

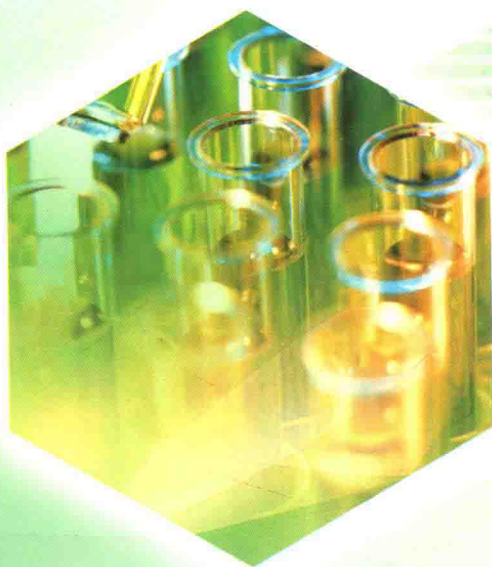


普通高等教育农业部“十二五”规划教材
全国高等农林院校“十二五”规划教材

分析化学实验

Analytical Chemistry Experiment

陈时洪 主编



 中国农业出版社

普通高等教育农业部“十二五”规划教材
全国高等农林院校“十二五”规划教材

分析化学实验

陈时洪 主编



中国农业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验 / 陈时洪主编. —北京: 中国农业出版社, 2013. 5

普通高等教育农业部“十二五”规划教材 全国高等农林院校“十二五”规划教材

ISBN 978-7-109-17732-1

I. ①分… II. ①陈… 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 (2013) 第 051349 号

中国农业出版社出版

(北京市朝阳区农展馆北路 2 号)

(邮政编码 100125)

策划编辑 曾丹霞

文字编辑 曾丹霞

北京中新伟业印刷有限公司印刷 新华书店北京发行所发行

2013 年 5 月第 1 版 2013 年 5 月北京第 1 次印刷

开本: 787mm×1092mm 1/16 印张: 7.75

字数: 115 千字

定价: 18.00 元

(凡本版图书出现印刷、装订错误, 请向出版社发行部调换)

内 容 简 介

本书共5章内容,第1章阐述了分析化学实验的基础知识,包括分析化学实验的目的和基本要求,实验室安全规则,常用玻璃器皿及洗涤,纯水、试剂和标准溶液,分析化学实验数据的记录、处理和实验报告的书写。第2~5章分别为分析天平及称量操作、滴定分析法、电位分析法和吸收光谱法,每一章都包括相应的基本仪器操作和实验两个部分,共精选了32个相关实验。本书实验仪器的选用注意典型性和实用性,注重仪器构造和基本操作的讲解。在实验安排上注重与生产生活密切联系,特别兼顾了与农、林、食品及生物类等各专业相关课程的有机结合,有利于各专业根据具体情况选择与本专业紧密结合的一些实验项目,有利于分类教学。

本书内容充实,注重实验技能的训练,实用性强,既可作为动医、动科、园林、园艺、食品、资环、生物、化学、化工、药学等专业本专科分析化学实验课程的教材,也可作为从事化学分析检验工作的技术人员的学习参考用书。

主 编 陈时洪

副主编 叶 霞 王冬梅 叶 勤

参 编 张明晓 冉小琪 廖家耀 宋 丽
张娟娟 梁大明 李文娟

审 稿 张明晓

富

[illegible]

分析化学课程一直是高等农林院校的重要基础课,通过本课程的学习,使学生了解分析化学学科的基本理论,掌握研究被鉴定物质的组成、结构以及测量有关组分含量的方法和技术。分析化学实验是分析化学教学过程中十分重要的环节,在训练学生基本实验技能,培养学生严谨踏实的实验态度和良好的实验习惯以及创新意识和科研能力方面起着重要作用,是分析化学理论课不可替代的。为适应教学改革、分类教学及不同学生的实际需要,本教材在实验内容的选择上坚持理论联系实际原则,注重基础性和应用性,并具有如下特点:

(2)第2~5章分别介绍了分析天平及称量操作、滴定分析法、电位分析法和吸收光谱法的有关知识,每一章都分为基本仪器及其操作和实验两部分。这种把相应的实验仪器和实验内容安排在同一章节中讲解的方式,有利于学生更系统地掌握相关仪器的基本操作。

(4)本教材注重理论联系实际,除部分针对分析天平、四大滴定分析法、电位分析法和紫外-可见分光光度法所设计的经典实验内容如称量操作实验、酸碱标准溶液的配制及标定、EDTA 标准溶液的配制与标定等外,注意与农、林、

食品及生物类专业相关课程的紧密结合,针对这些专业设计了部分实验内容,如铵盐中氮含量的测定,食醋中总酸度的测定,药用硼砂含量的测定,胃舒平药片中铝、镁含量测定,水中化学耗氧量(COD)的测定,葡萄糖注射液中葡萄糖含量的测定,维生素C含量的测定,土壤酸度的测定,土壤中水溶性磷含量的测定,植株中微量铁的测定等,有利于各专业根据具体情况选择与本专业紧密结合的一些实验项目,有利于分类教学。

(5)在教材撰写中,力求做到实验原理阐述清晰、实验步骤和注意事项叙述详细,而且针对实验原理和操作中的重要知识内容设计了思考题,使学生能达到较好的预习效果,能更好地做到理论与实际的结合。

(6)每个实验都针对实验数据记录设计了表格,有利于培养学生如实、清楚、正确地记录实验数据的习惯和处理实验数据的能力。

本教材的编写由陈时洪总体策划,陈时洪、叶霞、王冬梅、张明晓、冉小琪、叶勤、廖家耀、宋丽、梁大明、张娟娟和李文娟参加了编写,牟波佳负责图片采集。初稿完成后由陈时洪统稿并修改,张明晓审阅并提出修改意见。本教材在编写中得到了袁若、李宗澧、魏沙平及柴雅琴等的支持和帮助。在本教材出版之际,特对具体负责编写以及关心支持本教材的所有人员表示衷心的感谢!同时感谢中国农业出版社对本教材的资助,感谢编辑同志对本教材出版所给予的支持和帮助。

鉴于分析化学领域发展迅速和编者水平有限,本教材定有遗漏和不足之处,敬请读者指正。

编 者

2013年1月

3.1.3 容量瓶	26
3.2 滴定分析操作练习	27
3.3 NaOH 标准溶液的配制和标定	29
3.4 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	32
3.5 食醋中总酸度的测定	34
3.6 混合酸($\text{HCl} + \text{H}_3\text{PO}_4$)含量的测定	36
3.7 HCl 标准溶液的配制和标定	37
3.8 烧碱中 NaOH 和 Na_2CO_3 含量的测定(双指示剂法)	39
3.9 氨水中 NH_3 含量测定	41
3.10 药用硼砂含量的测定	42
3.11 EDTA 标准溶液的配制和标定	44
3.12 水中钙、镁含量的测定	46
3.13 胃舒平药片中铝、镁含量测定	49
3.14 铋铅混合液中铋、铅含量的连续滴定	52
3.15 重铬酸钾标准溶液的配制和铁矿石中铁含量的测定	54
3.16 KMnO_4 标准溶液的配制和标定	57
3.17 过氧化氢含量的测定	59
3.18 水中化学耗氧量(COD)的测定	61
3.19 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制和标定	63
3.20 胆矾中铜含量的测定(间接碘量法)	65
3.21 碘量法测定葡萄糖注射液中葡萄糖含量	67
3.22 维生素 C 含量的测定(直接碘量法)	70
3.23 硝酸银标准溶液的配制和标定	71
3.24 氯化物中氯含量的测定(佛尔哈德法)	74
4 电位分析法	77
4.1 酸度计及其使用	77
4.1.1 测定原理	77
4.1.2 指示电极	78
4.1.3 参比电极	81
4.1.4 pHs-3C 型酸度计的构造、性能参数及其使用	82
4.2 土壤酸度的测定	84
4.3 自来水中氯离子含量的测定	87
4.4 自来水中氟含量的测定	89
5 吸收光谱法	93
5.1 分光光度计及其操作	93
5.1.1 721A 型分光光度计	93
5.1.2 722 型/752 型分光光度计	96

5.2 高锰酸钾吸收光谱的测定	97
5.3 钼锑抗显色光度法测定土壤中水溶性磷含量.....	99
5.4 邻二氮菲分光光度法测定植株中微量铁	101
5.5 紫外-可见分光光度法测定水中苯酚的含量	105
5.6 分光光度法测定磺基水杨酸合铁配合物的组成	106
附录	109
附录 1 市售酸碱的浓度和密度	109
附录 2 常见元素国际相对原子质量表(2003)	109
附录 3 常用化合物的摩尔质量	109
附录 4 t 值分布表	111
附录 5 舍弃商 Q 值表	111
附录 6 G 值表($G_{a,f}$)	111
主要参考文献	112

1 分析化学实验的基础知识

1.1 分析化学实验的目的和基本要求

1.1.1 分析化学实验的目的

分析化学是以化学基本理论和实验技术为基础,研究鉴定物质的组成、结构以及测量有关组分含量的方法、原理和技术的学科。分析化学实验是分析化学教学过程中十分重要的环节。通过实验教学,使学生在实践中培养和掌握以下知识技能:

- (1)掌握分析化学实验的基本操作和技能。
- (2)掌握典型的化学分析和仪器分析方法的原理及测试条件,学会设计分析方案。
- (3)确立“量”的概念,掌握分析化学数据处理的科学方法。
- (4)培养严谨踏实的实验态度和良好的实验习惯,提高分析解决问题的能力。

1.1.2 分析化学实验的基本要求

为达到上述实验目的,对上分析化学实验课的学生提出以下要求:

(1)认真预习实验内容。明确实验目的,理解实验原理,熟悉实验操作步骤和注意事项,分析实验误差的主要来源和减免方法,为在实验中得到准确的分析结果做到心中有数。完成必要的预习记录,如查好有关数据或设计好相关实验记录表格,以便实验时能准确记录和处理数据。

(2)严格遵守操作规程,保证实验安全有序进行。

(3)手脑并用,积极思考,细心观察实验现象,如实、清楚、正确地记录实验数据。

(4)实验过程中要注意节约使用水、电和试剂等。洗涤玻璃器皿时用水要遵循“少量多次”的原则,取用试剂时一定要看清标签,以免误取而造成过失操作和试剂的浪费。

(5)实验结束后要及时将实验结果交给指导教师检查并认可,不合格的要重做和纠正。合格后要及时洗涤和清理实验仪器,将试剂、仪器和玻璃器皿等按要求放回原处,并做好实验室卫生。

(6)实验结束后要按要求及时撰写实验报告。

1.2 实验室安全规则

保证安全是分析化学实验的基本要求之一,实验安全包括人身安全及实验室、仪器、设备的安全。分析化学实验中可能出现的安全问题主要有中毒、烫伤、割伤、腐蚀、火灾、爆炸、漏水、漏电、漏气等。为了确保人身安全和实验的正常进行,必须严格遵守以下规则:

(1)实验室内严禁吸烟、饮食、大声喧哗和打闹。

(2)实验过程中不得擅自离开岗位,水、电、气及酒精灯等用后要立即关闭。

- (3)不得任意混合不明性质的各种化学药品,以免发生意外事故。
- (4)某些强氧化剂(如氯酸钾、高锰酸钾等)或其混合物不能研磨,以免引起爆炸。
- (5)取用有挥发性、刺激性的试剂如浓硝酸、盐酸、氨水、高氯酸、甲醛等,最好在通风橱内进行。
- (6)使用可燃性有机试剂(如乙醇、乙醚、丙酮、苯等)时,要远离火焰和其他热源,用后要随手盖紧瓶塞。
- (7)浓酸、浓碱、铬酸洗液具有强腐蚀性,切勿使其溅在皮肤或衣服上,尤其是眼睛上,如果溅到身上应立即用水冲洗,洒到实验台上或地上时应立即用水冲稀后擦掉。稀释浓硫酸时应将浓硫酸慢慢倒入水中并不断搅拌,以免迸溅。
- (8)有毒药品(如重铬酸钾、铅盐、钡盐、砷化合物、汞化合物、氰化物,特别是氰化物)不能进入口中或接触伤口。不可将化学试剂带出实验室,废液也不得随便倒入下水道,应回收并统一处理。
- (9)加热溶液时,不能离溶液太近,更不能俯视正在加热的物质以免液体溅出而烫伤。
- (10)滴定操作时,防止三角瓶触到坚硬物体,以免损坏三角瓶和碎玻璃损伤皮肤。
- (11)不得随意挪动仪器位置,如不得移动电子天平位置,不得改换或拆卸仪器零部件,不同分光光度计的配套吸收池不能调换。
- (12)注意防火。万一发生火灾,要保持镇静,立即切断电源或燃气源,并采取针对性的灭火措施。一般的小火用湿布、防火布或沙子等覆盖燃烧物灭火。不溶于水的有机溶剂以及能与水反应的物质,一旦着火,不能用水浇,应用沙子覆盖或二氧化碳灭火器灭火。但金属钠、钾着火不能用二氧化碳灭火器灭火。如电器着火,不可用水冲,应用四氯化碳灭火器。情况紧急下应立即报警。
- (13)实验完毕,应做好实验用品整理和实验室清洁,洗净双手,关好水、电、窗、门。

1.3 常用玻璃器皿及洗涤

玻璃是多种硅酸盐、铝硅酸盐、硼酸盐和二氧化硅等物质的复杂混熔体,具有好的化学稳定性、抗腐蚀能力、较强的耐热性、便于加工和洗涤等一系列优点。因此,各种玻璃器皿在分析化学中被广泛使用。按用途可分为容器类、量器类和特殊用途类。容器类玻璃器皿有烧杯、烧瓶、试管、锥形瓶、碘量瓶和试剂瓶等,量器类有量筒、量杯、滴定管、移液管等,特殊用途类包括干燥器、称量瓶、表面皿、漏斗、坩埚等。各类玻璃器皿均有一定的规格和适用范围,在此不一一介绍。本节主要介绍玻璃器皿的洗涤方法和常用洗涤剂的配制方法。

1.3.1 洗涤方法

玻璃仪器的清洁与否直接影响分析结果的准确性与精密度及成败,因此,必须十分重视玻璃仪器的清洗工作。玻璃器皿洗净的标志:其内外壁应被水均匀润湿且不挂水珠。玻璃器皿的主要洗涤方法如下:

(1)常规洗涤法 常规分析实验所用的玻璃仪器,如烧杯、锥形瓶、量筒和试剂瓶等,可用自来水润湿后,用毛刷蘸取洗涤剂溶液仔细刷洗内外壁,然后用自来水冲洗干净,再用纯水润洗3~4次,即可使用。滴定管、移液管和容量瓶等具有精密刻度的玻璃器皿,不宜

用毛刷刷洗,可用合成洗涤剂涮洗,必要时可用热的洗涤剂浸泡一段时间后,再用自来水冲洗,纯水润洗。

(2)特殊洗涤法 对特殊的玻璃仪器,或对玻璃器皿的洁净程度有特殊要求,或用常规洗涤方法无法洗净时,需采用特殊方法进行洗涤。如烧杯、滴定管、移液管等无法用合成洗涤剂洗净时,可用铬酸洗液浸泡洗涤。其洗涤方法:先尽量将仪器内壁的水沥干,再倒入适量的铬酸洗液,采用将玻璃器皿转动或摇动的方法使洗液润湿整个器皿内壁并与污物充分作用(必要时,可浸泡一段时间),然后将铬酸洗液倒回原试剂瓶中,再用自来水冲洗,纯水润洗。

分光光度法用的比色皿或吸收池由光学玻璃制成,易被有色物污染,不能用毛刷刷洗,可用热的洗涤剂或盐酸-乙醇混合液浸泡内外壁数分钟,然后依次用自来水和纯水洗净。对测定微量组分用的玻璃仪器,应以 1:1 硝酸洗涤,或用 10% 硝酸浸泡 8 h 以上。对用于测磷酸盐的玻璃仪器,不得使用含磷的洗涤剂。

实际工作中,要根据污染物的性质选择适合的方法洗涤。例如,被 MnO_2 污染的玻璃器皿,可用 $\text{HCl}-\text{NaNO}_2$ 溶液洗涤;被 AgCl 沾污的玻璃器皿,用常规方法无法洗净时,可用氨水或 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液洗涤。

1.3.2 常用的洗涤剂及配制方法

(1)合成洗涤剂 这类洗涤剂主要是洗衣粉、洗洁精等,用水稀释即可。合成洗涤剂高效、低毒,适合洗涤油污和某些有机物,是洗涤玻璃器皿的最佳选择。

(2)铬酸洗液 铬酸洗液是 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 的浓 H_2SO_4 溶液。常用的配制方法:称取 10 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 于烧杯中,加 20 mL 热水溶解后,搅拌下缓慢加入 200 mL 浓 H_2SO_4 ,冷却后转入玻璃瓶中备用。新配制的铬酸洗液呈暗红色,具有很强的氧化性,适于洗涤无机物、油污和部分有机物,是实验室最常用的强氧化洗液之一,可反复使用。当溶液呈绿色时表明洗液已失效,需重新配制。

铬酸洗液的腐蚀性很强,配制和使用时一定要注意安全。当 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 溶液和浓 H_2SO_4 混合时会产生热量,故硫酸不要加得太快,否则会因过热而飞溅。六价铬离子对人体有害,注意废液的回收处理。

(3)碱性高锰酸钾洗液 常见的配制方法是将 4 g 高锰酸钾溶于 80 mL 水中,加入 40% NaOH 至 100 mL。碱性高锰酸钾洗液具有很强的氧化性,可洗涤油污和有机污染物。使用本洗液后,若玻璃器皿上沾有褐色氧化锰,可用盐酸、草酸或盐酸羟胺等洗液洗涤。碱性高锰酸钾不宜在所洗器皿中长期存留。

(4)草酸洗液 5~10 g 草酸溶解于 100 mL 水中,再加入少量浓盐酸。草酸洗液适合洗除氧化性污染物,如 KMnO_4 和 MnO_2 等。

(5)盐酸-乙醇溶液 将盐酸与乙醇按 1:1 比例混合即可,是还原性强酸洗液,适合洗除被有色物污染的比色皿、容量瓶等。

(6)碱性乙醇洗液 2.5 g KOH 溶于少量水中,然后用乙醇稀释至 100 mL 或 120 g NaOH 溶于 150 mL 水中,再用 95% 乙醇稀释至 1 L 即可。主要用于洗涤油污及某些有机物沾污。

(7)纯酸洗液 纯酸洗液指 1:1 的盐酸、1:1 的硫酸、1:1 的硝酸或 10% 以下的硝酸

溶液。可用于洗涤碱性水垢或盐类结垢。为提高洗涤效果,可采用浸泡或加热的方式,但加热的温度不宜太高,以免浓酸挥发或分解。

(8) **纯碱洗液** 用氢氧化钠、氢氧化钾或碳酸钠配制成 10% 以上的浓溶液即可。用于浸泡或浸煮有油污的玻璃仪器,可煮沸以加强洗涤效果,但在被洗的容器中停留不得超过 20 min,以免腐蚀玻璃。

(9) **有机溶剂洗涤液** 有机溶剂如汽油、甲苯、丙酮、酒精、氯仿等,可用于洗涤沾有较多油脂性污物的玻璃仪器,尤其是难以使用毛刷刷洗的小件和形状复杂的玻璃仪器,如活塞内孔、吸管和滴定管尖头、滴管等。为提高洗涤效果,可用有机溶剂浸泡或润洗。

1.4 纯水、试剂和标准溶液

1.4.1 分析实验用纯水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。不同方法所制备的纯水其杂质含量不同。如采用玻璃蒸馏器制备的纯水,常含有钠离子和硅酸根离子等;采用离子交换法或电渗析法制备的纯水则常含有少量有机物或微生物等。中华人民共和国国家标准(GB/T 6682—2008)《分析化学实验室用水规格及试验方法》中规定了实验室用水的级别、技术指标、制备方法和检验方法等。

1.4.1.1 纯水的规格

分析化学实验使用纯水的级别及主要技术指标见表 1-1。

表 1-1 实验室用水的级别和主要指标(GB/T 6682—2008)

纯水的级别	一级	二级	三级
pH 范围(25 °C)	—	—	5.0~7.5
电导率(25 °C)/(mS · m ⁻¹)	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化物质含量(以 O 计)/(mg · L ⁻¹)	—	≤0.08	≤0.4
蒸发残渣含量(105 °C ± 2 °C)/(mg · L ⁻¹)	—	≤1.0	≤2.0
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤0.001	≤0.01	—
可溶性硅含量(以 SiO ₂ 计)/(mg · L ⁻¹)	<0.01	<0.02	—

不同的分析任务对水质的要求不同,应根据具体情况选用适宜规格的纯水,并在保证实验要求的前提下注意节约用水。一级水基本上不含溶解或胶态离子杂质及有机物,主要用于对水质有严格要求的分析化学实验。二级水可含有微量的无机、有机或胶态杂质,主要用于仪器分析实验,如原子吸收光谱、紫外-可见光谱和高效液相色谱分析实验等。三级水为最普遍使用的纯水,适用于一般化学分析实验。实际工作中,有些实验对水还有特殊的要求,如需无氨纯水、无铁钙氯等离子体的纯水及无菌纯水等。

1.4.1.2 纯水的制备方法

制备实验室用纯水的原料水应当是饮用水或其他比较纯净的水。如有污染,则必须进行预处理。制备纯水主要有以下四种方法。

(1) **蒸馏法** 根据水与杂质沸点的不同,将自来水或其他比较纯净的水在蒸馏器中加热汽化,然后将蒸汽冷却即可得到蒸馏水。必要时可进行二次蒸馏,称为二次蒸馏水。

目前使用的蒸馏器有玻璃、铜、石英等材质的,其中石英蒸馏器制备的蒸馏水杂质含量最少。蒸馏法能除去水中非挥发性杂质,溶解在水中的气体杂质并不能完全除去。蒸馏法操作简单,但耗能大,且制备纯水产量低,一般纯度也不够高。

(2)离子交换法 目前,化学实验室制备纯水广泛采用的方法是离子交换法。当含杂质的水通过阴、阳离子交换树脂的混合床时,阳离子交换树脂以 H^+ 交换水中的各种阳离子(如 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Al^{3+}),阴离子交换树脂以 OH^- 交换碰到的各种阴离子(如 Cl^-),从阳离子交换树脂释出的 H^+ 与从阴离子交换树脂释出的 OH^- 相结合生成水,从而使水得以纯化。因此,用此法制备的水常称为去离子水。该法制备水量大、成本低、去离子能力强,适合于各种规模的化学实验室制备纯水。但此法设备及操作相对复杂,不能除去非离子型杂质,所制备的水中常含有少量有机物和微生物。

(3)电渗析法 电渗析法是在直流电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜(也称离子选择性透过膜)对水中的离子选择性渗透而达到除去离子型杂质的方法。此法除去杂质的效率不如离子交换法,好的电渗析器制备的纯水质量可达三级水的水平,适于要求不高的分析实验。

(4)反渗透法 反渗透法是利用半透膜(反渗透膜),并借助于外界施加的压力为动力,强制原水中的水分子透过对水分子有选择性透过的膜达到除盐的目的,使水得到纯化。这种方法操作方便,出水量大,无污染,近年来已被广泛地使用。

三级水是实验室最常用的水,可用上述三种方法制得。二级水可用三级水经蒸馏或离子交换制得。一级水可用二级水进一步处理制得,例如,可将二级水用石英蒸馏器进一步蒸馏、通过离子交换混合床或 $0.2\ \mu\text{m}$ 的过滤膜过滤等。

1.4.1.3 纯水的检验

纯水的质量检验指标较多,分析化学实验室衡量纯水纯度的指标(参数)主要有电导率、pH、常见金属离子、氯化物等,检验方法有物理方法和化学方法两类。

(1)电导率 选用适合的电导率仪测定纯水的电导率,各级纯水的指标要求见表 1-1。水的电导率越小,表明水中所含杂质离子越少,水的纯度越高。

(2)pH 一般要求纯水的 pH 在 6~7 之间,可用精密 pH 试纸和酸度计测定。

(3) Cl^- 离子 取待检测水样 5 mL,用硝酸酸化,加入 $0.1\ \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\ \text{AgNO}_3$ 溶液 1~2 滴,如有白色乳状物,则水质不合格。

(4) Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 离子 取待检测水样 5 mL,用 $\text{NH}_3 - \text{NH}_4\text{Cl}$ 缓冲液控制 $\text{pH} \approx 10$,加入 0.2% 铬黑 T 指示剂 1 滴,如溶液呈蓝色,则 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 离子含量甚微,水质合格,若呈红色或紫红色,则水质不合格。

另外,某些情况下还会对铜、铅、锌、铁等金属离子和硅酸盐等进行检验。

1.4.2 化学试剂

1.4.2.1 化学试剂的分类及规格

化学试剂的种类繁多,分类的标准不尽相同,按其组成和结构可分为无机试剂和有机试剂两大类。按其用途可分为标准试剂、一般(通用)试剂、特效试剂、指示剂、仪器分析专用试剂、高纯试剂、生化试剂等。随着科学技术和生产的发展,新的试剂种类还在产生,目前还没有统一的分类标准。本书只简要地介绍一般试剂、标准试剂和专用试剂。

(1) **一般试剂** 一般试剂是实验室最普遍使用的试剂,以其中所含杂质多少可分为一、二、三、四级(四级已很少见)试剂,其分级、标志、标签颜色及主要用途见表 1-2。

表 1-2 一般试剂的规格和适用范围

级别	中文名称	英文标志	标签颜色	主要用途
一级	优级纯	G. R.	绿	微量分析实验或精密分析实验
二级	分析纯	A. R.	红	一般分析实验
三级	化学纯	C. P.	蓝	一般化学实验
四级	实验试剂	L. R.	棕色等	一般化学制备实验

本书实验中所用试剂,如无特别说明,一般是指分析纯试剂。

(2) **标准试剂** 标准试剂是用于衡量其他(欲测)物质化学量的标准物质。一般由大型试剂厂生产,并严格按国家标准进行检验。主要的国产标准试剂的种类及用途见表 1-3。我国习惯将滴定分析用的标准试剂称为基准试剂,并规定滴定分析第一基准试剂(一级标准物质)的主体含量为 99.98~100.02%,其值采用准确度最高的精密库仑滴定法测定。工作基准试剂(二级标准物质)的主体含量为 99.95%~100.05%,以第一基准试剂为标准,用称量滴定法定值。常用的工作基准试剂和 pH 基准试剂分别见表 1-4 和表 1-5。

表 1-3 主要的国产标准试剂

(分析化学实验教程,张明晓,2008)

类 别	主要用途
滴定分析第一基准	工作基准试剂的定值
滴定分析工作基准	容量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
容量分析标准溶液	容量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)
气相色谱标准	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

表 1-4 常用的工作基准试剂

(分析化学实验教程,张明晓,2008)

国家标准编号	名 称	主要用途	使用前的干燥方法
GB 1253-89	氯化钠	标定 AgNO_3 溶液	500~600 °C 灼烧至恒重
GB 1254-90	草酸钠	标定 KMnO_4 溶液	105 °C $\pm$ 2 °C 干燥至恒重
GB 1255-90	无水碳酸钠	标定 HCl 、 H_2SO_4 溶液	270~300 °C 灼烧至恒重
GB 1256-90	三氧化二砷	标定 I_2 溶液	H_2SO_4 干燥器中干燥至恒重
GB 1257-89	邻苯二甲酸氢钾	标定 NaOH 、 HClO_4 溶液	105~110 °C 干燥至恒重

(续)

国家标准编号	名 称	主要用途	使用前的干燥方法
GB 1258—90	碘酸钾	标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液	$180\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒重
GB 1259—89	重铬酸钾	标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 、 FeSO_4 溶液	$120\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒重
GB 1260—90	氧化锌	标定 EDTA 溶液	$800\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重
GB 12593—90	乙二胺四乙酸二钠	标定金属离子溶液	硝酸镁饱和溶液恒湿 7 d
GB 12594—90	溴酸钾	标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液, 配制标准溶液	$180\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒重
GB 12595—90	硝酸银	标定卤化物及硫氰酸盐溶液	H_2SO_4 干燥器中干燥至恒重
GB 12596—90	碳酸钙	标定 EDTA 溶液	$110\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒重

表 1-5 pH 基准试剂

(分析化学实验教程, 张明晓, 2008)

试剂名称	化学式	规定浓度/ $(\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1})$	基准 pH
草酸三氢钾	$\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	0.05	1.68 ± 0.01
酒石酸氢钾	$\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$	饱和	3.56 ± 0.01
邻苯二甲酸氢钾	$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$	0.05	4.00 ± 0.01
磷酸三氢钾二钠	$\text{KH}_2\text{PO}_4 + \text{Na}_2\text{HPO}_4$	0.025 ± 0.025	6.86 ± 0.01
四硼酸钠	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	0.05	9.18 ± 0.01
氢氧化钙	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	饱和	12.46 ± 0.01

(3)专用试剂 专用试剂是指具有特殊用途的试剂。其特点是主体含量高、杂质含量低,杂质成分须控制在不致产生明显干扰的限度以下。例如针对色谱分析用的色谱纯试剂,色谱分析专用载体、填料、固定液和薄层分析试剂,紫外及红外光谱纯试剂,发射光谱纯试剂和核磁共振分析用试剂及生物化学实验用的生化试剂等。

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(部分常用试剂)、生产批号、厂名等,危险品和毒品还应给出相应的标志。

1.4.2.2 化学试剂的合理选用

根据实验的具体情况,如分析对象的组成和含量、误差的来源及对分析结果准确度的要求等,合理地选用相应种类和级别的化学试剂,做到既不超规格而造成浪费,又不随意降低规格而影响分析结果的准确度。选用试剂的一般原则如下:

(1)滴定分析中用间接法配制标准溶液时,一般选用分析纯试剂进行配制,再用工作基准试剂进行标定。在某些情况下,例如对分析结果要求不很高的实验,也可以用优级纯或分析纯试剂代替工作基准试剂。滴定分析中的其他试剂一般为分析纯。

(2)仪器分析实验中一般使用优级纯或专用试剂,测定微量或超微量成分时应选用高纯试剂以降低空白值和避免杂质干扰。

(3)从很多试剂的主体含量看,优级纯与分析纯相同或很接近,只是杂质含量不同。如果所做实验对试剂杂质要求高,应选择优级纯试剂。如果只对主体含量要求高,则应选用分