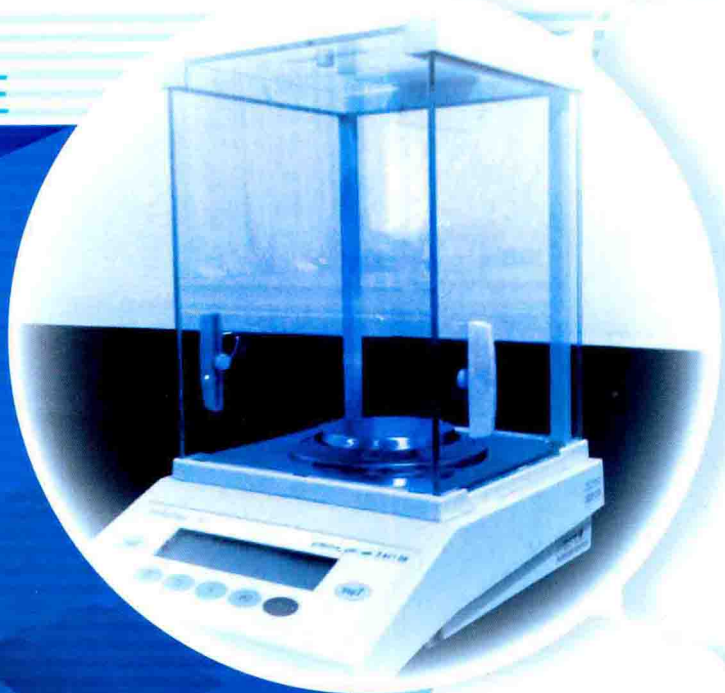


普通高等教育“十二五”规划教材

分析化学实验

陈燕清 涂新满 主编

FENXI HUAXUE
SHIYAN



化学工业出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

分析化学实验

陈燕清 涂新满 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书共 4 章, 包括分析化学实验基础知识、分析化学实验的基本操作、基础实验及综合实验。实验部分包括了 23 个基本实验项目, 分析方法主要涉及经典的化学定量分析, 从基本操作入手, 涵盖了酸碱滴定、氧化还原滴定、络合滴定、沉淀滴定、光度分析及重量法分析等。许多分析实验内容与环境、材料分析相结合。实验后有思考题, 引导学生思考, 加深对实验内容的理解。附录还提供了分析化学实验试卷范例。

本书可作为高等理工院校应用化学专业、材料化学、环境工程专业、金属材料工程等专业的本、专科生的教材, 也可供相关专业师生及科技人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验/陈燕清, 涂新满主编. —北京: 化学工业出版社, 2014. 6
普通高等教育“十二五”规划教材
ISBN 978-7-122-20481-3

I. ①分… II. ①陈…②涂… 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 (2014) 第 081257 号

责任编辑: 刘俊之
责任校对: 吴 静

文字编辑: 颜克俭
装帧设计: 史利平

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
印 刷: 北京市振南印刷有限责任公司
装 订: 三河市宇新装订厂
787mm×1092mm 1/16 印张 7½ 字数 178 千字 2014 年 8 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 19.00 元

版权所有 违者必究

前 言

分析化学是人们获得物质化学组成和结构信息的科学，是众多理工科专业的重要基础课程，是一门实践性很强的学科。分析化学实验是实践性教学环节的一门主要课程，通过分析化学实践环节的训练，可以使學生巩固和加深对理论知识的理解，了解分析化学的研究方法和手段，掌握分析化学的基本操作技能，培养学生的创新意识和能力。

《分析化学实验》是根据我校使用多年的教学讲义补充改编而成。内容编排上注重层次性和系统性，强调少而精地做好基础实验，同时增加了以分析实际样品为主要目的的设计性、综合性实验。附录增加了三套分析化学实验试卷，通过思考题和习题，引导学生思考，加深学生对实验内容的理解。

本书的主要内容有以下三个方面。

1. 分析化学实验基本知识和定量分析基本操作。便于学生正确地、熟练地掌握分析化学的基本知识、基本操作。

2. 基础实验。主要是以电子天平称量、滴定分析操作、重量分析操作、分光光度计使用为基础的分析化学实验。通过经典的分析实验让学生确立严格的量的概念，培养实事求是的科学态度和认真、细致的工作作风，严谨务实的科学态度与良好的实验习惯。

3. 综合性实验。综合性实验在内容选取和安排上，不仅注意实验的典型性、系统性，还注意结合无机材料分析、环境分析等专业学科的特点，强调知识的实用性、综合性。这样的训练，使学生在扎实的理论基础上有较强的动手能力。

参与本书编写和审核的有南昌航空大学陈燕清、涂新满、邓安民、王玉华等，罗旭彪主审。全书由陈燕清和涂新满主编和统稿。在编写过程中，得到南昌航空大学环境与化学工程学院的支持，还有对本书的编写给予无私帮助的同仁，在此一并表示衷心感谢！

由于编者水平有限，书中难免有不当之处，恳请同仁和读者的批评指正，以使教材编写更好，更符合教学要求和规律，获得更好的教学效果。

编者

2014年2月

目 录

第 1 章 分析化学实验基础知识	1
1.1 分析化学实验室安全知识和规则	1
1.1.1 实验室用水安全	1
1.1.2 实验室用电安全	1
1.1.3 实验室用火（热源）安全	1
1.1.4 实验室使用压缩气的安全	3
1.1.5 化学实验废液（物）的安全处理	3
1.2 分析实验室用水规格	4
1.3 常用试剂的规格、使用和保存	5
1.3.1 化学试剂的分类	5
1.3.2 使用试剂注意事项	6
1.3.3 试剂的保存	6
1.4 溶液的浓度及其配制	7
1.4.1 常用的溶液浓度表示方法	7
1.4.2 溶液的配制	8
1.4.3 缓冲溶液的配制	8
1.5 实验数据处理	9
1.5.1 误差	9
1.5.2 系统误差与随机误差	9
1.5.3 准确度和精确度	10
1.5.4 有效数字的运算法则	11
1.5.5 有限实验数据的统计处理	12
1.5.6 实验数据的处理	14
1.6 实验数据的记录、处理和实验报告	16
1.6.1 实验数据的记录	16
1.6.2 分析数据的处理	16
1.6.3 实验报告格式	16
第 2 章 分析化学实验基本操作	17
2.1 常用玻璃器皿的洗涤和干燥	17
2.1.1 定量分析实验常用器皿介绍	17
2.1.2 容器的洗涤	20
2.1.3 容器的干燥	21
2.2 称量的基本操作	21
2.2.1 托盘天平的使用	21
2.2.2 等臂双盘电光天平	22
2.2.3 电子天平的使用	24
2.3 滴定分析仪器及基本操作	26
2.3.1 容量瓶	26

2.3.2	滴定管	26
2.3.3	移液管和吸量管	28
2.4	重量分析基本操作	30
2.4.1	滤纸和滤器	30
2.4.2	沉淀的生成	32
2.4.3	沉淀的过滤和洗涤	32
2.4.4	沉淀的烘干与灼烧	34
2.4.5	马弗炉	35
2.4.6	干燥器	36
2.5	吸光光度法和仪器介绍	37
2.5.1	使用方法	38
2.5.2	可见分光光度计使用的注意事项	39
2.5.3	比色皿使用注意事项	39
第3章	基础实验	40
实验一	电子分析天平的称量练习	40
实验二	酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	41
实验三	盐酸标准溶液的配制与标定	43
实验四	碱液中 NaOH 及 Na ₂ CO ₃ 含量的测定	44
实验五	EDTA 标准溶液的配制和标定	46
实验六	自来水的硬度测定	49
实验七	铅铋混合液中 Bi ³⁺ 、Pb ²⁺ 的连续测定	51
实验八	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	54
实验九	石灰石中钙的测定	55
实验十	碘和硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	58
实验十一	水中氯含量的测定	62
实验十二	邻二氮菲吸光光度法测定铁	64
实验十三	氯化钡中钡的测定	66
第4章	综合实验	69
实验十四	铵盐中氮含量的测定	69
实验十五	化学耗氧量 (COD) 的测定	71
实验十六	铁矿石中铁含量的测定	74
实验十七	间接碘量法测定铜合金中的铜	76
实验十八	铝合金中铝含量的测定	78
实验十九	铜合金中铜的配位置换滴定法	80
实验二十	紫外双波长光度法测定对苯酚中苯酚的含量	81
实验二十一	钢铁中镍的测定	83
实验二十二	Fe ₃ O ₄ 磁性材料的制备及分析	85
实验二十三	光亮镀镍溶液中主要成分的分析	87
附录		91
附录一	标准实验报告样式	91
附录二	相对原子质量表	92
附录三	常用基准物质的干燥、处理和应用	93
附录四	常用酸碱的密度和浓度	93
附录五	常用指示剂的配制	93

附录六	标准溶液和几种常用缓冲溶液的配制	97
附录七	定量和定性分析滤纸的规格	98
附录八	溶解无机样品的一些典型方法	98
附录九	定量分析实验仪器清单	99
附录十	常用正交设计表	99
附录十一	滴定分析实验操作 (NaOH 溶液浓度的标定) 考查表	100
附录十二	分析化学实验考试试卷 I	101
附录十三	分析化学实验考试试卷 II	104
附录十四	分析化学实验考试试卷 III	107
参考文献		111

第 1 章 分析化学实验基础知识

1.1 分析化学实验室安全知识和规则

为保障进入实验室工作人员的人身安全和国家财产安全，保证实验室承担的教学和科研工作的顺利进行，当第一次进入实验室时，该实验室相关负责人的首要职责，就是对未来实验的人员进行安全教育。而作为学习与化学相关专业的学生本人，必须具备最基本的实验室安全知识。

人们在长期的化学实验过程中，总结了关于实验室工作安全的七个字：“水、电、门、窗、气、废、药”，这七个字涵盖了实验室工作中使用水、电、气体、试剂、实验过程产生的废物处理和安全防范的关键字眼。下面分别对上述问题进行讨论。

1.1.1 实验室用水安全

使用自来水后要及时关闭阀门，尤其遇突然停水时，要立即关闭阀门，以防来水后跑水。离开实验室之前应再检查自来水阀门是否完全关闭（使用冷凝器时容易忘记关闭冷却水，要特别注意）。

1.1.2 实验室用电安全

实验室用电有十分严格的要求，不能随意。必须注意以下几点。

- ① 所有电器必须由专业人员安装。
- ② 不得任意另拉、另接电源。
- ③ 使用电器之前，先详细阅读有关的说明书及资料，并按照要求去做。
- ④ 所有电器的用电量应与实验室的供电及用电端口匹配，绝不可超负荷运行，以免发生事故。谨记：任何情况下发现用电问题（事故）时，应首先关闭电源！
- ⑤ 发生触电事故的应急处理：若遇触电事故，应立即使触电者脱离电源——拉下电源或用绝缘物将电线拨开（注意千万不可徒手去拉触电者，以免抢救者也被电流击倒）。同时，应立即将触电者抬至空气新鲜处，如电击伤害较轻，则触电者短时间内可恢复知觉；若电击伤害严重或已停止呼吸，则应立即为触电者解开上衣并及时做人工呼吸和给氧。对触电者的抢救必须要有耐心（有时要连续数小时），同时忌注射强心兴奋剂。

1.1.3 实验室用火（热源）安全

目前，实验过程中使用的热源大多用电，但也有少数直接用明火（如用煤气灯）。首先，不管采用什么形式获得热源都必须十分注意用火（热源）的规定及要求。

- ① 使用燃气热源装置，应经常对管道或气罐进行检漏，避免发生泄漏引起火警。
- ② 加热易燃试剂时，必须使用水浴、油浴或电热套，绝对不可使用明火。
- ③ 若加热温度有可能达到被加热物质的沸点，则必须加入沸石（或碎瓷片），以防暴沸伤人，实验人员不得离开实验现场。
- ④ 用于加热的装置，必须是规范厂家的产品，不可随意使用简便的器具代替。

⑤ 如果在实验过程中发生火灾，第一时间要做的是：将电源和热源（或煤气等）断开。起火范围小可以立即使用合适的灭火器材进行灭火，但若火势有蔓延趋势，必须同时立即报警。

常用的灭火器及其适用范围见表 1.1。

表 1.1 常用的灭火器及其适用范围

类型	药液成分	适用范围
酸碱式	$\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{NaHCO}_3$	非油类及非电器灭火的一般火灾
泡沫式	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 + \text{NaHCO}_3$	油类灭火
二氧化碳	液体 CO_2	电器灭火
四氯化碳	液体 CCl_4	电器灭火
干粉灭火	粉末主要成分为 Na_2CO_3 等盐类物质，加入适量润滑剂、防潮剂	油类、可燃气体、电器设备、精密仪器、文件记录和遇水燃烧等物品的初期火灾
1211	CF_2ClBr	油类、有机溶剂、高压电器设备、精密仪器等失火

水虽然是大家共知的常用灭火材料，但在化学实验室的灭火中要慎用。因为大部分易燃的有机溶剂都比水轻，会浮在水面上流动，此时用水灭火，非但不能灭火反而会使火势扩大蔓延；有的试剂能与水发生剧烈的反应，产生大量的热能引起燃烧加剧，甚至爆炸。

根据燃烧物质的性质，国际上统一将火灾分为 A、B、C、D 四类，必须根据不同的火灾原因，选择相应的灭火器材。火灾类别及灭火器材的选用见表 1.2。

表 1.2 火灾类别及灭火器材的选用

火灾类型	燃烧物质	灭火器材	注意事项(灭火效果)
A 类	木材、纸张、棉布等	水、泡沫式、酸碱式	酸碱式灭火器喷出的主要是水和二氧化碳气体，而泡沫式灭火器除了有水和二氧化碳气体外，同时喷出发泡剂，与水、二氧化碳混合在一起，形成被液体包围的细小气泡群，在燃烧物表面形成抗热性好的泡沫层，阻止燃烧气化和外界氧气的侵入
B 类	可燃烧液体(液态石油化工产品，食用油脂和涂料稀释剂等)	泡沫式灭火器，切记：不能用水和酸碱式灭火器	可用泡沫式灭火器，其作用如前述。B 类火灾还可以用二氧化碳灭火器和四氯化碳灭火器。注意：①使用二氧化碳灭火器时人要站在上风处，以免二氧化碳中毒，手和身体不要靠近喷射管和套筒，以防低温(约 -70°C)冻伤。另外，二氧化碳灭火器的有效喷射距离仅为 $1.5\sim 2\text{m}$ 。②四氯化碳灭火器：由于四氯化碳在高温下可能会转化为剧毒的光气，所以使用时应保持一定的距离
C 类	可燃性气体(天然气、城市生活用煤气、沼气、液化石油气等)	干粉灭火器	干粉灭火器灭火时间短、灭火能力强，禁用水、酸碱式和泡沫式灭火器
D 类	可燃性金属(钾、钠、钙、镁、铅、钛等)	砂土	严禁用水、酸碱式、泡沫式和二氧化碳灭火器灭火。扑灭 D 类火灾最经济有效的材料是砂土(注意消防用砂土应该清洗干净且放置在固定位置)。另外，偏硼酸三甲酯(TMB)灭火剂，因其受热分解，吸收大量的热量，并在可燃性金属表面生成氧化硼保护膜，隔绝空气。原位石墨灭火剂：由于它受热迅速膨胀，生成较厚的海绵状保护层，使燃烧区温度骤降，并隔绝空气，迅速灭火

1.1.4 实验室使用压缩气的安全

根据实验室任务的不同，实验室常用的压缩气体及气体钢瓶的标志如表 1.3 所示。使用压缩气（钢瓶）时应注意如下事项。

表 1.3 常用的压缩气体及气体钢瓶的标志

内装气体名称	外表涂料颜色	字样	字样颜色	横条颜色
氧气	天蓝	氧	黑	—
氢气	深绿	氢	红	红
氮气	黑	氮	黄	棕
氩气	灰	氩	绿	—
压缩空气	黑	压缩空气	白	—
石油气体	灰	石油气体	红	—
硫化氢	白	硫化氢	红	红
二氧化硫	黑	二氧化硫	白	黄
二氧化碳	黑	二氧化碳	黄	—
光气	草绿	光气	红	红
氨气	黄	氨	黑	—
氯气	草绿	氯	白	白
氦气	棕	氦	白	—
氟气	褐红	氟	白	—
丁烯	红	丁烯	黄	黑
氧化亚氮	灰	氧化亚氮	黑	—
环丙烷	橙黄	环丙烷	黑	—
乙烯	紫	乙烯	红	—
乙炔	白	乙炔	红	—
氟氯烷	铅白	氟氯烷	黑	—
其他可燃气	红	(气体名称)	白	—
其他非可燃气	黑	(气体名称)	黄	—

- ① 压缩气体钢瓶有明显的外部标志，内容气体与外部标志一致。
- ② 搬运及存放压缩气体钢瓶时，一定要将钢瓶上的安全帽旋紧。
- ③ 搬运气瓶时，要用特殊的担架或小车，不得将手扶在气门上，以防气门被打开。气瓶直立放置时要用铁链等进行固定。
- ④ 开启压缩气体钢瓶的气门开关及减压阀时，旋开速度不能太快，应逐渐打开，以免气体过急流出，发生危险。
- ⑤ 瓶内气体不得用尽，剩余残压一般不应小于数百千帕，否则将导致空气或其他气体进入钢瓶，再次充气时将影响气体的纯度，甚至发生危险。

1.1.5 化学实验废液（物）的安全处理

由于化学实验室的实验项目繁多，所使用的试剂与反应后的废物也大不相同，一些毒害物质不能随手倒入槽中。例如，氰化物的废液，若倒入强酸性介质中将立即产生剧毒的 HCN，故此，一般将含有氰化物的废液倒入碱性亚铁盐溶液中，使其转化为亚铁氰化物盐类，再作废液集中处理。又如重铬酸钾标准溶液是常用的标准溶液之一，用剩的重铬酸钾溶液应将基转化为三价铬再作废液处理，绝不允许未经允许就倒入下水道。国家标准 GB 8978—88《污水综合排放标准》。对第一类污染物（指能在环境或动物体内蓄积，对人体产生长远影响的污染物）允许排放的浓度做了严格的规定，如表 1.4 所示。

表 1.4 第一类污染物的最高允许排放浓度

污染物	最高允许排放浓度/(mg/L)	污染物	最高允许排放浓度/(mg/L)
总汞	0.05(烧碱行业采用 0.005)	总砷	0.5
烷基汞	不得检出	总铅	1.0
总镉	0.1	总镍	1.0
总铬	1.5	苯并[a]芘	0.00003
六价铬	0.5		

(1) 含汞废液的处理 将废液调至 pH 8~10，加入过量的硫化钠，使其生成硫化汞沉淀，再加入共沉淀剂硫酸亚铁，生成的硫化铁吸附溶液中悬浮的硫化汞微粒而生成共沉淀。弃去清液，残渣用焙烧法回收汞，或再制成汞盐。

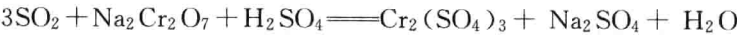
(2) 含砷废液的处理 加入氧化钙，调节 pH 值为 8 生成砷酸钙和亚砷酸钙沉淀。或调节 pH 值为 10 以上，加入硫化钠与砷反应，生成难溶低毒的硫化物沉淀。

(3) 含铅、镉废液 用消石灰将 pH 值调节为 8~10，使 Pb²⁺、Cd²⁺ 生成 Pb(OH)₂ 和 Cd(OH)₂ 沉淀，加入硫化亚铁作为共沉淀剂，使之沉淀。

(4) 含氰废液 用氢氧化钠调节 pH 值为 10 以上，加入过量的高锰酸钾（3%）溶液，若 CN⁻ 含量高，可加入过量的次氯酸钙和氢氧化钠溶液。

(5) 含氟废液 加入石灰生成氟化钙沉淀。

(6) 含 Cr⁶⁺ 废液的处理 我国环境保护有关法律规定 Cr⁶⁺ 最高允许排放浓度 0.5 mg/L，而有些国家往往限制到 0.05mg/L。Cr⁶⁺ 的处理方法，一般常用化学还原法，还原剂可用二氧化硫、硫酸亚铁、亚硫酸氢钠等。如：



铬酸盐被还原后，应使用石灰或氢氧化钠将铬酸盐转化成氢氧化铬从水中沉淀下来再另作处理。



1.2 分析实验室用水规格

我国已建立了实验室用水规格的国家标准（GB 6682—92），该标准规定了实验室用水的技术指标、制备方法及检验方法。实验室用水的规格及主要指标见表 1.5。

表 1.5 实验室用水的规格及主要指标

指标名称	一级	二级	三级
pH 范围(298K)	—	—	5.0~7.5
电导率(298K)/(mS/m)	0.01	0.10	0.50
吸光度(254nm,1cm 光程)	0.001	0.01	—
二氧化硅含量/(mg/L)	0.1	0.02	—

实验室常用的蒸馏水、去离子水和电导水，它们在 298K 时的电导率与三级水的指标相近。

纯水的制备如下所述。

(1) **蒸馏水** 将自来水在蒸馏装置中加热汽化，再将蒸汽冷却，即得到蒸馏水。此法能除去水中的非挥发性杂质，比较纯净，但不能完全除去水中溶解的气体杂质。此外，一般蒸馏装置所用材料是不锈钢、纯铝或玻璃，所以可能会带入金属离子。

(2) **去离子水** 指将自来水依次通过阳离子树脂交换柱、阴离子树脂交换柱及两者混合交换柱后所得水。离子树脂交换柱除去离子的效果好，故称去离子水，其纯度比蒸馏水高。但不能除去非离子型杂质，常含有微量的有机物。

(3) **电导水** 在第一套蒸馏器（最好是石英制的，其次是硬质玻璃）中装入蒸馏水，加入少量高锰酸钾固体，经蒸馏除去水中的有机物，得重蒸馏水。再将重蒸馏水注入第二套蒸馏器中（最好也是石英制的），加入少许硫酸钡和硫酸氢钾固体，进行蒸馏。弃去馏头、馏后各 10mL，收取中间馏分。电导水应收集保存在带有碱石灰吸收管的硬质玻璃瓶内，时间不能太长，一般在 2 周以内。

(4) **三级水** 采用蒸馏或离子交换来制备。

(5) **二级水** 将三级水再次蒸馏后制得，可含有微量的无机、有机或胶态杂质。

(6) **一级水** 将二级水经过一步处理后制得。如将二级水用石英蒸馏器再次蒸馏，基本上不含有溶解或胶态离子杂质及有机物。

由表 1.5 可知纯水质量的主要指标是电导率，因此，可选用适于测定高纯水的电导率仪（最小量程为 $0.02\mu\text{S}/\text{cm}$ ）来测定。

1.3 常用试剂的规格、使用和保存

分析化学实验中所用试剂的质量，直接影响分析结果的准确性，因此应根据所做实验的具体情况，如分析方法的灵敏度与选择性，分析对象的含量及对分析结果准确度的要求等，合理选择相应级别的试剂，既能保证实验正常进行的同时，又可避免不必要的浪费。另外试剂应合理保存、避免污染和变质。

1.3.1 化学试剂的分类

化学试剂产品已有数千种，而且随着科学技术和生产的发展，新的试剂种类还将不断产生，现在还没有统一的分类标准，本书只简要地介绍标准试剂、一般试剂、高纯试剂和专用试剂。

(1) **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，习惯上称为基准试剂，其特点是主体含量高、使用可靠。我国规定滴定分析第一基准和滴定分析工作基准的主体含量分别为 $100\% \pm 0.02\%$ 和 $100\% \pm 0.05\%$ 。主要国产标准试剂的种类及用途见表 1.6。

(2) **一般试剂** 一般试剂是实验室最普遍使用的试剂，其规格是以其中所含杂质的多少来划分，包括通用的一、二、三、四级试剂和生化试剂等。一般试剂的分级、标志、标签颜色和主要用途列于表 1.7。

表 1.6 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
滴定分析标准溶液	滴定分析法测定物质的含量
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
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	热值分析的标定
气相色谱分析标准试剂	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
农药分析标准溶液	农药分析
有机元素分析标准试剂	有机元素分析

注：不同国家生产的试剂，其分类可能不同，在使用时要特别注意。

表 1.7 一般化学试剂的规格及选用

级 别	中文名称	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	绿色
二级	分析纯(分析试剂)	A. R.	一般分析实验	红色
三级	化学纯	C. P.	一般化学试验	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	生化试剂(生物染色剂)	B. R.	生物化学及医用化学实验	咖啡色或玫瑰色

(3) 高纯试剂 高纯试剂最大的特点是其杂质含量比优级或基准试剂都低，用于微量或痕量分析中试样的分解和试液的制备，可最大限度地减少空白值带来的干扰，提高测定结果的可靠性。同时，高纯试剂的技术指标中，其主体成分与优级或基准试剂相当，但标明杂质含量的项目则多 1~2 倍。

(4) 专用试剂 专用试剂顾名思义是指专门用途的试剂。例如在色谱分析法中用的色谱纯试剂、色谱分析专用载体、填料、固定液和薄层分析试剂，光学分析法中使用的光谱纯试剂和其他分析法中的专用试剂。专用试剂除了符合高纯试剂的要求外，更重要的是在特定的用途中其干扰的杂质成分不产生明显干扰的限度之下。专用试剂的品种繁多，可根据实际工作要求选用。

1.3.2 使用试剂注意事项

- ① 打开瓶盖（塞）取出试剂后，应立即将瓶盖（塞）盖好，以免试剂吸潮、沾污和变质。瓶盖（塞）不许随意放置，以免被其他物质沾污，影响原瓶试剂的质量。
- ② 应直接从原试剂瓶取用，多取的试剂不允许倒回原试剂瓶。
- ③ 固体试剂应用洁净干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净，以免腐蚀。
- ④ 用吸管取用液态试剂时，绝不可用同一吸管同时吸取两种试剂。
- ⑤ 盛装试剂的瓶上，应贴有标明试剂名称、规格及出厂日期的标签，没有标签或标签字迹难以辨认的试剂，在未确定其成分前，不能随便使用。

1.3.3 试剂的保存

试剂放置不当可能引起质量和组分的变化，因此，正确保存试剂非常重要。一般化学试剂应保存在通风良好、干净的风子里，避免水分、灰尘及其他物质的沾污，并根据试剂的性

质采取相应的保存方法和措施。

① 容易腐蚀玻璃而影响纯度的试剂，应保存在塑料或涂有石蜡的玻璃瓶中。如氢氟酸、氟化物（氟化钠、氟化钾、氟化铵）、苛性碱（氢氧化钾、氢氧化钠）等。

② 见光易分解、遇空气易被氧化和易挥发的试剂应保存在棕色瓶里，放置在冷暗处。如过氧化氢（双氧水）、硝酸银、焦性没食子酸，高锰酸钾、草酸、铋酸钠等属见光易分解的物质；氯化亚锡、硫酸亚铁、亚硫酸钠等属易被空气逐渐氧化的物质；溴、氨水及大多有机溶剂属易挥发的物质。

③ 吸水性强的试剂应严格密封保存。如无水碳酸钠、氢氧化钠、过氧化物等。

④ 易相互作用、易燃、易爆炸的试剂，应分开贮存在阴凉通风的地方。如酸与氨水、氧化剂与还原剂易相互作用的物质；有机溶剂属易燃试剂；氯酸、过氧化氢、硝基化合物属易爆炸试剂等。

⑤ 剧毒试剂应专门保管、严格取用手续，以免发生中毒事故。如氰化物（氰化钾、氰化钠）、氢氟酸、氯化汞、三氧化二砷（砒霜）等属剧毒试剂。

1.4 溶液的浓度及其配制

1.4.1 常用的溶液浓度表示方法

溶液是由两种或多种组分所组成的均匀体系。所有溶液都是由溶质和溶剂组成的，溶剂是一种介质，在其中均匀地分布着溶质的分子或离子。溶剂和溶质的量十分准确的溶液叫标准溶液，而把溶质在溶液中所占的比例称作溶液的浓度。根据用途的不同，溶液浓度有多种表示方法如体积摩尔浓度、质量摩尔浓度、质量百分比浓度、质量百分浓度、体积百分浓度、滴定度等。

比例浓度：液体试剂互相混合或液体试剂用溶剂稀释时常用体积比（ $V_1 + V_2$ ）来表示，前面的数字代表出厂商品浓试剂的体积数（ V_1 ），后面的数字代表溶剂（水）的体积数（ V_2 ）。例如， H_2SO_4 （1+4）即表示此种硫酸水溶液是由1体积的浓硫酸（相对密度1.84）与4体积的水混合而成。

体积摩尔浓度：1L溶液中所含溶质的摩尔数，称作体积摩尔浓度以 M 表示，即 $M = \text{溶质的摩尔数} / \text{溶液体积}$ ，单位是 mol/L 。

例如，0.1mol/L的氢氧化钠溶液，NaOH是溶质，水是溶剂，NaOH溶于水形成溶液，就是在1L溶液中含有0.1mol的氢氧化钠。

质量摩尔浓度：1kg溶剂中所含溶质的物质的量（mol）。以 b_B 表示，即 $b_B = \text{溶质的摩尔数} / \text{溶剂的质量单位}$ ，是 mol/kg 。用质量摩尔浓度 b_{Bg} 来表示溶液的组成，优点是其量值不受温度的影响，缺点是使用不方便。

质量百分浓度：100克溶液中含有溶质的质量（g），如10%氢氧化钠溶液，就是100g溶液中含10g氢氧化钠。如果溶液中含百万分之几（ 10^{-6} ）的溶质，用ppm表示，如 $5\text{ppm} = 5 \times 10^{-4}\%$ ，如果溶液中含十亿分之几（ $10^{-9}\%$ ）的溶质，用ppb表示， $1\text{ppm} = 1000\text{ppb}$ 。

体积百分浓度：100mL溶液中所含溶质的体积（mL）数，如95%乙醇，就是100mL溶液中含有95mL乙醇和5mL水。如果浓度很稀也可用ppm和ppb表示。 $1\text{ppm} = 1\text{mg/mL}$ ， $1\text{ppb} = 1\text{ng/mL}$ 。

体积比浓度：是指用溶质与溶剂的体积比表示的浓度。如 1 : 1 盐酸，即表示 1 体积量的盐酸和 1 体积量的水混合的溶液。

滴定度 (T)：滴定度是溶液浓度是另一种表示方法。它有两种含义，其一表示每毫升溶液中含溶质的克数或毫克数。如氢氧化钠溶液的滴定度为 $T_{\text{NaOH}} = 0.0028 \text{g/mL} = 2.8 \text{mg/mL}$ ，其二表示每毫升溶液相当于被测物质的克数或毫克数。如卡氏试剂的滴定度 $T = 3.5$ ，表示 1 mL 卡氏试剂相当于 3.5 g 的水含量，又如用硝酸银测定氯化钠时，表示硝酸银的浓度有两种： $T_{\text{AgNO}_3} = 1 \text{mg/mL}$ 、 $T_{\text{NaCl}} = 1.84 \text{mg/mL}$ ，前者表示 1 mL 溶液中含硝酸银 1 mg，后者表示 1 mL 溶液相当于 1.84 mg 的氯化钠，用 $T_{\text{NaCl}} = 1.84$ 表示，这样知道了滴定度乘以滴定中耗去的标准溶液的体积数，即可求出被测组分的含量，计算起来相当方便。

1.4.2 溶液的配制

(1) 一般溶液的配制

① 用固体试剂配制 用台秤称取适量的固体试剂，溶于适量水中，必要时以小火助溶。溶解并冷却后，转移入试剂瓶，稀释至所需体积，摇匀备用。

配制饱和溶液时，所用试剂量应稍多于计算量，加热溶解并冷却，待结晶析出后再使用。

② 用液体试剂配制 用量筒量取适量的液体试剂，缓缓加入适量水中，搅拌，若放热则需冷却至室温。转移至试剂瓶，稀释至所需体积，摇匀备用。

(2) 标准溶液的配制 标准溶液是指具有准确浓度的溶液，在实验中作为分析被测组分的比对标准。配置标准溶液一般有两种方法：直接法和间接法。

① 直接法 用分析天平准确称取一定量的基准物质，溶解后，再定量转移入容量瓶，稀释至标线，摇匀。根据基准试剂的质量和容量瓶的容积，即可计算溶液的准确浓度。

基准物必须具备下列条件：纯度高，其杂质含量一般不超过 0.02%；物质的组成与化学式完全符合（包括结晶水）；在一定条件下，物理和化学性质稳定，不易分解和吸湿、吸收 CO_2 。

② 间接法 间接法是先将溶液配制所需的大致浓度，然后用基准物质或另一种物质的标准溶液来测定其准确浓度。例如： HCl 溶液的浓度可用硼砂作为基准物质来标定，也可以用 NaOH 标准溶液来标定。

用已知准确浓度的标准溶液来标定，方法简单，但精确度不及用基准物质标定。因为在标定标准溶液浓度时，已经存在误差，在进行标定时又引入误差，这些误差的积累传递，对结果的影响较大。因此标定应尽可能采用基准物质。

1.4.3 缓冲溶液的配制

缓冲溶液通常由弱酸与其共轭碱或者弱碱与其共轭酸（亦称缓冲对）的混合溶液组成，亦可为高浓度的强酸或强碱。

缓冲溶液的 pH 值（或 pOH 值）主要取决于弱酸（或碱）的 pK_a （或 pK_b ），同时还与缓冲比，即酸（或碱）及其共轭碱（或共轭酸）的浓度比值有关。而其缓冲容量的大小和缓冲对的总浓度及缓冲比有关。总浓度越大，缓冲容量越大。若总浓度一定，共轭酸、碱的缓冲比为 1 : 1 时，缓冲容量最大。

配制一定 pH 值的缓冲溶液时，应选择合适的缓冲对。一般来说，所选的共轭酸的 pK_a 值应与所需 pH 值相近（通常在 $\text{pH} + 1$ 、 $\text{pH} - 1$ 左右），同时还要考虑到缓冲对的引入是否

会对所研究的体系产生不良影响。

1.5 实验数据处理

化学实验中经常需要对实验数据作精确测定,然后进行计算处理,得到分析结果。测定与计算的结果是否可靠,直接影响到结论的正确性。但是,在实验过程中,即使是分析系统非常完善、操作技术非常熟练,也难以得到与真实值完全一致的结果;在同一条件下。用同一方法对同一实验进行多次测定,也不会得到完全相同的结果。这就是说,实验过程中的误差是客观存在的、不可避免的,其结果必然有不确定性。我们应该根据实际情况,正确测定、记录和处理实验数据,减少误差,使实验结果具有一定的可靠性。为此,了解误差、不确定度及有效数字等概念,学习用科学的方法归纳和分析实验数据,进行列表、作图或拟合处理,是十分必要的。

1.5.1 误差

由于实际条件的限制,实验测得的结果只能是一个真值的近似值。

(1) **真值** 真值是一个变量本身所具有的真实值,它是一个理想的概念,一般是无法得到的。所以在计算误差时,一般用约定真值或相对真值来代替。

(2) **标准值** 由特定机关或组织以一定的精密度决定并保证的标准物质物理性能或组成的数值。

(3) **平均值** 指算术平均值,即多次测定值的总和除以测定次数所得的商。在不存在系统误差的前提下,一组测量数据的算术平均值为其真值的最佳估计值。实际测定中,往往以可靠的方法进行多次平行实验后取其平均值来对真值加以表达。

(4) **中位值** 中位值是指将一系列测定数据按大小顺序排列时处于中间位置的数值。若测定的次数是偶数,则取正中两个值的平均值。有时,为了避免测定数据中异常值对结果的影响,可采用中位数代替平均值来报告测定结果。

1.5.2 系统误差与随机误差

测定结果与真值之间的差值就是通常所称的误差。由各种原因造成的误差,按照性质可分为系统误差、随机误差两大类。

系统误差: 系统误差的特点是测量结果向一个方向偏离,其数值按一定规律变化,具有重复性、单向性。我们应根据具体的实验条件,系统误差的特点,找出产生系统误差的主要原因,采取适当措施降低它的影响。

系统误差的来源有以下几方面。

(1) **仪器误差** 这是由于仪器本身的缺陷或没有按规定条件使用仪器而造成的。如仪器的零点不准,仪器未调整好,外界环境(光线、温度、湿度、电磁场等)对测量仪器的影响等所产生的误差。

(2) **理论误差(方法误差)** 这是由于测量所依据的理论公式本身的近似性,或实验条件不能达到理论公式所规定的要求,或者是实验方法本身不完善所带来的误差。例如热学实验中没有考虑散热所导致的热量损失,伏安法测电阻时没有考虑电表内阻对实验结果的影响等。

(3) **个人误差** 这是由于观测者个人感官和运动器官的反应或习惯不同而产生的误差,

它因人而异，并与观测者当时的精神状态有关。

随机误差：随机误差（又称偶然误差）是指测量结果与同一待测量的大量重复测量的平均结果之差。其产生因素十分复杂，如电磁场的微变，零件的摩擦、间隙，热起伏，空气扰动，气压及湿度的变化，测量人员的感觉器官的生理变化等以及它们的综合影响都可以成为产生随机误差的因素。它的特点：大小和方向都不固定，也无法测量或校正。随机误差的性质是：随着测定次数的增加，正负误差可以相互抵偿，误差的平均值将逐渐趋向于零。只要测试系统的灵敏度足够高，在相同的测量条件下，对同一量值进行多次等精度测量时，仍会有各种偶然的，无法预测的不确定因素干扰而产生测量误差，其绝对值和符号均不可预知。虽然单次测量的随机误差没有规律，但多次测量的总体却服从统计规律，通过对测量数据的统计处理，能在理论上估计起对测量结果的影响。随机误差不能用修正或采取某种技术措施的办法来消除。

1.5.3 准确度和精确度

(1) 准确度 准确度是指测量值与真实值之间的符合程度。准确度的高低常以误差的大小来衡量。即误差（error）越小，准确度越高；误差越大，准确度越低。

$$\text{绝对误差} \quad (E) = x - x_T \quad (1.1)$$

$$\text{相对误差} \quad (E_r) = \frac{E}{x_T} \times 100\% \quad (1.2)$$

如分析天平称量两物体的质量分别为 2.1750g 和 0.2175g，假设两物体的真实值各为 2.1751g 和 0.2176g，则两者的绝对误差分别为：

$$E_1 = 2.1750 - 2.1751 = -0.0001(\text{g})$$

$$E_2 = 0.2175 - 0.2176 = -0.0001(\text{g})$$

虽然绝对误差均为 0.0001，但其真值相差 10 倍，显然准确度不同。

两者的相对误差分别为：

$$E_{r_1} = \frac{-0.0001}{2.1751} \times 100\% = -0.005\%$$

$$E_{r_2} = \frac{-0.0001}{0.2176} \times 100\% = -0.05\%$$

两者相差 10 倍。由此可见：绝对误差相同时，被测定量结果较大的数据相对误差较小，测定结果的准确度较高。

(2) 精密性 要确定一个测定值的准确度，先要知道其误差或相对误差。要求出误差必须知道真实值，但是真实值通常是不知道的。在实际工作中人们常用标准方法通过多次重复测定，所求出的算术平均值（ $\bar{x}$ ）作为真实值。

精密性是指在相同条件下 n 次重复测定结果彼此相符合的程度。精密度的大小用偏差（deviation）表示，偏差越小说明精密性越高。偏差有绝对偏差和相对偏差：

$$\text{绝对偏差} \quad (d) = x - \bar{x} \quad (1.3)$$

$$\text{相对偏差} \quad (d_r) = \frac{d}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1.4)$$

从上式可知，绝对偏差是指单项测定与平均值的差值。相对偏差是指绝对偏差在平均值中所占的百分率。由此可知绝对偏差和相对偏差只能用来衡量单次测定结果对平均值的偏离程度。为了更好地说明精密性，在一般分析工作中常用平均偏差（ $\bar{d}$ ）表示。