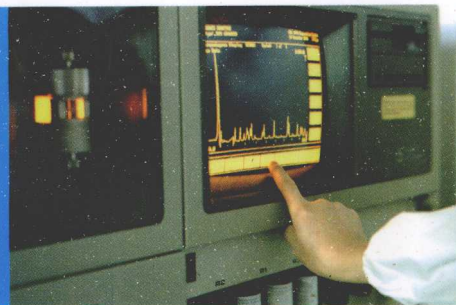




普通高等教育“十二五”规划教材

专业基础课教材系列



分析化学及实验

吴明珠◎主 编



科学出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

专业基础课教材系列

分析化学及实验

吴明珠 主编

李 芬 周明善 陈本寿 副主编

李 应 主审



科学出版社

北 京



北航

C1635488

0652.1-43
22

内 容 简 介

本书是普通高等教育“十二五”规划教材。全书共分为绪论、实验前准备、强碱滴定酸、强酸滴定碱、配位平衡及配位滴定法、氧化还原平衡及氧化还原滴定法、沉淀平衡及沉淀滴定法、重量分析法等八章,各章均用相应的实验引出理论知识,具有教学针对性强、内容实用等特点。

本书可作为化工、医药、食品、环保、轻工等高等职业院校、应用型本科院校的专业用书,也可作为分析检验工作者的参考资料。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学及实验/吴明珠主编. —北京:科学出版社, 2012
(普通高等教育“十二五”规划教材·专业基础课教材系列)
ISBN 978-7-03-035499-0

I. ①分… II. ①吴… 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(2012)第208787号

责任编辑:周 恢 / 责任校对:耿 耘
责任印制:吕春珉 / 封面设计:东方人华平面设计部

科学出版社 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

双青印刷厂 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2012年9月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2012年9月第一次印刷 印张:19 1/4

字数:456 000

定价:33.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换<新欣>)

销售部电话 010-62134988 编辑部电话 010-62135235 (VP04)

版权所有,侵权必究

举报电话:010-64030229; 010-64034315; 13501151303

前 言

分析化学及实验是化学化工类专业必修的一门基础性理论和实践课程。然而,目前的教材和教学方法多把该课程分为理论和实验两个部分进行,从而导致理论与实践严重脱节。本书是作者在多年的教学探索与改革的基础上编写而成。本书在内容上注重内容的前后递进和衔接,实践技能与理论知识相结合体现适度、够用和适用的特点。教学模式一改传统的“理论→实践”模式为“实践→理论→实践提高”模式。教学过程充分体现以学生为中心,要求学生在完成教师提出的一个实验任务后提出相应的问题及知识点,教师针对知识点及学生遇到的问题进行理论知识的讲解与拓展。实践证明这种方式极大地提高了学生的学习主动性和对分析化学及实验的热爱,同时也加深了学生对知识的掌握和理解。

本书由重庆工业职业技术学院的吴明珠老师担任主编,重庆工业职业技术学院李芬老师、云南国防工业职业技术学院周明善老师和重庆化工职业学院陈本寿老师担任副主编,重庆工业职业技术学院李应担任主审。同时参与编写的人员还有重庆工业职业技术学院付深娜老师和邓冬莉老师、云南国防工业职业技术学院项朋志老师、重庆化工职业学院高小丽老师和刘筱琴老师。

本书的开发是在重庆工业职业技术学院、云南国防工业职业技术学院和重庆化工职业学院领导的决策和支持下完成的,在此表示衷心感谢!

本书既可作为高等院校特别是高等职业学院化工、医药、环保等专业的分析化学及实验教材,也可作为成人高校化工类专业学生及化工、制药、环保等企业人员的参考用书。

由于编者水平有限,编写时间紧迫,书中难免存在错误和不妥之处,恳请读者批评指正。

目 录

前言	
第一章 绪论	1
第二章 实验前的准备	6
项目一 分析实验室基础知识	6
项目二 滴定分析仪器和溶液体积的校准	20
第三章 强碱滴定酸	36
项目一 强碱标准溶液的配制与标定	36
项目二 强碱滴定一元强酸模式	47
项目三 强碱滴定一元弱酸模式	68
项目四 强碱滴定多元弱酸模式	80
第四章 强酸滴定碱	89
项目一 强酸标准溶液的配制与标定	89
项目二 强酸滴定一元强碱模式	100
项目三 强酸滴定一元弱碱模式	112
项目四 强酸滴定多元弱碱模式	118
第五章 配位平衡与配位滴定法	128
项目一 EDTA 标准溶液的配制与标定	128
项目二 无副反应的配位滴定模式	142
项目三 有副反应的配位滴定模式	164
项目四 控制酸度连续选择配位滴定模式	170
第六章 氧化还原平衡与氧化还原滴定法	181
项目一 转移电子数相等的可逆对称氧化还原滴定模式——硫酸铈法	181
项目二 转移电子数不相等的可逆氧化还原滴定模式	205
项目三 不可逆对称氧化还原滴定模式——高锰酸钾法	217
第七章 沉淀平衡与沉淀滴定法	229
项目一 莫尔 (Mohr) 法	229
项目二 佛尔哈德 (Volhard) 法——返滴定法测定卤素离子	244
项目三 法扬司 (Fajans) 法	250
第八章 重量分析法	258
项目一 气化法——直接灰化法	258

项目二 沉淀重量法	261
主要参考文献	281
附录	282
附录一 常用酸碱的密度和浓度	282
附录二 常用缓冲溶液的配制	282
附录三 常用基准物质的干燥条件和应用	283
附录四 常用指示剂	284
附录五 弱酸弱碱在水中的离解常数 (25℃, $I=0$)	286
附录六 配合物的稳定常数 (18~25℃)	288
附录七 羧酸配位剂类配合物的稳定常数 (18~25℃, $I=0.1$)	292
附录八 标准电极电位表 (18~25℃)	293
附录九 某些氧化还原电对的条件电位 φ'	296
附录十 微溶化合物的溶度积 (18~25℃, $I=0$)	297
附录十一 化合物式量表	299

第一章 绪 论

学习目标

1. 了解分析化学的概念。
2. 了解分析化学的发展历史及趋势。
3. 掌握分析化学的任务和作用。
4. 掌握分析化学的分类。
5. 了解分析测试的一般过程。
6. 了解分析化学课程的定位和设置。
7. 明确分析化学的学习方法。



项目描述

本项目要求学生认识分析化学，了解其课程设置的依据，并根据课程设置采用相应的学习方法。在认识历史发展规律的基础上，展望分析化学的趋势；在了解任务和作用的基础上，对分析化学进行分类。



项目分析

开始学习分析化学课程以前，要求学生从整体上对课程进行把握。首先认识什么是分析化学，了解高职分析化学课程是如何进行设置的，并根据课程设置的重难点采用相应的学习方法；其次，要从分析化学的历史出发，展望学科发展的趋势，认识到分析化学的任务和作用并进行分类；最后，还要了解样品分析测试的一般过程。总之，学习分析化学，要由始至终贯穿“且做且学、且学且做、且做自行”的精神。



项目实施

分析化学（化学分析）是一门从实践中来，到实践中去的科学，以解决实际问题为目的，以化学反应为基础，依据实验测定的重量或体积，利用化学计量关系来确定试样中某成分含量的方法。

任务一 分析化学的发展历史及趋势

(一) 波义耳开创了分析化学的研究

化学源于炼金术,到了15~16世纪,化学开始摆脱炼金术的束缚,但仍从属于医学和冶金,没能成为一门独立的科学。在一次实验中,罗伯特·波义耳(Robert Boyle, 1627~1691)实验室的紫罗兰被溅上了浓盐酸,爱花的波义耳急忙把冒烟的紫罗兰用水冲洗了一下,然后插在花瓶中。过了一会发现深紫色的紫罗兰变成了红色的。这一奇怪的现象促使他进行了许多花木与酸碱相互作用的实验。他发现大部分花草受酸或碱作用都能改变颜色,其中以石蕊地衣中提取的紫色浸液最明显,它遇酸变成红色,遇碱变成蓝色。利用这一特点,用石蕊浸液把纸浸透,然后烤干,这就制成了实验中常用的酸碱试纸——石蕊试纸。

他把实验方法引入化学研究之中,主张化学要建立在大量的实验观察基础上,对物质的化学变化要进行定量研究,从而开创了分析化学的研究。他最早引入了“分析化学”这个名称,著有《怀疑的化学家》、《关于颜色的实验和考察》、《天然矿泉水实验室简编》、《空气发光》等多种书籍。恩格斯对他给予了高度评价,指出“波义耳把化学确认为科学”。

(二) 分析化学的历史

进入20世纪,现代科学技术的发展,相邻学科之间互相渗透,使分析化学的发展经历了三次巨大的变革。

1. 一次变革(20世纪20~30年代):分析化学成为一门独立的学科

物理化学的溶液理论发展,推动化学分析快速发展。用物理化学中的溶液平衡理论、动力学等研究分析化学中的基本理论问题:沉淀的形成和共沉淀;指示剂变色原理;滴定曲线和终点误差;缓冲原理及催化和诱导反应等。建立了溶液中四大平衡理论。

2. 二次革命(20世纪40年代):仪器分析的发展

原子能和半导体技术兴起,如要求超纯砷化镓(99.99999%),要测定其杂质,化学分析法无法解决,促进了仪器分析和各种分离方法的发展。

3. 三次革命(20世纪70年代以来):分析化学发展到分析科学阶段

现代分析化学把化学与数学、物理学、计算机科学、精密仪器制造、生命科学、材料科学等学科结合起来,成为一门多学科性的综合科学。

(三) 发展趋势

分析化学正处于第三次变革时期,特点是对生命科学、环境科学、新材料科学中呈现的具有挑战性的新的未知信息的探索已经成为分析化学最热门的研究课题。研究手段在综合光、电、声、磁的基础上,进一步采用数学、计算机科学及分子生物学等学科的新成就对物质进行纵深分析,获取物质尽可能全面的信息。发展趋势(图1.1)及特点是:

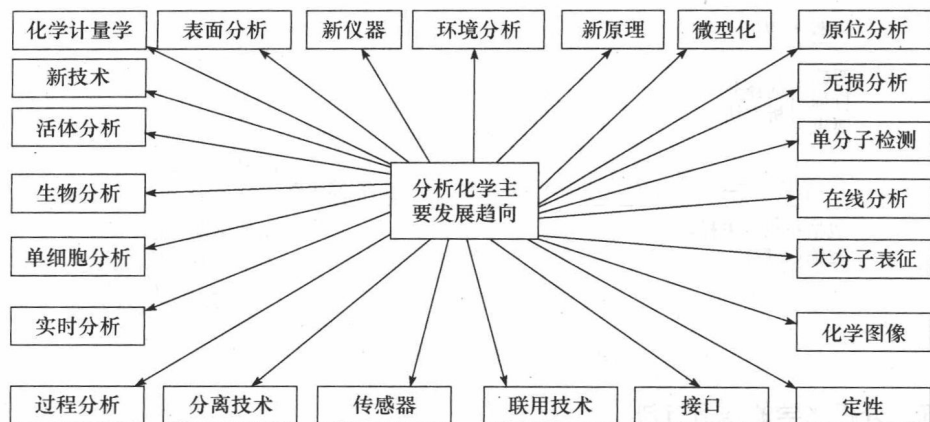


图 1.1 分析化学发展的主要趋势

- (1) 高灵敏度——单分子（原子）检测。
- (2) 高选择性——复杂体系（如生命体系、中药）。
- (3) 原位、活体、实时、无损分析。
- (4) 自动化、智能化、微型化、图像化。
- (5) 高通量、高分析速度。

任务二 分析化学的任务和作用

分析化学是测量物质的组成和结构的科学，也是研究分析方法的科学。

分析化学不是直接提供和合成新型的材料或化合物，而是提供与这些新材料、新化合物的成分和结构相关的信息，研究获取这些信息的最优方法和策略。

建立了一大批适合于不同物质的分析方法和分离技术；设计、创制了一大批实验器具；为基本化学定律的确立做出了贡献；新元素的发现。

分析化学不仅仅是提供一张冷冰冰的分析结果报告单，提供一堆数据，而且要提供有效的、具有统计意义的信息以及对问题做出有前瞻意义的决定。

分析化学是科学技术的眼睛；是人民健康的技术保障；是防伪打假的有力武器；是新药研究和应用的强力支撑；是打击犯罪、侦破未知的科学。

任务三 分析化学的分类

分析化学按分析任务可分为成分分析（先定性后定量）、结构分析、表面和微区分析、价态和形态分析；按分析对象可分为无机分析、有机分析、生物分析、环境分析等；按分析结果可分为仲裁分析及例行分析；按试样用量、组分含量及操作规模可分为常量分析、半微量分析、微量分析、恒量分析、超微量分析等；按原理可分为化学分析和仪器分析。

任务四 分析化学一般过程

对于一个分析任务，从接题到结题，过程如图 1.2 所示。

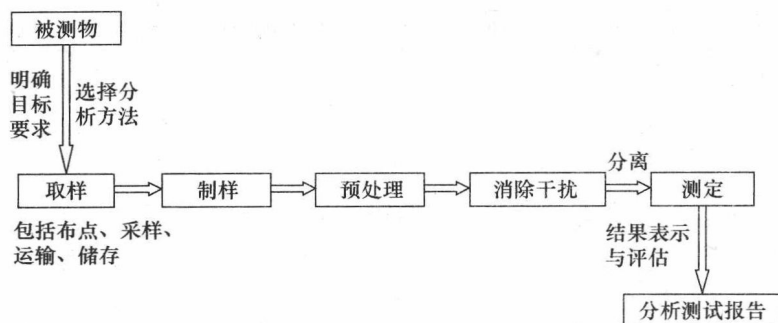


图 1.2 分析化学的一般过程

任务五 分析化学的学习方法

对于高职院校化学化工专业的同学，无机化学、有机化学、物理化学、分析化学等课程是最重要的四门职业知识课，在全部的课程中起着承上启下的作用。如果化学化工专业不设置分析化学课程，就好比万丈高楼没有地基。从图 1.3 可以看出，分析化学课程在化学化工类专业占有举足轻重的作用。

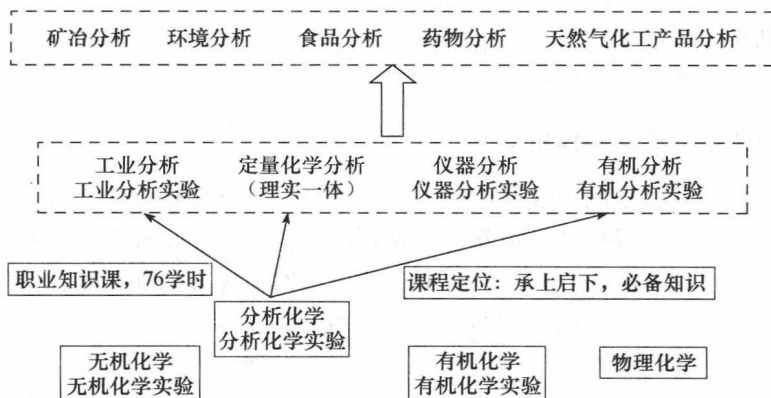


图 1.3 分析化学的设置与定位

设置依据：以化学分析工、检验工、总控工等的技能要求为能力标准，先实验后理论，把理论与实验牢牢地联系起来，用理论去解释实验、总结实验规律，以此体现职业性、实践性和开放性的要求。

学习化学分析好比学习射击（图 1.4），只会把枪打响而不会打准是毫无用处的。

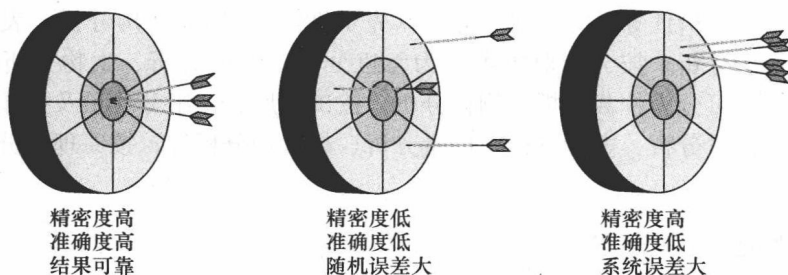


图 1.4 化学分析与射箭

充分利用实验实训条件,开展理论与实验相结合的自主学习。

1. 传统教学模式

传统教学模式过于死板(图 1.5)。例如,氢氧化钠滴定盐酸,老师指定某一种指示剂,同学判断滴定终点并计算误差,同学不思考,这种模式只能培养低端人才。

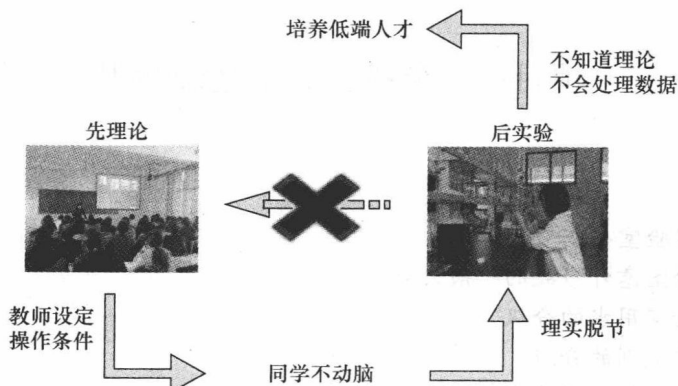


图 1.5 传统教学模式

2. 创新教学模式

利用学生的求知欲,创造性的开展教学(图 1.6)。例如,氢氧化钠滴定盐酸,老师给出几种备选指示剂,同学利用所学知识,独立思考,自己选择一种指示剂,判断滴定终点并计算误差。选择正确的指示剂并能够说清楚其原理的同学必定理论功底扎实,真正做到了理实结合,这种模式能培育出高端技能型人才。

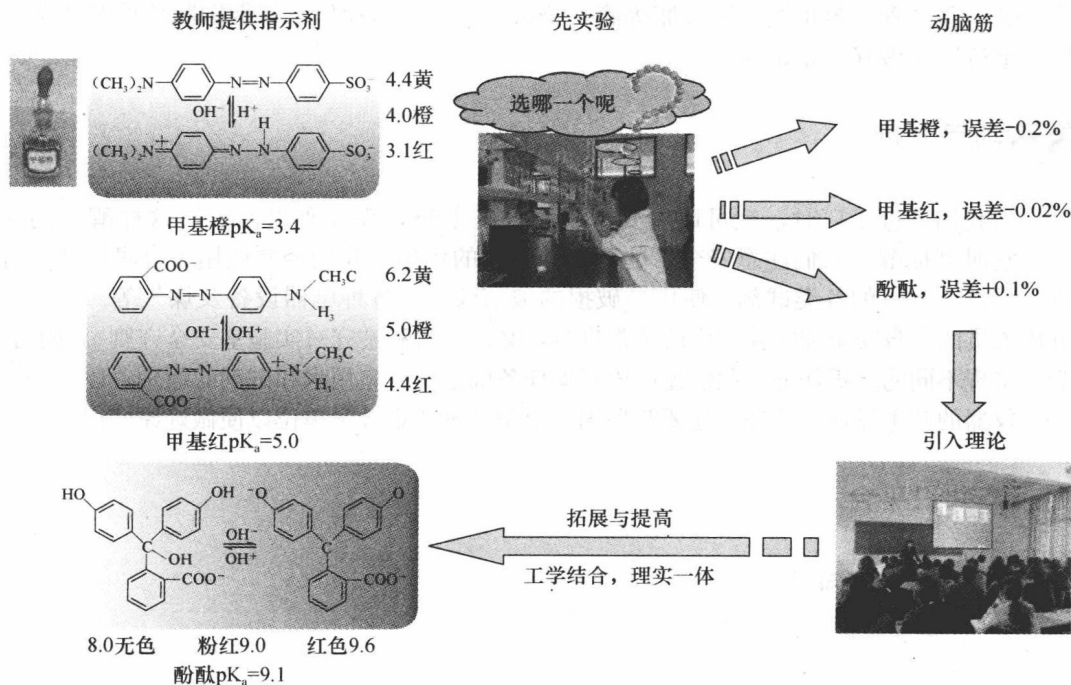


图 1.6 创新教学模式

第二章 实验前的准备

项目一 分析实验室基础知识

学习目标

1. 熟悉《实验室安全守则》。
2. 掌握实验室意外事故的一般处理。
3. 掌握实验室用水的分级。
4. 掌握化学试剂的分级。
5. 掌握滴定分析仪器基本操作。
6. 了解国际单位制及法定计量单位。



项目描述

作为分析人员，必须熟悉与实验室相关的基础知识和技能，才能全面胜任分析检验工作。这些基础知识包括实验室安全、实验室用水、化学试剂等基本知识，还应当包括滴定管、移液管、容量瓶、锥形瓶等滴定分析仪器的基本操作，掌握国际单位制及法定计量单位以便做好原始记录等。



项目分析

当我们走进工厂时，就可以看到“平平安安上班，高高兴兴回家”这样醒目的标语。它时刻提醒着人们注意安全，起到警钟长鸣的作用。我们经常使用到有腐蚀性、有毒、易燃、易爆的各类试剂，使用易破损的玻璃仪器、各种电器设备及煤气等。为保证分析人员的人身安全和实验操作的正常进行，必须了解和遵守《实验室安全守则》。同时，为了实现不同的分析任务，我们还应该根据任务确定实验室用水和试剂的级别，以及滴定分析仪器的基本操作，此外，还要掌握国际单位制及法定计量单位以便做好原始记录。



知识平台

任务一 基础安全知识

（一）实验室安全守则

- （1）实验室内严禁饮食、吸烟。严禁任何药品入口或接触伤口，不能用玻璃仪器代

替餐具。所有试剂、试样均应有标签，绝不可在容器内装有与标签不相符的物质。

(2) 实验室内应保持洁净、整齐。报纸、废屑和碎玻璃片、火柴杆等废物应投入垃圾箱内，废酸和废碱应小心倒入废液缸内，中和后排放，以免腐蚀下水道。洒落在实验台上的试剂要随时清理干净。

(3) 稀释浓 H_2SO_4 ，必须在烧杯等耐热容器中进行，且只能将硫酸在不断搅拌下缓缓注入水中，温度过高时应冷却降温后再继续加入。配制氢氧化钠、氢氧化钾等浓溶液时，也必须在耐热容器中溶解。如需将酸碱中和，则必须各自先行稀释再中和。

(4) 使用浓 HNO_3 、浓 H_2SO_4 、浓 HCl 、浓 HClO_4 或浓 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ，或有 HCN 、 NO_2 、 H_2S 、 SO_3 、 Br_2 、 NH_3 等有毒、腐蚀性气体时，必须在通风橱中进行。如不注意都可能引起中毒。

(5) 决不允许任意混合各种化学药品，以免发生事故。使用氰化物、砷化物、汞盐等剧毒物质时要采取防护措施。实验残余的毒物应采取适当的方法处理，切勿随意丢弃或倒入水槽中。装过有毒、强腐蚀性、易燃、易爆物质的器皿，应由操作者亲自洗净。

(6) 极易蒸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，放入阴凉处。用过的试剂倒入回收瓶中，不要倒入水槽。

(7) 易燃溶剂加入应采用水浴或沙浴，应避免用明火。灼热的物品不能直接放置在实验台上，各种电加热器及其他温度较高的加热器都应放在石棉网或石棉板上。

(8) 将玻璃棒、玻璃管、温度计插入或拔出胶塞时应有垫布，且需要有水作润滑剂，不可强行插入或拔出。

(9) 实验室内不得有裸露的电线头，不要用电线直接插入电源接通电灯、仪器等。以免引起电火花而导致爆炸和火灾等事故。

(10) 实验进行时，不得擅自离开岗位。水、电、煤气、酒精灯等一经使用完毕，立即关闭。实验结束后要洗手，离开实验室时，应认真检查水、电、煤气及门、窗是否已经关好。

(二) 实验室灭火常识

1. 实验室灭火的紧急措施

灭火原则：移去或隔绝燃料的来源，隔绝空气（氧）、降低温度。对不同物质引起的火灾，采取不同的补救方法。

(1) 防止火势蔓延，首先切断电源、熄灭所有加热设备；而后快速移去附近的可燃物，关闭通风装置、减少空气流通。

(2) 立即扑灭火焰，设法隔断空气，使温度下降到可燃物的着火点以下。

(3) 火势较大时，可用灭火器扑救（表 2.1）。

表 2.1 灭火器的种类和使用范围

种 类	可扑救下列物质引起的火灾	不宜扑救下列物质引起的火灾
CO_2 灭火器	油类、电器、酸类物质	K、Na、Mg、Al 等物质
泡沫灭火器	油类、有机溶剂	电器

续表

种 类	可扑救下列物质引起的火灾	不宜扑救下列物质引起的火灾
干粉灭火器	油类、有机物、遇水燃烧物质	—
1211 灭火器	油类、有机溶剂、精密仪器、文物档案	—
CCl ₄ 灭火器	电器	不溶于水，密度大于水的易燃与可燃液体

2. 实验室灭火注意事项

(1) 能与水发生猛烈作用的物质如金属 Na、电石、浓 H₂SO₄、P₂O₅、过氧化物等失火时，不能用水灭火，小面积范围燃烧可用防火砂覆盖；比水轻、不溶于水的易燃与可燃液体，如石油烃类化合物和苯类等芳香族化合物失火燃烧时，禁止用水扑灭；溶于水或稍溶于水的易燃物可与可燃液体，如醇类、醚类、酯类、酮类等失火时，如数量不多，可用雾状水、化学泡沫、皂化泡沫等；不溶于水，密度大于水的易燃与可燃液体，如 CS₂ 等引起的火灾，可用水扑灭，因为水能浮在液面上将空气隔绝，禁止使用 CCl₄ 灭火器。

(2) 电气设备及电线着火时，首先用 CCl₄ 灭火器灭火，电源切断后才能用水扑救。严禁在未切断电源前用水或泡沫灭火器灭火。

(3) 回流加热时，如因冷凝管效果不好，易燃蒸气在冷凝管顶端着火，应先切断加热源，再行扑救。绝对不可用塞子或其他物品堵住冷凝管，防止爆炸。

(4) 若敞口的器皿中发生燃烧，应尽快先切断加热源，设法盖住器皿口，隔绝空气使火熄灭。

(5) 扑灭有毒蒸气的火情时，要特别注意防毒。

3. 实验室意外事故的紧急处理

(1) 化学烧伤，是由于操作者的皮肤触及腐蚀性化学试剂所致（表 2.2）。

表 2.2 化学烧伤的急救措施

腐蚀性试剂	试 剂	处理方式
强酸类	HF 及其盐	酸蚀伤，应立即用大量水冲洗，然后用 2% 的 NaHCO ₃ 溶液或稀 NH ₃ ·H ₂ O 冲洗，最后再用水冲洗
强碱类	碱金属的氢化物、浓 NH ₃ ·H ₂ O、氢氧化物	碱蚀伤，先用大量水冲洗，再用约 0.3mol/L HAc 溶液洗，最后用水冲洗。如果碱溅入眼中，则先用 2% 的硼酸溶液洗，再用水洗
氧化剂	浓的 H ₂ O ₂ 、过硫酸盐等	—
单质	Br ₂ 、K、N 等	—

(2) 烫伤，是操作者身体直接接触及高温、过冷物品（低温引起的冻伤，其性质与烫伤类似）所造成的。如被烫伤，可先用稀 KMnO₄ 或苦味酸溶液冲洗灼伤处，再在伤口处抹上黄色的苦味酸溶液、烫伤膏、牙膏或万花油，切勿用水冲洗。

(3) 割伤。发生割伤后，应先取出伤口内的异物，然后在伤口处涂上红药水或撒上消炎粉后用纱布包扎。

(4) 吸入刺激性、有毒气体。当不慎吸入 Cl₂，HCl、Br₂ 蒸气时，可吸入少量酒精和

乙醚的混合蒸气使之溶解。由于 H_2S 气体而感到不适时，应立即到室外呼吸新鲜空气。

(5) 触电。不慎触电时，首先切断电源，必要时进行人工呼吸。

上述意外发生以后，在进行紧急处理后，送医院进行进一步治疗。

任务二 实验室用水

(一) 分析水的级别和用途

在分析工作中，洗涤仪器、溶解样品、配制溶液均需用水。一般天然水和自来水（生活饮用水）中常含有氯化物、碳酸盐、硫酸盐、泥沙等少量无机物和有机物，影响分析结果的准确度。作为分析用水，国标《分析实验室用水规格和实验方法》（GB/T 6682—1992）中规定实验室用水的技术指标、制备方法和检验方法（见表 2.3）。

表 2.3 分析用水规格

指标名称	一 级	二 级	三 级
pH 范围	—	—	5.0~7.5
电导率 (25℃)/(mS/m)	≤0.01	≤0.10	≤0.50
吸光度 (254nm, 1cm 光程)	≤0.001	≤0.01	—
可氧化物质 [以 (O) 计]/(mg/L)	—	≤0.08	≤0.4
蒸发残渣 (105℃±2℃)/(mg/L)	—	≤1.0	≤2.0
可溶性硅 (以 SiO_2 计)/(mg/L)	≤0.01	≤0.02	—

注：(1) 由于在一级水、二级水的纯度下，难于测定其真实的 pH，因此，对一级水和二级水的 pH 范围不做规定。

(2) 一级水、二级水的电导率需用新制备的水“在线”测定。

(3) 由于在一级水的纯度下，难于测定可氧化物质和蒸发残渣，对其限量不做规定，可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

(二) 分析水的检验

1. pH 的测定

普通纯水 pH 应在 5.0~7.5 (25℃)，可用精密 pH 试纸或酸碱指示剂检验。对甲基红不显红色，对溴百里酚蓝不呈蓝色。用酸度计测定纯水的 pH 时，先用 pH 为 5.0~8.0 的标准缓冲溶液校正 pH 计，再将 100mL 三级水注入烧杯中，插入玻璃电极和甘汞电极，测定 pH。

2. 电导率的测定

纯水是微弱导体，水中溶解了电解质，其电导率相应增加。测定电导率应选用适于测定高纯水的电导率仪。一级水、二级水电导率极低，通常只测定三级水。测量三级水电导率时，将 300mL 三级水注入烧杯中，插入光亮铂电极，用电导仪测定其电导。测得的电导率小于或等于 $5.0\mu\text{S}/\text{cm}$ 时，即为合格。

3. 吸光度的测定

将水样分别注入 1cm 和 2cm 的比色皿中，用紫外-可见分光光度计于波长 254nm 处，以 1cm 比色皿中水为参比，测定 2cm 比色皿中水的吸光度。

4. 可氧化物的限度实验

将 100mL 二级水或三级水注入烧杯中，然后加入 10.0mL 1mol/L H_2SO_4 溶液和新

配制的 $1.0\text{mL} 0.002\text{mol/L KMnO}_4$ 溶液，盖上表面皿，将其煮沸并保持 5min ，与置于另一相同容器中不加试剂的等体积水样作比较。此时溶液呈淡粉色，如未完全褪尽则符合可氧化物限度实验，如完全褪尽则不符合可氧化物限度实验。

另外，某些情况下；还应对水中的 Cl^- 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 进行检验。

Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 的检验：取 10mL 待检验的水，加 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}-\text{NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液 ($\text{pH} \approx 10$)，调节溶液 pH 至 10 左右，加入 1 滴铬黑 T 指示剂，不显红色为合格。

Cl^- 的检验：取 10mL 待检验的水，用 4mol/L 的 HNO_3 酸化，加 2 滴 $1\% \text{AgNO}_3$ 溶液，摇匀后未见浑浊现象为合格。

5. SiO_2 的测定

SiO_2 的测定方法比较繁琐，一级水、二级水中的 SiO_2 可按 GB/T 6682—1992 方法中的规定测定。通常使用的三级水可测定水中的硅酸盐。其测定方法是：取 30mL 水于一小烧杯中，加入 5mL 4mol/L HNO_3 ， 5mL 5% $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ 溶液，室温下放置 5min 后，加入 5mL $10\% \text{Na}_2\text{SO}_4$ 溶液，观察是否出现蓝色。如呈现蓝色则不合格。

(三) 分析用水的贮存

分析用水的贮存影响到分析用水的质量。各级分析用水均应使用密闭的专用聚乙烯容器。三级水也可使用密闭的专用玻璃容器。新容器在使用前需要用 $20\% \text{HCl}$ 浸泡 $2 \sim 3\text{d}$ ，再用待测水反复冲洗，并注满待测水浸泡 6h 以上。

各级分析用水在贮存期间，其污染主要来源于聚乙烯容器可溶成分的溶解及空气中 CO_2 和其他杂质。所以，一级水不可贮存，使用前制备。二级水、三级水可适量制备，分别贮存于预先经过同级水清洗过的相应容器中。各级水在运输过程中应避免污染。

任务三 化学试剂

(一) 标准试剂

标准试剂是用于衡量其他（待测）物质化学量的标准物质。特点是主体含量高且准确可靠。主要国产标准试剂的分类见表 2.4。

表 2.4 主要国产标准试剂的分类与用途

类 别	主要用途
滴定分析第一基准试剂 (C 级)	工作基准试剂的定值
滴定分析工作基准试剂 (D 级)	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的 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	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	有机元素分析

(二) 一般试剂 (表 2.5)

表 2.5 一般试剂的分级标准和适用范围

级 别	纯度分类	英文符号	适用范围	标签颜色
一级	优级纯 (保证试剂)	G. R.	精密分析实验和科学研究工作	绿色
二级	分析纯	A. R.	一般分析实验和科学研究工作	红色
三级	化学纯	C. P.	一般分析工作	蓝色
四级	实验试剂	L. R.	一般化学实验辅助试剂	棕色或其他颜色
生化试剂	生物染色级	B. R.	生物化学及医用化学实验	咖啡色或玫瑰色

注：国外标准简写代号

德国 E Merck 厂：GR (保证试剂)、LAB (实验用)、ORG (有机试剂)、EP (特纯)、PURE (纯)

英国 BRITISH DRUG HOUSE 公司：AR、STR (点滴试剂)、LRLC (实验试剂)

瑞士 FLUKA 厂：PURISS-PA (分析纯)、PURUM-PA (分析纯)、PURISS (高纯)、PRACTPURE (实验纯)、PURUM (纯)

意大利 CARLO ERBA 厂 RP (分析试剂)、RS (特殊试剂)、LAB R (纯)

匈牙利 (HUNGARY) GR、PA PSS (纯标准物质) EP (高纯)

日本 (JAPAN) 特级 GR、AR 一级 EP PURE

美国 (USE) AR ACS (美国化学协会) CP

(三) 高纯试剂

高纯试剂的特点是杂质含量低 (比优级纯基准试剂低)，主体含量与优级纯试剂相当，而且规定检验的杂质项目比同种优级纯或基准试剂多 1~2 倍。通常，杂质量控制 在 $10^{-9} \sim 10^{-6}$ 数量级的范围内。高纯试剂主要用于微量分析中试样的分解及试液的制备。

高纯试剂多属于通用试剂 (如 HCl 、 HClO_4 、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 Na_2CO_3 、 H_3BO_3)。目前只有 8 种高纯试剂颁布了国家标准 (GB)，其他产品一般执行企业标准 (Q)，在产品的标签上标有“特优”或“超优”字样。

(四) 专用试剂

专用试剂是有特殊用途的试剂。其特点是主体含量较高，杂质含量很低。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。

专用试剂种类颇多，如紫外及红外光谱法试剂、色谱分析、标准试剂、色谱固定液、核磁共振分析用试剂等。

任务四 滴定管基本操作

滴定管、移液管、吸量管、容量瓶是分析化学实验中准确测量溶液体积的常用量器。由于无机化学实验中已经学过移液管、吸量管、容量瓶的使用，本项目中重点介绍一下滴定管的基本操作。