制应视需要来选择，无论使用哪种配制比例，只要是含水的，即使含水量很少，也要先将重铬酸钾溶于水中，必要时可加热促溶，待溶液冷却后，在不停搅拌下将浓硫酸缓缓加入。注意不可使温度上升太快且不要出现铬酸结晶。配制铬酸洗液应使用耐热的容器，如酸缸等。在大量配制时需穿着必要的防护服。

(2) 合成洗涤剂

① 洗衣粉。市售洗衣粉以十二烷基苯磺酸钠为主，属于阴离子表面活性剂，适合于洗涤被油脂或某些有机物玷污的容器。

② 洗洁精。与洗衣粉相类似，适于洗涤沾有油污的器皿。洗涤时用刷子刷洗效果较好，目前在各实验室应用渐多。

这些洗涤剂加热使用可增强洗涤效果。

(3) 去污粉 去污粉是由碳酸钠、白土、细沙等混合而成的。将要洗的容器先用水湿润（必须用少量水），然后，撒入少量去污粉，再用毛刷擦洗，它利用碳酸钠的碱性具有强的去污能力、细沙的摩擦作用及白土的吸附作用，增强了对仪器的清洗效果。仪器内外壁经擦洗后，先用自来水洗去去污粉颗粒，然后用蒸馏水洗三次，去掉自来水中带来的钙、镁、铁、氯等离子。每次蒸馏水的用量要少些，注意节约（采取“少量多次”的原则）。

(4) NaOH-KMnO₄ 水溶液 称取 10g KMnO₄ 放入 250mL 烧杯中，加入少量水使之溶解，再慢慢加入 100mL 10% NaOH 溶液，混匀即可使用。该混合液适用于洗涤油污及有机物。洗后在器皿中留下的 MnO₂ · nH₂O 沉淀物可用 HCl-NaNO₂ 混合液洗涤。

(5) KOH-乙醇溶液 一般配制成 10% 溶液使用, 即称取 6g 氢氧化钾溶于 6g 水中, 再加入 50mL 95% 乙醇。该洗涤液适合于洗涤被油脂或某些有机物玷污的器皿。

(6) HNO_3 -乙醇溶液 适合于洗涤油脂或有机物玷污的酸式滴定管。使用时先在滴定管中加入 3mL 乙醇, 沿管壁加入 4mL 浓 HNO_3 , 盖住滴定管管口, 利用反应所产生的氧化氮洗涤滴定管。

(7) HCl-乙醇 (1:2) 洗涤液 适合于洗涤染上有色有机物的比色皿。

(8) 有机溶剂 用于洗涤玻璃器皿中的油脂类、聚合体等有机污物, 常用的有苯、二甲苯、丙酮、乙醇、乙醚、三氯甲烷、四氯化碳、汽油等。用有机溶剂作洗涤液时, 一般先用有机溶剂洗涤两次, 再用水冲净, 然后用浓碱或浓酸洗涤, 最后用水冲净。

注意: 如无特殊说明, 实验室所用洗液均为铬酸洗液。

2. 分析实验室中所用的铬酸洗液使用方法

铬酸洗液是由 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 和浓硫酸混合组成的, 具有强烈的腐蚀性和毒性, 使用洗液应按以下方法操作。

(1) 使用洗液前, 必须先将器皿用自来水和毛刷洗刷, 倾尽水, 以免损坏洗液。

(2) 洗液用过应倒回原瓶, 以备下次再用。不能随便乱倒! 当洗液变为绿色而失效时, 也绝不能倒入下水道, 以免腐蚀金属管道, 只可倒入废液缸中。

(3) 用洗液洗涤过的器皿, 应先用自来水冲净, 再以蒸馏水润洗内壁 2~3 次。

(4) 洗液为很强的氧化剂, 腐蚀性强, 使用时特别注意不要溅在皮肤和衣服上。

必须指出, 洗液不是万能的, 以为任何污垢都能用它洗去的看法是不对的。如被 MnO_2 玷污的器皿, 用洗液是无效的, 此时可用工业盐酸或 NaNO_2 、盐酸羟胺等还原剂洗去污垢。

3. 仪器的干燥方法

(1) 烘干 洗净的仪器可以放在电热干燥箱 (烘箱) 内烘干, 但放进去之前应尽量把水倒净。放置仪器时, 应注意使仪器的口朝下 (倒置后不稳的仪器则应平放)。可以在电热干燥箱的最下层放一个搪瓷盘, 以接受从仪器上滴下的水珠, 不使水滴到电炉丝上, 以免损坏电炉丝。

(2) 烤干 烧杯或蒸发皿可以放在石棉网上用小火烤干。试管可以直接用小火烤干, 操作时, 试管要略微倾斜, 管口向下, 并不时地来回移动试管, 把水珠赶掉。

(3) 晾干 洗净的仪器可倒置在干净的实验柜内仪器架上 (倒置后不稳定的仪器如量筒等, 则应平放), 让其自然干燥。

(4) 吹干 用压缩空气或吹风机把仪器吹干。

(5) 用有机溶剂干燥 一些带有刻度的计量仪器, 不能用加热方法干燥, 否则, 会影响仪器的精密度。可以用一些易挥发的有机溶剂 (如酒精或酒精与丙酮的混合液) 加到洗净的仪器中 (量要少), 把仪器倾斜, 转动仪器, 使器壁上的水与有机溶剂混合, 然后倾出, 少量残留在仪器内的混合液很快挥发使仪器干燥。

六、定量和定性分析滤纸的规格

化学分析中常用的滤纸有定量分析滤纸和定性分析滤纸两种。它们又分为快速、中速和慢速三类。定量滤纸又称为“无灰”滤纸, 一般在灼烧后, 每张滤纸的灰分不超过 0.1mg。各种定量滤纸在滤纸盒上用白带 (快速)、蓝带 (中速)、红带 (慢速) 作为分类标志。滤纸外形有圆形和方形两种。常用的圆形滤纸有 $\phi 7\text{cm}$ 、 $\phi 9\text{cm}$ 和 $\phi 11\text{cm}$ 等规格; 方形滤纸有 $60\text{cm} \times 60\text{cm}$ 、 $30\text{cm} \times 30\text{cm}$ 等规格。表 1-3 列出了定量和定性分析滤纸的主要规格。

表 1-3 定量和定性分析滤纸的主要规格

项 目	定 量 滤 纸			定 性 滤 纸		
	快速(白带)	中速(蓝带)	慢速(红带)	快速	中速	慢速
单位质量/(g/m ²)	75	75	80	75	75	80
过滤测定示例	氢氧化铁	碳酸锌	硫酸钡	氢氧化铁	碳酸锌	硫酸钡
水分/% ≤	7	7	7	7	7	7
灰分/% ≤	0.01	0.01	0.01	0.15	0.15	0.15
含铁量/% ≤	—	—	—	0.003	0.003	0.003
水溶性氯化物/% ≤	—	—	—	0.02	0.02	0.02

注：表中硫酸钡为热溶液。

七、分析化学中常用的干燥剂

分析化学中常用的干燥剂主要有分子筛干燥剂和无机干燥剂两类。

1. 分子筛干燥剂

分子筛种类很多。目前作为商品出售并广泛应用的是 A 型、X 型和 Y 型（见表 1-4）。

表 1-4 各类分子筛的化学组成和特性

类 型	孔径/nm	化 学 组 成	水吸附量(质量百分数)/%
A 型:3A(钾 A 型)	0.3	(0.75K ₂ O+0.25Na ₂ O)+Al ₂ O ₃ +2SiO ₂	25
A 型:4A(钠 A 型)	0.4	Na ₂ O+Al ₂ O ₃ +2SiO ₂	27.5
X 型:13X(钠 X 型)	1.0	Na ₂ O+Al ₂ O ₃ +(2.5±0.5)SiO ₂	39.5
Y 型	1.0	Na ₂ O+Al ₂ O ₃ +(3~6)SiO ₂	35.2

用分子筛干燥后的气体中含水量一般小于 10×10⁻⁶。分子筛还适合于许多气体（如空气、天然气、氢气、氧气、乙炔、二氧化碳、硫化氢等气体）和有机溶剂（如苯、乙醇、乙醚、丙酮、四氯化碳等）的干燥。

2. 无机干燥剂

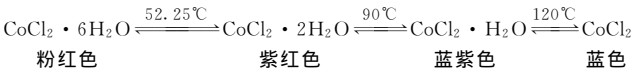
常用的无机干燥剂有无水 CaCl₂、变色硅胶、P₂O₅、MgO、Al₂O₃ 和浓 H₂SO₄ 等。干燥剂的性能以能除去产品中水分的效率来衡量。表 1-5 是常用无机干燥剂的种类及其特性。

表 1-5 常用无机干燥剂的种类及其特性

干燥剂	剩余水分①/mg	备 注
无水 CaCl ₂	0.14~0.25	吸水后由多孔状变成含水的结块不能重复使用
变色硅胶	6×10 ⁻³	吸水后由蓝色颗粒变成粉红色颗粒经 120℃ 下烘干可失水复变成蓝色颗粒②
MgO	3×10 ⁻³	
Al ₂ O ₃	3×10 ⁻³	
P ₂ O ₅	2×10 ⁻⁵	
CaO	0.2	
浓 H ₂ SO ₄	3×10 ⁻³	

① 是指一定条件下以水蒸气饱和的空气通过已称重的干燥剂后，所测得空气中剩余的水分。

② 变色硅胶干燥剂是加变色二氯化钴盐的二氧化硅凝胶。变色原理为



烘干后可重复使用。需要完整PDF请访问：www.ertongbook.com