



普通高等教育“十二五”规划教材

普通高等院校化学化工类系列教材

马忠革 主编

分析化学实验

Experiments in
Analytical Chemistry

清华大学出版社



普通高等教育“十二五”规划教材

普通高等院校化学化工类系列教材

马忠革 主编

分析化学实验

Experiments in
Analytical Chemistry

清华大学出版社

北京

版权所有,侵权必究。侵权举报电话:010-62782989 13701121933

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/马忠革主编.--北京:清华大学出版社,2011.10

(普通高等院校化学化工类系列教材)

ISBN 978-7-302-26514-6

I. ①分… II. ①马… 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(2011)第 168834 号

责任编辑:冯 昕

责任校对:刘玉霞

责任印制:李红英

出版发行:清华大学出版社

地 址:北京清华大学学研大厦 A 座

<http://www.tup.com.cn>

邮 编:100084

社 总 机:010-62770175

邮 购:010-62786544

投稿与读者服务:010-62776969, c-service@tup.tsinghua.edu.cn

质 量 反 馈:010-62772015, zhiliang@tup.tsinghua.edu.cn

印 装 者:北京国马印刷厂

经 销:全国新华书店

开 本:185×260 印 张:12.25 字 数:294 千字

版 次:2011 年 10 月第 1 版 印 次:2011 年 10 月第 1 次印刷

印 数:1~3000

定 价:25.00 元

产品编号:037460-01

前言

分析化学是化学的重要分支之一。分析化学实验课是分析化学课程的重要组成部分,它与理论教学密切配合,教给学生分析化学实验的基本理论、基础知识和基本实验技能。随着 21 世纪的到来,人类进入了知识经济时代,新观念、新思想对高等教育的人才培养模式、人才训练及课程体系设置都提出了新的挑战。近年来,绿色化学成为化学学科发展的重要趋势,分析化学实验纷纷独立设课,加强了学生实验操作能力的训练,在培养学生严谨的工作作风和实事求是的科学态度方面起着不可估量的作用。

本书是辽宁石油化工大学分析化学教学实践 28 年的总结。根据 2006 年全国普通高等学校工科化学精品教材建设研讨会的精神,我们详细讨论了编写大纲,并根据我校各专业的实际情况编写了本教材。在编写过程中,我们充分重视绿色、环保的理念,并考虑到后续课程及实践的应用,为分析化学实验独立设课奠定了基础。全书分为 5 个部分。第 1 部分是基础知识的理论部分,为强调分析化学实验的独立性,我们加入了滴定分析基本原理及数据处理的内容;第 2 部分是基础实验部分,注重实验素质和技能的训练,精选了滴定分析和重量分析的内容;第 3 部分是半微量实验,主要训练溶解、稀释溶液的技能,同时还可以与常量分析进行方差和均值的比较试验,以加深学生对分析化学数据处理的理解;第 4 部分是提高实验,引入了国标实验、仪器分析以及我校教师在科研实践中的成果,这些实验更接近生产实践,也更能体现石油化工大学的特色;第 5 部分是综合设计性实验,主要为培养学生灵活运用所学知识的能力,配合实验室的开放,充分发挥学生的主观能动性,为撰写毕业论文奠定基础。

实验是培养学生能力的重要组成部分,分析化学实验属专业基础课程,具有承上启下的作用,它不但要综合化学基础知识,还要为专业课程打下坚实的基础。本书旨在使学生尽可能地综合运用所学知识解决实际问题,同时尽可能地提高实验技能和素质,尤其是科学的素养。分析化学实验课的任务是使学生加深对分析化学基本理论的理解、掌握分析化学实验的基本操作技能,养成严格、认真和事实求是的科学态度,提高观察、分析和解决问题的能力。

本书由马忠革担任主编,一直坚持在我校各专业指导分析化学实验课的教师李秀萍编写了第 2 部分和第 4 部分;宫晓杰老师编写了第 1 部分和第 3 部分;张金生、张晓彤、宫红、沈春玉、周丽等老师参与了本书的编写。

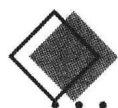


在书稿的形成过程中,得到了本校相关科室及兄弟院校的大力支持,同时本书的出版得到了清华大学出版社的大力支持,在此我们表示衷心的感谢。

由于编者水平所限,加之时间仓促,书中定有许多可商榷之处,恳请读者批评指正,在此诚表谢意。

编 者

2011 年 7 月



目录

1 分析化学实验知识	1
1.1 分析化学实验的基本要求	1
1.2 分析化学实验须知	2
1.3 化学试剂及溶液的配制	3
1.3.1 化学试剂	3
1.3.2 溶液的配制	6
1.3.3 分析化学实验试样分解方法简介	7
1.4 滴定分析原理	10
1.4.1 滴定分析法的特点	10
1.4.2 滴定分析法的分类	10
1.4.3 滴定分析法的原理	10
1.5 常用玻璃仪器介绍	14
1.5.1 量筒和量杯	14
1.5.2 移液管和吸量管	15
1.5.3 滴定管	18
1.5.4 容量瓶	22
1.5.5 烧杯	23
1.5.6 锥形瓶和碘量瓶	24
1.5.7 试剂瓶和滴瓶	24
1.5.8 称量瓶	24
1.6 分析天平称量操作	25
1.6.1 天平的原理	25
1.6.2 半自动电光分析天平的构造原理及使用	25
1.6.3 电子天平的构造原理及使用	27
1.6.4 称量方法	29
1.7 分析化学实验结果的处理	30
1.7.1 实验的误差与来源	30
1.7.2 测量中误差的处理方法	33
1.7.3 有效数字及实验数据的记录	34
1.8 重量分析基本理论与操作	36

1.8.1	重量分析基本理论	36
1.8.2	重量分析的操作	39
1.9	光度分析基本理论与操作	46
1.9.1	光度分析概述	46
1.9.2	吸光光度法的基本原理	47
1.9.3	光度分析的基本操作	51
2	基础实验	57
实验 2.1	分析天平称量操作练习	57
实验 2.2	滴定分析基本操作练习	59
实验 2.3	盐酸标准溶液的配制与标定	60
实验 2.4	铵盐中氮含量的测定	62
实验 2.5	氢氧化钠标准溶液的配制与标定	64
实验 2.6	工业纯碱总碱度的测定	65
实验 2.7	EDTA 标准溶液的配制与标定	66
实验 2.8	水硬度的测定	68
实验 2.9	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	70
实验 2.10	过氧化氢含量的测定	72
实验 2.11	氯化钡中钡含量的测定	73
实验 2.12	莫尔法测定氯	75
实验 2.13	分析天平的安装与拆卸	77
实验 2.14	容量仪器的校准	78
3	半微量实验	81
实验 3.1	混合碱的测定	81
实验 3.2	铅、铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续测定	84
实验 3.3	白酒中甲醛含量的测定	86
实验 3.4	硅酸盐水泥中 Fe、Al、Ca、Mg、Si 的测定	88
实验 3.5	化工厂污水中化学需氧量的测定	92
实验 3.6	离子交换法分离 Co^{2+} 和 Ni^{2+} 并用滴定法测其含量	96
实验 3.7	间接碘量法测定铜合金的铜	99
实验 3.8	铁矿石中铁含量的测定	102
实验 3.9	苯酚含量的测定	105
实验 3.10	有机酸摩尔质量的测定	108
实验 3.11	食醋总酸度的测定	110
实验 3.12	催化剂中铝含量的测定	112
实验 3.13	石灰石中钙含量的测定	114



实验 3.14 碘量法测定葡萄糖	117
4 提高实验	120
实验 4.1 邻二氮菲分光光度法测定铁	120
实验 4.2 钼蓝光度法测定钢铁中的磷——磷钼蓝光度法测定钢铁中磷的改进 ...	122
实验 4.3 特种蜡酸值测定方法探讨	124
实验 4.4 微波消解-分光光度法测定石油焦中的钒	125
实验 4.5 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成及其组成测定与性质	127
实验 4.6 蛋壳中 Ca、Mg 含量的测定——配位滴定法测定蛋壳中 Ca、Mg 总量 ...	130
实验 4.7 特种蜡皂化酸值测定方法探讨	132
实验 4.8 金属铬化学分析方法 EDTA 容量法测定铝(国标)	133
实验 4.9 磺基水杨酸光度法测定铁	135
实验 4.10 化学试剂还原高锰酸钾物质测定通则	137
实验 4.11 饮用水中氟含量的测定	138
实验 4.12 分光光度计的性能检验	139
实验 4.13 药物中微量铁的测定	141
实验 4.14 吸收曲线的测绘及吸光系数的测定	142
实验 4.15 标准曲线法测定芦丁含量	143
实验 4.16 维生素 B ₁₂ 注射液的定性鉴别与定量分析	145
实验 4.17 双波长分光光度法测定安钠咖注射液中咖啡因的含量	146
实验 4.18 导数光谱法测定安钠咖注射液中咖啡因的含量	148
实验 4.19 银黄口服液中黄芩苷和绿原酸含量的测定	149
实验 4.20 原子吸收法测定感冒冲剂中的铜	150
实验 4.21 气相色谱的载气流速与理论塔板高度的关系	152
实验 4.22 气相色谱法测定醇的同系物	153
实验 4.23 柱色谱法测定氧化铝活度	155
实验 4.24 纸色谱法分离氨基酸	157
实验 4.25 薄层色谱法测定甜叶菊苷含量	158
实验 4.26 双波长薄层色谱扫描法测定甲基红含量	160
实验 4.27 菠菜叶色素的分离(综合性实验)	162
实验 4.28 槐花米中芦丁的色谱分离和鉴定(综合性实验)	164
5 设计性实验	168
5.1 目的和要求	168
5.2 去离子水制备及水质检验	168
5.3 金银花中绿原酸的薄层色谱鉴别	169
5.4 设计实验题目	170

附录 A 相对原子质量表(2005 年)	171
附录 B 常用化合物的相对分子质量表	172
附录 C 常用酸碱溶液的配制	174
附录 D 常用指示剂	175
附录 E 常用缓冲溶液	177
附录 F 常用基准物及其干燥条件	178
附录 G 常用洗涤剂	179
附录 H 常用酸碱试剂的密度、含量和近似浓度	180
附录 I 溶解无机样品的数种典型方法	181
附录 J 定量化学分析仪器清单	182
附录 K 滴定分析实验操作(NaOH 溶液浓度的标定)考查表	183
参考文献	185

分析化学实验知识

1.1 分析化学实验的基本要求

分析化学实验是一门实践性很强的学科,分析化学实验与分析化学理论教学紧密结合,是化工、环境、生物、医药等专业的基础课程之一。实验教学最重要的任务是发展学生查阅、动手、思维、想象和表达能力,是在教师指导下进行的一种特殊形式的科学实践活动,是学生走向社会独立进行科学实践的预演,重点是培养学生观察问题、分析问题和解决问题的能力,加强学生对“量”的概念的认识。学生通过分析化学实验的学习,可以加深对分析化学基本概念和基本理论的理解;在学习过程中,学生应对具体的实验过程首先有一个直观、感性的认识,在此基础上通过认真、严格、细致的操作练习,正确和熟练地掌握分析化学实验基本操作,学习分析化学实验的基本知识,掌握典型的化学分析方法;树立“量”的概念,运用误差理论和分析化学理论知识,找出实验中影响分析结果的关键环节,在实验中做到心中有数、统筹安排,学会正确合理地选择实验条件和实验仪器,正确处理实验数据,以保证实验结果准确可靠;培养良好的实验习惯、实事求是的科学态度、严谨细致的工作作风、坚韧不拔的科学品质;锻炼独立从事科学实践的能力,提高观察、分析和解决问题的能力,为学习后续课程和将来参加工作打下良好的基础。为了达到上述目的,对分析化学实验课提出以下基本要求:

(1) 每次实验课前,应提前进入实验室,检查实验设施,熟悉药品摆放情况,准备试剂、试样。

(2) 实验过程中,应听从教师指导,随时纠正不规范的操作。实验结束后,要注意核对数据记录,清理好实验台,检查水、电、气、门窗、钥匙柜是否关好,数据记录要由教师签字,经检查合格后方可离开。

(3) 课前必须认真预习。每次实验前,必须明确实验目的和要求,理解实验原理,了解实验步骤和注意事项,探寻影响实验结果的关键环节,做好必要的预习笔记,做到心中有数,未预习者不得进行实验。

(4) 实验开始后,要认真地学习有关分析方法的基本操作技术,在教师的指导下正确使用仪器,要严格按照规范进行操作,仔细观察和详细、忠实记录实验条件和实验中发生的各种实验现象,记录的原始数据不得随意涂改(不能用铅笔记)。数据记录在专用的、预先编好页码的实验记录本上。如有疑问可与同组同学进行现场讨论,也可与指导教师探讨,必要时可重做实验,最后经指导教师认可,方能结束实验。

(5) 认真、及时写好实验报告。撰写实验报告是分析化学实验的重要环节,根据实验记

录进行认真整理、分析、归纳、计算,并及时写好实验报告。报告的内容除了实验名称、实验日期、实验原理、主要试剂和仪器及其工作条件、实验步骤、实验数据及其分析处理、实验结果等常规内容外,还应包括对该实验的总结与讨论、对少数实验异常现象的解释分析。实验报告应简明扼要,图表清晰。

(6) 遵守实验室的各项规章制度,注意安全。了解“消防设施”和“安全通道”的位置。树立环境保护意识,实验中要注意节约。尽量降低化学物质(特别是有毒有害试剂以及洗液、洗衣粉等)的消耗,安全使用电、水和有毒或腐蚀性的试剂。每次实验结束后,应将所用的试剂及仪器复原,清洗好用过的器皿,整理好实验室。

(7) 保持室内安静、整洁,实验台面保持清洁,仪器和试剂按照规定摆放,做到整齐有序。爱护实验仪器,实验中如发现仪器工作不正常,应及时报告教师处理。爱护公共设施,树立良好的公德。

1.2 分析化学实验须知

分析化学的目的就是准确测定物质含量,分析化学实验是定量实验,因此在实验中一切操作和计算都要围绕“量”的概念进行,这和无机化学中很多定性的反应不同,这一观念首先要转变过来。比如称重,在无机化学中用托盘天平,精度只有 0.1g,实际上是粗略的质量,在分析化学中称取准确质量采用的是分析天平,精度达到 0.1mg,相差 1000 倍;再比如在无机化学中,量取溶液用的量筒精度只有 0.1mL,这在分析化学中是不行的。分析化学中准确量取体积的容器主要有三种,即滴定管、移液管和容量瓶,它们的精度都达到 0.01mL,比如滴定管的读数,23.10mL,不能记为 23.1mL,因为作为数据,它们的精度是不同的,前者表示数据在 23.095~23.104mL 之间,后者表示在 23.05~23.14mL 之间,差别很大。有了准确的质量和体积,溶液的浓度也就准确了,一般达到分析化学上要求的准确数据,是指至少具有四位有效数字的数据。

分析化学对于结果准确度的要求也是非常高的,一般要求误差小于 0.1% 或 0.2%,也就是说如果准确的滴定结果是 25.00mL,那么在 24.95~25.05mL 之间才达到要求(以 0.2% 计),也就是只允许比准确值多一滴或者少一滴(一滴以 0.05mL 计)。这就是为什么要求在滴定时一定要一滴一滴地进行,而不能急躁盲目地加快滴定速度,因为一不小心误差就会是 0.5%,2%,甚至更高!

有的同学觉得一滴一滴地进行滴定,速度可能比较慢。这里做一个简单计算。假设一分钟能滴 30 滴,则 20.00mL 溶液需要 15min 左右才能滴定完成,但是数据精确度高,三个平行实验一个小时就能结束。如果滴定速度过快,待发现变色后可能已经过量很多滴,误差就大了,这样就会一次又一次反复操作,欲速则不达。当然具体滴定过程中,有经验的同学往往会做到又快又好,这就要求首先熟悉指示剂的变色规律,往往在接近终点时候,在溶液滴入的地方局部变色,摇晃后褪去,当颜色褪去越来越慢时,也就是终点逼近的时候,这时候一定要一滴一滴地进行,前面则可以适当加快;还有一种方法是试滴,第一次不要求得到数据,快速滴定以掌握大致的变色体积,后续实验再先快后慢。

由于在实验中往往不知道准确值,可以用相对平均偏差来衡量数据的精密度,精密度是保证准确度的前提。一般滴定要求至少有 3 次数据(个别情况下只有 2 次数据的,则计算相

对差值),由于是平行实验,所以理论上结果应该完全一致,但由于偶然误差,会造成数据有微小差别,这个差别越小,代表测量过程操作越精确,滴定结果越可信,一般要求相对平均偏差小于0.2%(比如结果是19.94,20.00,20.06,相对平均偏差就为0.2%)。第一次进行分析滴定操作,不大可能马上就能到达要求,通过不断的训练,偏差会越来越小,最后都可以达到这一要求,这也体现了分析化学实验对同学们的锻炼,就是培养认真细致的科学态度。

滴定的主要器具是酸碱滴定管。酸式滴定管主要通过玻璃旋塞的位置控制滴定速度,有的同学实验失败,不是不知道要一滴一滴地滴,而是控制不好,前面滴快了,后面收不住,因此在前面不要一味求快,可以训练调控滴定速度,达到收放自如的程度。酸式滴定管容易漏水,应取下旋塞,擦干,涂抹凡士林,切忌堵塞中孔。碱式滴定管下端是乳胶管,中有玻璃珠,捏乳胶管产生缝隙。加溶液时,一定要从蝴蝶夹上取下滴定管,直接用试剂瓶加,不能借助其他工具。滴定开始的体积要在起点附近,保证每次起始或终点位置接近,避免滴定管刻度系统误差。读数时也要取下滴定管,用手持上端,滴定管下垂,视线与液面低处平齐,如是深色溶液,也可与上缘平齐。滴定时,将滴定管位置放正夹牢,靠近身体,左手控制滴定管,右手提起锥形瓶2~3cm,使得滴定管尖嘴伸入瓶口1cm,右手用腕力以滴定管为中心匀速圆周摇动。

分析化学的实验报告,要求数据记录规范,有效数字不能随意增减,计算公式要列出,注意有效数字运算法则。平行实验一定要计算相对平均偏差(或相对差值),达不到要求必须重做。

分析化学实验对操作的要求很高,处处要注意,时时要小心,还有很多的注意事项和基本操作在这里没有说到,需要在具体实验的过程中体会、掌握、熟悉、提高。

下述个人器具在实验中不得相互混用,如有破损应及时向教师汇报,实验结束后清洗干净收入柜中(编号器具除外)。

试剂瓶:1L 8个(给不同班级同学用,千万不能将有溶液的试剂瓶倒掉溶液自用)

烧杯:400mL 2个,250mL 2个,100mL 2个

量筒:100mL 1个,10mL 1个

锥形瓶:250mL 3个

碘量瓶:250mL 2个(有磨口玻璃塞,不得作为普通锥形瓶使用)

洗瓶1个,洗耳球1个,玻璃棒2根,滴管2支,表面皿2个,漏斗1个

酸碱滴定管各1(编号,平时置于蝴蝶夹上)

25.00mL 移液管1只(编号,集中放置于移液管架上)

容量瓶:250mL 2只(编号,放置于桌面上)

1.3 化学试剂及溶液的配制

1.3.1 化学试剂

化学试剂(chemical reagent)是进行化学研究、成分分析的相对标准物质,是科技进步的重要条件,广泛用于物质的合成、分离、定性和定量分析,可以说是化学工作者的眼睛。在工厂、学校、医院和研究所的日常工作中,都离不开化学试剂。早期的化学试剂是指“化学分

析和化学实验中为测定物质的组分或组成而使用的纯粹的化学药品”,目前的化学试剂是指在化学实验、化学分析、化学研究及其他实验中使用的各种纯度等级的化合物或单质。

1. 化学试剂的分类

世界各国对化学试剂的分类和级别的标准各不相同,每个国家都有自己的国家标准或其他标准,包括部颁标准、行业标准等。一般来说,化学试剂的分类基本上是按照用途或科学性划分的,国外 20 世纪 80 年代增添了不少新门类。德国伊默克(E. Merck)公司将化学试剂分为 20 大类 88 小类。美国贝克(J. T. Baker)公司则有 75 个大类,124 个小类。随着科学技术的发展,化学试剂的品种日益繁多,门类划分的趋势越来越细,而且达到品种系列化、配套化。国际纯粹化学与应用化学联合会(IUPAC)对化学标准物质的分类也有规定,见表 1-1。

表 1-1 IUPAC 对化学标准物质的分类

A 级	原子量标准
B 级	基准物质
C 级	质量分数为 $(100 \pm 0.02)\%$ 的标准物质
D 级	质量分数为 $(100 \pm 0.05)\%$ 的标准物质
E 级	以 C 级和 D 级试剂为标准进行的对比测定所得的纯度或相当于这种纯度的试剂,比 D 级的纯度低

表中 C 级和 D 级为滴定分析标准试剂,E 级为一般试剂,一般分析实验不用。

我国生产的化学试剂按照药品中杂质含量的多少,分为优级纯、分析纯、化学纯、实验纯、生物试剂 5 个级别(见表 1-2),按照中华人民共和国国家标准和原化工部部颁标准,共计 225 种。这 225 种化学试剂以标准的形式,规定了我国的化学试剂含量的基础。其他化学品的含量测定都是以此为基准,通过测定来确定其含量。

表 1-2 化学试剂的分类

质量级别	英文缩写	瓶签颜色
优级纯	GR	绿
分析纯	AR	红
化学纯	CP	蓝
实验纯	LR	黄或棕
生物试剂	BR	咖啡或玫红

表 1-2 所列是常见试剂的质量级别,除此之外还有很多分类级别,这里就不一一列出,在化学实验中应根据不同的实验要求选用不同级别的化学试剂,在分析化学实验中一般选用分析纯试剂。

另外,由于科学技术的不断发展,对化学试剂纯度的要求也越来越高,出现了许多特殊用途的化学试剂。例如,以符号 SSS、AAS、NMR 等表示的光谱纯试剂;以符号 GLC、GSC、GC、TLC 等表示的色谱纯试剂;以符号 BC、BS、FMB 等表示的生化试剂等。

2. 化学试剂的保存

化学试剂的保存主要应注意防潮、防挥发、防光、防变质、防毒害、防震,防火等,针对防

潮最常用的措施是将盛装药品的试剂瓶放入干燥器中保存；防挥发可采用的方法有油封、水封和蜡封等；防光主要是针对一些见光易分解的化学试剂的保存，例如硝酸银、浓硝酸、高锰酸钾及大部分有机试剂应放在棕色的试剂瓶中。防变质主要是防止化学试剂风化、分解、氧化等；防毒害是针对有毒、强酸碱等类的化学试剂应放入地下室保存，并贴上红色标签，以示警戒。

化学试剂分装时，一般习惯是固体试剂放在广口瓶中，液体试剂或溶液放在细口瓶或者带有滴管的滴瓶中。试剂瓶上贴上标签，写明试剂的名称、规格或浓度以及配制日期等，标签外涂蜡或蒙上透明胶纸保护。

3. 化学试剂的取用规则

试剂在使用的过程中一定要防止污染，取用试剂后，必须立即将瓶塞塞好，将试剂瓶放回原处，并使瓶上标签朝外，方便其他使用者取用。针对不同存在状态的药品取用规则不同，具体取用规则如下。

1) 固体药品的取用

首先，实验室应准备干燥、洁净的药匙（塑料、牛角或不锈钢制），保证专匙专用，用过的药匙必须清洗擦干后方可再次使用。其次，取用药品前，一定要看清标签，避免取错药品；取用药品时，打开瓶盖和瓶塞，如果瓶塞顶是扁平的，瓶塞取出后可倒放在桌上，如果瓶塞顶不是平的，可用食指和中指（或中指和无名指）将瓶塞夹住，或放在清洁的表面皿上，不可横置在桌上；取药品过程中，手不能接触化学试剂，保证用多少取多少，不浪费药品，取出的药品不能放回原瓶中，应妥善处理，例如可以给同实验的其他同学使用。最后，取用完成后一定要把瓶塞塞紧、盖严，杜绝盖错瓶塞。

取用有毒的药品应在教师的指导下进行。

2) 液体药品的取用

液体试剂一般可用滴管、量筒、移液管、吸量管取用。滴瓶上的滴管应专瓶专用，不能与其他滴管搞错。使用后应立即插回原来的滴瓶中，不得把沾有液体试剂的滴管横置或将滴管口向上斜放，以免液体流入滴管的乳胶头而造成沾污。

用滴管将液体滴入所用的容器时，应用左手垂直地拿住盛接容器，右手持滴管乳胶头将滴管口放在容器口的正中上方，然后挤捏乳胶头，使液体滴入容器中。绝不可将滴管伸入容器中，否则滴管口易碰到容器壁而沾附其他液体，如果再将此滴管放入试剂瓶中，则会沾污该瓶中的试剂。

从细口瓶中取用液体试剂一般采用直接倾倒法，瓶塞取下后倒放在实验桌面上，需要定量移取的液体药品，可以用量筒、移液管、吸量管等（移液管和吸量管的使用将在后面介绍）。用量筒量取液体试剂时，应用左手拿住量筒，右手拿起试剂瓶，并注意瓶上的标签朝向手心，瓶口紧靠筒口边缘，慢慢注入液体到所需要的刻度处，然后将试剂瓶口在容器上靠一下，再慢慢竖起瓶子，防止遗留在瓶口的试液流到瓶的外壁上，读数时视线应与液面保持在同一水平上。如果不慎倒出了过多的液体，只能弃去或给其他人使用，不得倒回原瓶中。

取用浓酸（浓碱）等腐蚀性试剂时，要防止液体溅到眼睛、皮肤或衣服上。如果酸、碱等洒在桌上，应立即用湿布擦去，如果溅到眼睛或皮肤上，要立即用大量清水冲洗，并及时就医。

1.3.2 溶液的配制

1. 试剂溶液浓度的表示方法

试剂溶液浓度的表示方法有如下几种。

(1) 物质的量浓度($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$): $c = n/V$, 分析化学中常用物质的量浓度表示溶液的浓度。

(2) 体积分数: 体积分数是溶质的体积在总体积中所占的百分数。

(3) 体积比: 如 1 : 1、1 : 2、2 : 3 等, 左边的数字表示原装液体试剂的体积份数, 右边的数字表示溶剂体积份数。

(4) 滴定度($\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$): 在分析化学中, 滴定度指与每毫升标准溶液相当的被测组分的质量, 用 T 表示。

2. 试剂溶液的配制

分析化学中所用的试剂溶液都应以蒸馏水或者去离子水配制。

1) 配制溶液的操作要点

(1) 在托盘天平上粗称出一定质量的固体试剂, 放入烧杯中, 先加入少量水溶解, 然后稀释至所需的体积。搅匀后, 用玻璃棒引流, 转移到试剂瓶中。最后贴上标签, 注明试剂的名称、浓度及配制日期。

(2) 试剂为液体时, 如在稀释时有放热现象, 用量器(量筒或量杯)取出后, 先在烧杯中稀释至所需体积并冷却后, 再转入试剂瓶中。如所取试剂在稀释时无放热现象, 也可取一定体积的试剂, 直接放入试剂瓶中, 用水稀释至应有的体积, 摇匀。最后贴上标签, 注明试剂的名称、浓度及配制日期。

2) 标准溶液的配制和标定

滴定分析中常用的标准溶液有两种配制方法。

(1) 直接法。根据所需滴定液的浓度, 计算出基准物质的质量, 准确称取, 溶解后置于量瓶中, 经过定容配成一定体积的溶液, 根据基准物质的质量和溶液体积, 即可计算出标准溶液的准确浓度。

如配制滴定液的物质很纯(基准物质), 且有恒定的分子式, 称取时及配制后性质稳定等, 可直接配制, 根据基准物质的质量和溶液体积, 计算溶液的浓度, 但在多数情况下是不可能的。

较稀的标准溶液可由较浓的标准溶液稀释而成。浓度较小的溶液配制时所需的试剂质量较小, 在一般分析天平上无法准确称量, 称量误差大。所以常常采用先配制储备标准溶液, 然后再稀释至所要求的标准溶液浓度的方法。由储备液配制成所需溶液时, 原则上只稀释一次, 必要时可稀释二次。稀释次数太多, 累积误差太大, 影响分析结果的准确度。

(2) 标定法。根据所需滴定液的浓度, 计算并称取一定质量的试剂, 溶解或稀释成一定体积, 并进行标定, 计算滴定液的浓度。例如有些物质因吸湿性强, 不稳定, 常不能准确称量, 可先将其配制成一种近似于所需浓度的溶液, 然后用基准物质(或已知准确浓度的标准溶液)标定, 以求得准确浓度。大多数化学试剂不能直接用来配制准确浓度的标准溶液, 必

须用标定法配成标准溶液。

3) 一般溶液的配制及保存方法

配制溶液时,应根据对溶液浓度的准确度的要求,确定药品在哪一级天平上称量、记录时应记准至几位有效数字、配制好的溶液应选择的盛装容器等。该准确时就应该很严格,允许误差大些的就可以不那么严格。这些“量”的概念要很明确,否则就会导致错误。如配制 $0.1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液需在台秤上称 25g 固体试剂,如在分析天平上称取试剂,反而是不必要的。配制及保存溶液时可遵循下列原则:

(1) 经常并大量用的溶液,可先配制浓度约大 10 倍的储备液,使用时取储备液稀释 10 倍即可。

(2) 易侵蚀或腐蚀玻璃的溶液,不能盛放在玻璃瓶内,如含氟的盐类、氢氧化钠等强碱性的试剂应保存在聚乙烯塑料瓶中。

(3) 易挥发、光照易分解的试剂及溶液,有机溶剂等均应存放在棕色瓶中,密封好放在暗处阴凉地方,避免光的照射。

(4) 配制溶液时,要合理选择试剂的级别,不许超规格使用试剂,以免造成浪费。

(5) 配好的溶液盛装在试剂瓶中,贴好标签,在标签上注明溶液的名称、浓度以及配制日期等。

1.3.3 分析化学实验试样分解方法简介

在实际分析工作中,除干法分析外,通常要先将试样分解,把待测组分定量转入溶液后再进行测定。在分解试样的过程中,应遵循以下几个原则:①试样的分解必须完全;②在分解试样的过程中,待测组分不能有损失;③不能引入待测组分和干扰物质。根据试样的性质和测定方法的不同,常用的分解方法有溶解法、熔融法和干式灰化法等。

1. 溶解法

采用适当的溶剂,将试样溶解后制成溶液的方法,称为溶解法。常用的溶剂有水、酸和碱等。

1) 水溶法

对于可溶性的无机盐,可直接用蒸馏水溶解制成溶液。

2) 酸溶法

多种无机酸及混合酸常用作溶解试样的溶剂。利用这些酸的酸性、氧化性及配位性,使被测组分转入溶液。常用的酸有以下几种。

(1) 盐酸(HCl): 大多数氯化物均溶于水,电位序在氢之前的金属及大多数金属氧化物和碳酸盐都可溶于盐酸中,另外, Cl^- 还具有一定的还原性,并可与很多金属离子生成配离子而利于试样的溶解。常用来溶解赤铁矿(Fe_2O_3)、辉锑矿(Sb_2S_3)、碳酸盐、软锰矿(MnO_2)等样品。

(2) 硝酸(HNO_3): 硝酸具有较强的氧化性,几乎所有的硝酸盐都溶于水,除 Pt、Au 和某些稀有金属外,浓硝酸几乎能溶解所有的金属及其合金。Fe、Al、Cr 等会被硝酸钝化,溶解时加入非氧化酸(如盐酸)除去氧化膜即可很好地溶解。几乎所有的硫化物也都可被硝酸

溶解,但应先加入盐酸,使硫以 H_2S 的形式挥发出去,以免单质硫将试样裹包,影响分解。

(3) 硫酸(H_2SO_4): 除 Ca、Sr、Ba、Pb 外,其他金属的硫酸盐都溶于水。热的浓硫酸具有很强的氧化性和脱水性,常用于分解 Fe、Co、Ni 等金属和 Al、Be、Sb、Mn、Th、U、Ti 等金属合金以及分解土壤等样品中的有机物等。硫酸的沸点较高(338°C),当硝酸、盐酸、氢氟酸等低沸点酸的阴离子对测定有干扰时,常加硫酸并蒸发至冒白烟(SO_3)来驱除。

(4) 磷酸(H_3PO_4): 磷酸根具有很强的配位能力,因此,几乎 90% 的矿石都能溶于磷酸。包括许多不溶于其他酸的铬铁矿、钛铁矿、铌铁矿、金红石等,对含有高碳、高铬、高钨的合金也能很好地溶解。单独使用磷酸溶解时,一般应控制在 $500\sim 600^\circ\text{C}$ 、5min 以内。若温度过高、时间过长,会析出焦磷酸盐难溶物、生成聚硅磷酸粘结于器皿底部,同时也腐蚀了玻璃。

(5) 高氯酸(HClO_4): 热的浓高氯酸具有很强的氧化性,能迅速溶解钢铁和各种铝合金。能将 Cr、V、S 等元素氧化成最高价态。高氯酸的沸点为 203°C ,蒸发至冒烟时,可驱除低沸点的酸,残渣易溶于水。高氯酸也常作为重量法中测定 SiO_2 的脱水剂。使用 HClO_4 时,应避免与有机物接触,以免发生爆炸。

(6) 氢氟酸(HF): 氢氟酸的酸性很弱,但 F^- 的配位能力很强,能与 Fe(III) 、 Al(III) 、 Ti(IV) 、 Zr(IV) 、 W(V) 、 Nb(V) 、 Ta(V) 、 U(VI) 等离子形成配离子而溶于水,并可与硅形成 SiF_4 而逸出。

3) 混合酸溶法

(1) 王水: HNO_3 与 HCl 按 1:3(体积比)混合。由于硝酸的氧化性和盐酸的配位性,使其具有更好的溶解能力。能溶解 Pb、Pt、Au、Mo、W 等金属和 Bi、Ni、Cu、Ga、In、U、V 等合金,也常用于溶解 Fe、Co、Ni、Bi、Cu、Pb、Sb、Hg、As、Mo 等的硫化物和 Se、Sb 等矿石。

(2) 逆王水: HNO_3 与 HCl 按 3:1(体积比)混合。可分解 Ag、Hg、Mo 等金属及 Fe、Mn、Ge 的硫化物。浓 HCl 、浓 HNO_3 、浓 H_2SO_4 的混合物,称为硫王水,可溶解含硅量较大的矿石和铝合金。

(3) $\text{HF} + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{HClO}_4$: 可分解 Cr、Mo、W、Zr、Nb、Ti 等金属及其合金,也可分解硅酸盐、钛铁矿、粉煤灰及土壤等样品。

(4) $\text{HF} + \text{HNO}_3$: 常用于分解硅化物、氧化物、硼化物和氮化物等。

(5) $\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{H}_2\text{O}$: 可用于油料、粮食、植物等样品的消解。一般是将 H_2SO_4 : H_2O_2 : H_2O 按 2:1:3(体积比)混合。若加入少量的 CuSO_4 、 K_2SO_4 和硒粉作催化剂,可使消解更为快速完全。

(6) $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4 + \text{HClO}_4$ (少量): 常用于分解铬矿石及一些生物样品,如动、植物组织、尿液、粪便和毛发等。

(7) $\text{HCl} + \text{SnCl}_2$: 主要用于分解褐铁矿、赤铁矿及磁铁矿等。

4) 碱溶法

碱溶法的主要溶剂为 NaOH 、 KOH 或加入少量的 Na_2O_2 、 K_2O_2 。常用来溶解两性金属,如 Al、Zn 及其合金以及它们的氢氧化物或氧化物,也可用于溶解酸性氧化物如 MoO_3 、 WO_3 等。

2. 熔融法

熔融法是将试样与酸性或碱性熔剂混合,利用高温下试样与熔剂发生的多相反应,使试