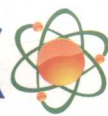


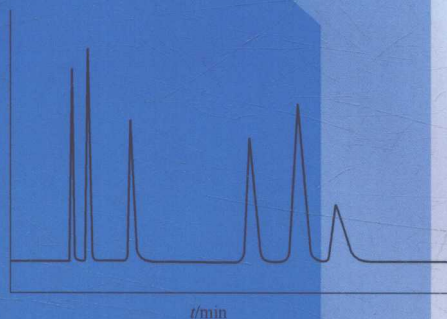
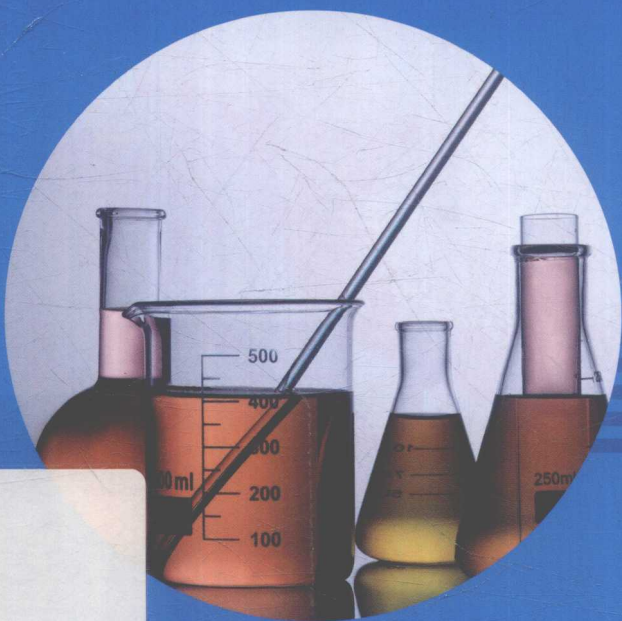
高等学校“十三五”规划教材



分析化学实验

FENXI HUAXUE SHIYAN

◎ 李红英 全晓塞 主编



化学工业出版社

高等学校“十三五”规划教材



分析化学实验

FENXI HUAXUE SHIYAN

李红英 全晓塞 主编

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社

化学工业出版社



化学工业出版社

· 北京 ·

本书在总结多年实验教学经验基础上编写而成。全书包括十一章：分析化学实验基本知识、定量分析仪器及基本操作、仪器分析设备及操作方法、酸碱滴定实验、配位滴定实验、氧化还原滴定实验、沉淀滴定与重量分析法实验、光学分析法实验、电化学分析法实验、色谱分析法实验、综合性和设计性实验，涵盖了定量化学分析实验和仪器分析实验的内容。

本书内容丰富，兼顾了化学、化工专业及非化学但以化学为基础课专业的需要，可作为高等院校基础化学实验教材，也可供高等院校教师、实验技术人员等参考使用。

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验/李红英，全晓塞主编. —北京：化学工业出版社，2018.1

ISBN 978-7-122-31176-4

I. ①分… II. ①李… ②全… 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 (2017) 第 307750 号

责任编辑：傅聪智

文字编辑：向 东

责任校对：宋 夏

装帧设计：刘丽华

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：三河市航远印刷有限公司

装 订：三河市宇新装订厂

710mm×1000mm 1/16 印张 12 字数 237 千字 2018 年 3 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：28.00 元

版权所有 违者必究

前言

分析化学实验课程是化学、化工类及相关专业的主要基础课程之一,通过该课程学习可使学生进一步加深对分析化学理论和知识的理解,掌握基本实验技能和各类现代分析仪器的使用方法,树立严格的“量”和实事求是的科学态度,提高分析问题和解决问题的能力。

本教材涵盖了定量分析化学实验和仪器分析实验的内容,主要包括分析化学实验基本知识,定量分析和仪器分析设备及基本操作,分析化学实验等内容。密切配合《分析化学》理论课程教学,既考虑到与课堂内容的衔接,又具备实验教材的完整性与独立性。实验的编写注重启发性和研究性,在每个实验正文后都编写了思考题,目的是帮助学生通过预习思考,带着问题进入实验室去寻找和验证答案。

在教材的编写过程中,对实验内容及实验的难易程度进行了认真甄选和把握,共编选分析化学实验 46 个及设计性实验选题 17 个,在教学中可根据实际情况对教材内容灵活选用。

在编写过程中,得到了宁夏大学化工学院分析学科组常璇等同志的帮助和大力支持,特此致谢。本教材的出版得到了化学工程与技术一流学科(编号:NXYLXK201704)资助,同时得到宁夏“西部一流专业”专业建设项目及化学国家级实验教学示范中心(宁夏大学)的支持,谨致谢意。

由于编者水平所限,书中难免存在不足之处,恳请读者批评指正。

编者

2017 年 9 月

第一章 分析化学实验基本知识

001

第一节	分析化学实验的基本目的和要求	001
第二节	实验误差与数据处理	002
第三节	分析实验室用水的规格、制备及贮存方法	007
第四节	常用试剂的规格及试剂的使用和保存	008
第五节	化学实验室的安全知识	010

第二章 定量分析仪器及基本操作

014

第一节	滴定分析法仪器及操作方法	014
第二节	沉淀重量分析法仪器及操作方法	020
第三节	电子分析天平的使用	025

第三章 仪器分析设备及操作方法

029

第一节	光学分析法仪器及操作方法	029
第二节	色谱分析法仪器及操作方法	040
第三节	电化学分析法仪器及操作方法	047

第四章 酸碱滴定实验

054

实验一	酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	054
实验二	有机酸摩尔质量测定	057
实验三	食醋总酸量的测定	059
实验四	工业纯碱中总碱度的测定	061
实验五	阿司匹林片剂中有效成分含量的测定	064
实验六	蛋壳中 CaCO_3 含量的测定	066

第五章 配位滴定实验

068

实验一	EDTA 的配制与标定	068
-----	-------------	-----

实验二	自来水总硬度的测定	071
实验三	牛奶中钙含量的测定	074
实验四	葡萄糖酸锌片中葡萄糖酸锌质量分数的测定	076
实验五	胃舒平药片中铝和镁含量的测定	078
实验六	混合溶液中铋、铅含量的连续测定	081

第六章 氧化还原滴定实验

083

实验一	过氧化氢含量的测定	083
实验二	重铬酸钾含量的测定	086
实验三	重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量	088
实验四	间接碘量法测定胆矾中铜的含量	090
实验五	维生素 C 药片中维生素 C 含量的测定	092

第七章 沉淀滴定与重量分析法实验

094

实验一	生理盐水中氯化钠含量的测定(莫尔法)	094
实验二	二水合氯化钡中钡含量的测定(微波干燥重量法)	096

第八章 光学分析法实验

099

第一部分	分子光谱法实验	099
实验一	邻二氮菲分光光度法测定铁的条件实验和试样中铁含量的测定	099
实验二	分光光度法测定混合液中 MnO_4^- 和 Cr^{6+} 的含量	103
实验三	过硫酸铵氧化分光光度法测定黄铜中的微量锰	105
实验四	维生素 B_{12} 针剂的定性分析与定量分析	108
实验五	紫外分光光度法测定复方新诺明的主要成分	110
实验六	紫外差值光谱法测定废水中的微量酚	113
实验七	红外光谱法测定简单有机化合物的结构	115
实验八	红外光谱法测定苯甲酸、水杨酸、苯甲酸乙酯和未知物	116
第二部分	原子光谱法实验	119
实验九	原子吸收分光光度法测定自来水中钙、镁的含量	119
实验十	原子吸收分光光度法测定黄酒中铜和镉的含量	122
实验十一	原子吸收分光光度法测定毛发中锌的含量	125

第九章 电化学分析法实验

128

实验一	直接电位法测定废水的 pH 值	128
实验二	电导法测定水质纯度	130

实验三	酸牛乳总酸度的测定	132
实验四	氟离子选择性电极测定含氟牙膏中的氟含量	134
实验五	库仑滴定法测定维生素 C	136

第十章 色谱分析法实验

139

实验一	气相色谱法分析苯系物	139
实验二	气相色谱法测定白酒中甲醇的含量	142
实验三	白酒中乙酸乙酯的气相色谱分析	144
实验四	高效液相色谱法测定甲硝唑含量	146
实验五	饮料中添加剂苯甲酸钠、山梨酸钾、糖精钠的测定	149
实验六	液相色谱外标法测定蔬菜中的维生素含量	152

第十一章 综合性和设计性实验

154

第一部分	综合性实验	154
实验一	甲基橙的合成、pH 变色域的确定及离解常数的测定	154
实验二	枸杞籽中多糖的提取和含量测定	161
实验三	乙二胺四乙酸铁钠的制备及组成测定	163
实验四	槐米中芦丁的提取、结晶与含量测定	166
实验五	蔬菜中叶绿素的提取、分离和测定	170
第二部分	设计性实验选题	173

附录

175

附录 1	常用酸碱指示剂变色范围及配制方法 (18~25℃)	175
附录 2	酸碱混合指示剂	175
附录 3	氧化还原指示剂	176
附录 4	金属离子指示剂	176
附录 5	常用浓酸、浓碱的密度和浓度	177
附录 6	缓冲溶液的 pH 值与温度关系对照表	177
附录 7	元素的原子量 (2005 年国际原子量)	178
附录 8	常用化合物的分子量	180

参考文献

183

第一章

分析化学实验基本知识

第一节 分析化学实验的基本目的和要求

分析化学实验是化学、化工类及相关专业重要的基础课程之一，它与分析化学理论课程联系紧密，但又是一门独立的课程。做好实验是完整掌握这门课程的重要环节。通过分析化学实验课程的学习，可以使學生进一步巩固和加深对分析化学基本理论和概念的理解，树立严格的“量”的概念。学生应正确、熟练地掌握分析化学实验的基本操作技术和仪器基本使用方法。通过设计实验和综合实验的学习，培养实际动手能力和探索创新精神，使学生在理论与实践相结合的过程中不断提高分析问题和解决问题的能力，培养严谨的科学态度、实事求是的工作作风。鉴于此，对分析化学实验课提出以下要求：

(1) 实验课前必须认真预习，了解实验原理、实验步骤和注意事项。了解实验中有关分析仪器的结构和工作原理，做到心中有数。实验前可以先写好实验报告的部分内容，列好表格，查好实验所需有关数据，以便实验时及时、准确地记录和数据处理数据。

(2) 实验课开始时应认真阅读“实验室使用规则”，熟悉实验室安全常识，遵守实验室各项制度。节约使用试剂、纯水等实验用品，尽量避免因误取试剂而造成浪费和实验失败。实验过程中还要树立环保意识，在能保证实验准确度的要求下，尽量降低化学物质（特别是有害试剂及洗涤剂）的消耗。

(3) 实验过程中应严格按照操作规范进行实验，尤其是涉及大型分析仪器时。学习并掌握实验中的各种基本操作和技能，掌握各类仪器基本使用方法。仔细观察实验现象并尝试运用所学理论知识进行解释。

(4) 实验数据，尤其是各种测量的原始数据，必须随时记录在专用的、预先编好页码的实验记录本上，不得记在其他任何地方，不得涂改原始实验数据。

(5) 实验报告一般在实验室完成，离开实验室前交给实验指导教师。实验报告

格式要规范,或按指导教师的要求书写。若当堂不能完成实验报告,告知老师后尽快完成,及时递交。实验报告一般包括题目、日期、实验目的、简单实验原理、原始记录、结果(附计算公式)和讨论及思考题解答。实验报告中特别要注意有效数字及其运算规则的使用。

(6) 实验课开始和期末应按照清单认真清点自己使用的一套仪器。实验中损坏和遗失的仪器要及时去“实验准备室”登记和补充,按有关规定进行赔偿。

(7) 实验完毕后,将玻璃容器洗净,公用设备放回原处,把实验台和药品架整理干净,清扫实验室。最后检查门、窗、水、电、气是否关好。

第二节 实验误差与数据处理

一、误差与偏差

1. 误差

测量值与真实值之间的差值称为误差。误差愈小,表示分析结果的准确度愈高;反之,误差愈大,准确度就愈低。误差的大小是衡量准确度高低的尺度。误差可分为绝对误差(E_a)和相对误差(E_r),绝对误差是测定值($\bar{x}$)与真实值(x_T)之间的差异,其表示方法如下:

$$E_a = \bar{x} - x_T$$

相对误差是指绝对误差相当于真实值的百分率,即:

$$E_r = \frac{E_a}{x_T} \times 100\%$$

2. 偏差

测量值与平均值($\bar{x}$)的差值称为偏差。偏差越小说明分析结果的精密度越好。所以偏差的大小是衡量精密度高低的尺度。偏差包括绝对偏差(d_i)、平均偏差($\bar{d}$)和相对平均偏差($\bar{d}_r$)。

绝对偏差: $d_i = x_i - \bar{x} (i = 1, 2, \dots)$

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n} = \frac{\sum x_i}{n}$$

$$\text{平均偏差: } \bar{d} = \frac{|d_1| + |d_2| + |d_3| + \dots + |d_n|}{n} = \frac{\sum |d_i|}{n}$$

$$\text{相对平均偏差: } \bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\%$$

当测定次数较多时,通常使用标准偏差(s)或相对标准偏差(RSD或 s_r)来表示一组平行测定结果的精密度。

$$\text{标准偏差: } s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

$$\text{相对标准偏差: } s_r = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\%$$

二、系统误差与随机误差

1. 系统误差

系统误差是分析过程中某些确定的因素造成的,对分析结果的影响比较固定。它的特点是具有重现性、单一性和可测性。根据系统误差产生的具体原因,可以将其分为以下几类。

(1) 方法误差 方法误差是由分析方法本身不完善或选用不当所造成的。如重量分析中的沉淀溶解、共沉淀、沉淀分解等因素造成的误差;容量分析中滴定反应不完全、干扰离子的影响、指示剂不合适、其他副反应的发生等原因造成的误差。

(2) 试剂误差 试剂误差是由试剂不符合要求而造成的误差,如试剂不纯等。试剂误差可以通过更换试剂来消除,也可以通过空白试验测知误差的大小并加以校正。

(3) 仪器误差 仪器误差是由于仪器不够准确造成的误差。例如,天平的灵敏度低,砝码本身重量不准确,滴定管、容量瓶、移液管的刻度不准确等造成的误差。因此,使用仪器前应对仪器进行校正,选用符合要求的仪器;或求出其校正值,并对测定结果进行校正。

(4) 操作误差 由于分析者操作不够正确造成的误差叫操作误差。例如,分析者对滴定终点颜色改变的判断有误,或未按仪器使用说明正确操作等引起的误差。

由于系统误差是由某种固定的原因造成的,因而找出产生的原因,便可以消除系统误差。通常采用的校正方法包括对照试验、空白试验、校准仪器和分析结果的校正。

2. 随机误差

随机误差是由于某些无法避免的偶然因素所引起的,例如,测定时环境的温度、湿度和气压的微小波动,分析人员对各份试样处理时的微小差别等。其影响有时大,有时小,有时正,有时负。随机误差的产生难以找出确定的原因,似乎没有规律,但消除系统误差后,在同样条件下进行多次测定,则可发现其分布服从统计分布规律。在消除系统误差的前提下,平行测定次数愈多,平均值愈接近真实值。因此,增加测定次数,可以降低随机误差,提高平均值精密度。

三、有效数字及其运算规则

1. 有效数字

通常把测量结果中能够反映被测量大小的带有一位存疑数字的全部数字叫有效

数字。具体是指在分析工作中实际能够测量到的数字。有效数字的位数直接影响测定的相对误差。在测量准确度的范围内,有效数字位数越多,测量的相对不确定度越小,有效数字位数越少,相对不确定度就越大。但超过了测量准确度的范围,过多的位数是没有意义的,而且是错误的。确定有效数字位数时应遵循以下规定。

① 第一个非零数字前的零不是有效数字。

② 第一个非零数字以及之后的所有数字(包括零)都是有效数字。

③ 当计算的数值为 $\lg$ 或者 pH 、 pOH 等对数时,由于小数点以前的部分只表示数量级,故有效数字位数仅由小数点后的数字决定。例如, $\text{pH}=7.355$ 为三位有效数字。

④ 当第一位有效数字为 8 或 9 时,因为与多一个数量级的数相差不大,可将这些数字的有效数字位数视为比有效数字数多一位。例如, 8.314 是 5 位有效数字。

⑤ 单位的变换不应改变有效数字的位数。因此,实验中要求尽量使用科学计数法表示数据。

⑥ 误差或偏差取 1~2 位有效数字即可。

2. 有效数字的修约规则

国家标准《数字修约规则与极限数值的表示和判定》(GB/T 8170—2008)称为“四舍六入五成双”法则。即当尾数 ≤ 4 时舍去,尾数为 6 时进位。当尾数为 5 时,则要看 5 前面的数字是奇数还是偶数,5 前为偶数应将 5 舍去,5 前为奇数应将 5 进位;例如,将 28.175 和 28.165 修约成 4 位有效数字,则分别为 28.18 和 28.16。若 5 的后面还有不是 0 的任何数,则无论 5 的前面是奇数还是偶数,均应进位;例如,28.2501 只取 3 位有效数字时,应为 28.3。

3. 有效数字的运算规则

(1) 加减法 以小数点后位数最少的数据的位数为准,即取决于绝对误差最大的数据位数,例如:

$$0.0121 + 25.64 + 1.05782 = 25.71$$

(2) 乘除法 由有效数字位数最少者为准,即取决于相对误差最大的数据位数,例如:

$$0.0121 \times 25.6 \times 1.06 = 0.328$$

四、可疑值取舍

当对同一试样进行多次平行测定时,个别的测定值可能会出现异常。如测定值过大或过小,这些过大或过小的测定数据是不正常的,或称为可疑的。对于这些可疑数据应该用统计检验的方法决定取舍。常用的方法有 $4\bar{d}$ 法、Q 检验法和格鲁布斯(Grubbs)法。

1. $4\bar{d}$ 法

先求出除异常值外的其余数据的平均值 $\bar{x}$ 和平均偏差 $\bar{d}$ ，然后将异常值与平均值进行比较，如绝对差值大于 $4\bar{d}$ ，舍去可疑值，否则应保留。该方法简单，但存在较大的误差，与其他检验法矛盾时以其他方法为准。

2. Q 检验法 ($n < 10$)

首先将一组数据从小到大排列为： $x_1, x_2, \dots, x_{n-1}, x_n$ ，若 x_n 为可疑值，则计算统计量 Q 为：

$$Q_{\text{计}} = \frac{x_n - x_{n-1}}{x_n - x_1}$$

若 x_1 为可疑值，则：

$$Q_{\text{计}} = \frac{x_2 - x_1}{x_n - x_1}$$

从统计表（表 1-1）中查出指定置信度下的 $Q_{p,n}$ 值，并与 $Q_{\text{计}}$ 进行比较，如果 $Q_{\text{计}} \geq Q_{p,n}$ ，该异常值应舍弃，否则应予保留。

表 1-1 Q 值表

测定次数 n		3	4	5	6	7	8	9	10
置信度	90% ($Q_{0.90}$)	0.9	0.76	0.64	0.56	0.51	0.47	0.44	0.41
	95% ($Q_{0.95}$)	0.97	0.84	0.73	0.64	0.59	0.54	0.51	0.49
	99% ($Q_{0.99}$)	0.99	0.93	0.82	0.74	0.68	0.63	0.6	0.57

3. 格鲁布斯 (Grubbs) 法

首先将一组数据从小到大排列为： $x_1, x_2, \dots, x_{n-1}, x_n$ ，并计算该组数据的平均值 $\bar{x}$ 及标准偏差 s 。若 x_n 为可疑值，则计算统计量 T 为：

$$T_{\text{计}} = \frac{x_n - \bar{x}}{s}$$

若 x_1 为可疑值，则：

$$T_{\text{计}} = \frac{\bar{x} - x_1}{s}$$

从统计表（表 1-2）中查出指定置信度下的 $T_{\alpha,n}$ 值，并与 $T_{\text{计}}$ 进行比较，如果 $T_{\text{计}} \geq T_{\alpha,n}$ 则该异常值应舍弃，否则应予保留。

表 1-2 $T_{\alpha,n}$ 值表

n	显著性水平 α			
	0.10	0.05	0.025	0.01
3	1.15	1.15	1.16	1.16
4	1.43	1.46	1.48	1.49
5	1.60	1.67	1.72	1.75

续表

n	显著性水平 α			
	0.10	0.05	0.025	0.01
6	1.73	1.82	1.89	1.94
7	1.83	1.94	2.02	2.10
8	1.91	2.03	2.13	2.22
9	1.98	2.11	2.22	2.32
10	2.04	2.18	2.29	2.41
11	2.09	2.23	2.36	2.49
12	2.13	2.29	2.41	2.55
13	2.18	2.33	2.46	2.61
14	2.21	2.37	2.51	2.66
15	2.25	2.41	2.55	2.71
16	2.28	2.44	2.59	2.75
17	2.31	2.48	2.62	2.79
18	2.34	2.50	2.65	2.82
19	2.36	2.53	2.68	2.95
20	2.39	2.56	2.71	2.88

五、回归分析法

回归分析是确定两个或两个以上变量间相互依赖的定量关系的一种统计分析方法。回归分析按照涉及的变量的多少，分为一元回归分析和多元回归分析。按照自变量和因变量之间的关系类型，分为线性回归分析和非线性回归分析。如果在回归分析中，只包括一个自变量和一个因变量，且二者的关系可用一条直线近似表示，这种回归分析称为一元线性回归分析，如吸光光度法中标准溶液的浓度 c 与吸光度 A 之间的关系，在一定范围内，可以用直线方程描述。一元线性回归法如下。

1. 一元线性回归方程

若测量 n 个数据点 (y_i, x_i) ， y 与 x 之间存在线性相关关系，其回归直线方程为：

$$y = a + bx$$

式中， y 为因变量（如吸光度、电极电势和峰面积等分析信号）； x 为自变量（如标准溶液的浓度等可以严格控制或精确测量的变量）； a 为回归直线的截距（或称回归常数，与系统误差的大小有关）； b 为回归直线的斜率（或称回归系数，与测定方法的灵敏度有关）。只要参数 a 、 b 确定了，回归方程也就确定了。参数 a 、 b 的确定采用最小二乘法，即使实验测定值 y_i 与相应的回归直线上的理论响应值 Y_i 之差的平方和 Q 为最小。

$$Q = \sum_{i=1}^n Q_i = \sum_{i=1}^n (y_i - Y_i)^2 = \sum_{i=1}^n [y_i - (a + bx_i)]^2$$

根据这个原理, 用求极值的方法导出 a 和 b 的计算式:

$$a = \frac{\sum_{i=1}^n y_i - b \sum_{i=1}^n x_i}{n} = \bar{y} - b\bar{x}$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

由一组实验值算出 a 和 b 的值, 就可以确定出回归方程。

2. 相关系数

实际上只有当两个变量之间存在某种线性关系时, 回归线才有意义。判断回归线是否有意义, 可用相关系数 r 来检验。

相关系数的定义式为:

$$r = b \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}} = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \sqrt{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}}$$

相关系数 r 的取值范围是 $0 \leq |r| \leq 1$, 当 $|r| = 1$ 时表示 x 和 y 之间完全线性相关, 此时所有实验点落在回归直线上。当 $|r| = 0$ 时说明 x 和 y 之间没有线性关系。当 $|r|$ 在 $0 \sim 1$ 之间时说明 x 和 y 之间存在程度不同的线性关系。 $|r|$ 越接近 1, 说明线性关系越好, r 为正值时为正相关, r 为负值时为负相关。

第三节 分析实验室用水的规格、制备及贮存方法

一、实验室用水的水质规格

分析化学实验不能直接使用自来水或其他天然水, 也不应一律使用高纯水, 而应根据实验对水质量的要求合理地选用适当规格的纯水。分析实验室用水有相应的国家标准 (GB/T 6682—2008), 用水的规格见表 1-3。

表 1-3 分析实验室用水的水质规格 (引自 GB/T 6682—2008)

指标名称	一级	二级	三级
pH 值范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/mS·m ⁻¹	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化物质(以 O 计)/mg·L ⁻¹	—	<0.08	<0.4

续表

指标名称	一级	二级	三级
蒸发残渣($105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$)/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	—	≤ 1.0	≤ 2.0
吸光度(254nm , 1cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
可溶性硅(以 SiO_2 计)/ $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	≤ 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 值，因此，对其 pH 值范围不做规定。

2. 由于在一级水的纯度下，难于测定其可氧化物和蒸发残渣，因此，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、实验室用水的制备方法

(1) 一级水 可用二级水经过石英设备蒸馏或交换混床处理后，再经 $0.2\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤来制取。一级水主要用于有严格要求的分析实验，包括对微粒有要求的实验，如高效液相色谱 (HPLC) 分析用水。

(2) 二级水 可用多次蒸馏或离子交换等方法制取。二级水用于无机衡量分析等实验，如原子吸收光谱分析用水。

(3) 三级水 可用蒸馏或离子交换等方法制取。三级水用于一般化学分析实验。制备分析实验室用水的原水应当是饮用水或其他适当纯度的水。

三、实验室用水的贮存方法

(1) 各级用水均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。

(2) 新容器在使用前需用盐酸溶液 (20%) 浸泡 2~3 天，再用待测水反复冲洗，并注满待测水浸泡 6h 以上。

(3) 各级用水在贮存期间，其沾污的主要来源是容器可溶成分的溶解、空气中的二氧化碳和其他杂质。因此，一级水不可贮存，使用前制备。二级水、三级水可适量制备，分别贮存在预先经同级水清洗过的相应容器中。各级用水在运输过程中应避免沾污。

第四节 常用试剂的规格及试剂的使用和保存

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，在既能保证实验正常进行的同时，又避免不必要的浪费。另外试剂应合理保存，避免沾污和变质。

一、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，在此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 1-4。

表 1-4 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	热值分析仪的标定
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
农药分析标准试剂	农药分析
有机元素分析标准试剂	有机物元素分析

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 1-5。

表 1-5 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	一般化学实验	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、玫瑰色

3. 高纯试剂

纯度远高于优级纯的试剂叫作高纯试剂。它是为了专门的使用目的而用特殊方法生产的纯度最高的试剂。高纯试剂控制的是杂质项含量，而基准试剂控制的是主含量。基准试剂可用于标准溶液的配制，但高纯试剂不能用于标准溶液的配制（单质氧化物除外）。在微量或痕量分析中若采用高纯试剂进行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。

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。最重要的是在特定的用途中,专用试剂的杂质成分不产生明显干扰。

二、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。

(2) 瓶盖(塞)不许随意放置,以免被其他物质沾污,影响原瓶试剂质量。

(3) 试剂应直接从原试剂瓶中取用,多取的试剂不允许倒回原试剂瓶。

(4) 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。

(5) 用吸管取用液态试剂时,决不允许用同一吸管同时吸取两种试剂。

(6) 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。

三、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、干净的房子,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) 容易腐蚀玻璃影响试剂纯度的试剂,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等属易挥发的物质。

(3) 吸水性强的试剂应严格密封保存。如无水碳酸钠、苛性钠、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;易燃有机溶剂;高氯酸、过氧化氢、硝基化合物等。

(5) 剧毒试剂应专门保管,严格遵循取用手续,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。

第五节 化学实验室的安全知识

关于实验室工作安全有一句俗语:“水、电、门、窗、气、废、药”。这七个字