

21 世纪高等院校教材

分析化学实验教程

张明晓 主编



科学出版社

www.sciencep.com

21 世纪高等院校教材

分析化学实验教程

张明晓 主编

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验教程 / 张明晓主编. — 北京: 科学出版社, 2008
31 世纪高等院校教材
ISBN 978-7-03-021080-7

I. 分… II. 张… III. 分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. O62-38
中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 019282 号

责任编辑: 张明晓
封面设计: 张明晓

科学出版社

北京海淀区中关村大街 27 号

邮政编码: 100081

<http://www.sciencep.com>

印刷: 北京科学出版社印刷厂

科学出版社发行 各地新华书店经销

2008 年 3 月第 1 版 开本: B2(780×1000)

科学出版社

定价: 18.00 元

(如有印装质量问题, 可向本社调换)

内 容 简 介

本书共8章,由单元实验和综合设计实验两部分组成,主要包括:分析化学实验基础、称量及称量滴定法、容量及容量滴定法、库仑滴定及自动滴定法、电位分析法、吸收光谱法、分离分析法和综合设计实验。其中,单元实验的内容力求典型全面;综合设计实验主要围绕目前的一些热点展开,注重培养学生独立研究能力和创新能力。本书实验选用的仪器典型、实用,对仪器构造、计量性能和操作规范的叙述循序渐进,有利于学生扎实地掌握基本操作。

本书可作为高等院校化学、化工、制药、农学、林学、食品、园艺、植物保护、生物科学、动物科学和资源环境等专业本科生分析化学课程教材,也可供相关教师和科技人员阅读参考。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验教程 / 张明晓主编. —北京:科学出版社,2008
21世纪高等院校教材
ISBN 978-7-03-021080-7

I. 分… II. 张… III. 分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. O65-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 019282 号

责任编辑:赵晓霞 / 责任校对:钟 洋
责任印制:张克忠 / 封面设计:陈 敬

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>

铭浩彩色印装有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2008年3月第 一 版 开本:B5(720×1000)

2008年3月第一次印刷 印张:10 1/4

印数:1—4 000 字数:201 000

定价:18.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换(环伟))

前 言

本书是重庆市重点建设课程的配套教材和教育科学“十五”国家级规划课题研究成果,是西南大学近十年来分析化学实验教学改革研究的结晶,可与《新分析化学教程》(科学出版社,2008)配套使用。

本书由单元实验和综合设计实验两部分组成,主要包括 8 章内容:分析化学实验基础,称量及称量滴定法,容量及容量滴定法,库仑滴定及自动滴定法,电位分析法,吸收光谱法,分离分析法和综合设计实验。全书加强分析化学实验基础知识讲解,对课程任务、实验要求、安全规则、实验记录、实验报告、纯水、试剂、试剂溶液、玻璃仪器等做了简明扼要的介绍。实验选用的仪器典型、实用,对仪器构造、计量性能和操作规范的叙述循序渐进,着重培养学生掌握分析化学实验的基本知识、操作技术和技能技巧,树立准确的量的概念,培养严谨细致和实事求是的科学素养。单元实验内容力求典型全面,为了适应农林、医药、生物等相关专业的教学,在阐明实验原理与条件、操作步骤的同时,编写了实验记录表、注意事项和实验关键环节,提出预习问题,便于学生独立完成实验。精选的 15 个综合设计实验中提出设计实验要求,并给出了必要提示,注重培养学生独立研究能力和创新能力,以满足各高等院校的教学需要。

本书由张明晓任主编,叶勤、陈时洪、叶霞任副主编,参加编写的还有艾平、王冬梅、廖家耀和宋丽。

编者力求本书具有创新性、先进性、科学性和适用性,但由于水平所限,加之时间紧迫,书中缺点与不足之处在所难免,敬请读者指正!

编 者

2008 年 1 月

88	第2章 称量及称量滴定法	15
88	1.1 实验目的和要求	1
88	1.2 分析化学实验安全规则	2
88	1.3 实验记录和实验报告	3
88	1.4 纯水、试剂和试液	5
88	1.5 玻璃仪器及洗涤	11
88	第2章 称量及称量滴定法	15
88	2.1 分析天平及其操作	15
88	2.2 试样称量方法	19
88	2.3 称量操作实验	21
88	2.4 邻苯二甲酸氢钾试剂纯度的称量滴定	23
88	2.5 药用硼砂含量的称量滴定	27
88	第3章 容量及容量滴定法	31
88	3.1 容量仪器及其操作	31
88	3.2 滴定操作实验	39
88	3.3 NaOH 标液的配制和标定	42
88	3.4 氮肥中铵态氮含量的测定	45
88	3.5 盐酸标液的配制和食碱总碱量的测定	47
88	3.6 EDTA 标液的配制和水中钙镁含量的测定	50
88	3.7 重铬酸钾标液的配制和铁矿石中铁含量的测定	54
88	3.8 KMnO_4 标准溶液的配制、标定和 H_2O_2 测定	57
88	3.9 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制和标定	61
88	3.10 碘量法测定葡萄糖注射液中葡萄糖含量	64
88	第4章 库仑滴定及自动滴定法	67
88	4.1 自动滴定仪器及其操作	67
88	4.2 食醋总酸量的自动电位滴定	74
88	4.3 磷铵肥料中磷铵含量的自动电位滴定	77
88	4.4 药片中 VC 含量的库仑滴定	81

4.5 水中化学耗氧量的库仑滴定	84
第5章 电位分析法	88
5.1 酸度计和离子计及其操作	88
5.2 膜电极和参比电极及其操作	92
5.3 直接指示法测定土壤酸度	95
5.4 标准加入法测定水中氯含量	98
5.5 标准曲线法测定土壤铵态氮含量	101
第6章 吸收光谱法	104
6.1 分光光度计及其操作	104
6.2 高锰酸钾吸收光谱的测定	111
6.3 钼锑抗显色光度法测定土壤中水溶性磷含量	113
6.4 邻二氮菲显色光度法测定植株中微量铁含量	116
6.5 盐酸二甲双胍药片的紫外吸收光谱分析	120
第7章 分离分析法	124
7.1 分离分析仪器及其操作	124
7.2 气相色谱内标法测定饮料中乙醇含量	134
7.3 毛细管气相色谱法测定蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯农药残留量	136
7.4 高效液相色谱法分离分析复方快诺酮片	141
7.5 液相色谱法测定血清中茶碱和咖啡因	143
第8章 综合设计实验	146
8.1 设计实验知识	146
8.2 设计实验项目	148
参考文献	150
附录	151
附录1 市售酸碱的浓度和密度	151
附录2 t 分布表	151
附录3 Q 检验临界值 ($Q_{\alpha, f}$)	151
附录4 G 检验临界值 ($G_{\alpha, f}$)	151
附录5 常见元素国际相对原子质量 (2003)	152
附录6 常用化合物的摩尔质量	152
附录7 常用 pH 标准缓冲溶液的 pH	154
附录8 常用溶剂的截止波长	154

第 1 章 分析化学实验基础

1.1 实验目的和要求

1.1.1 分析化学实验的目的

分析化学是一门实践性很强的学科,被称为科学研究和科技工作者的“眼睛”,其中,分析化学实验占有特别重要的地位。分析化学实验的主要任务是通过实验,使学生掌握分析化学的实验基本操作和技能技巧,掌握典型的分析方法,理解方法原理和条件,掌握影响实验结果的关键环节,熟悉分析结果的处理方法,培养定量分析及定性分析能力。通过设计实验训练,培养学生理论联系实际、独立分析和解决实际问题的能力。通过分析化学实验的学习可使学生建立准确的量的概念,培养严谨细致的实验习惯和实事求是的科学作风,逐渐使其具备科技人员的基本实验素质、动手能力与统筹能力,因此分析化学实验的要求是非常严格的。

诺贝尔奖金获得者穆立根(Muliken)说过:“我想,正是在分析化学课程中,才真正使我开始重视科学方法及其严格性……清晰的思维,细致的技术和高度的耐心是没有其他捷径可以超越的。后来我发现,在通常称做‘研究’的活动中,总是需要这类不同寻常的方法。”因此,每个学习本课程的学生,不管他们将来是否从事专业分析工作,分析化学实验的严格训练对于他们来说都是有重要意义的。

1.1.2 分析化学实验的要求

1. 做好预习

实验前,学生在分析理论学习和复习的基础上,必须认真阅读实验教材有关内容,明确本实验的目的、原理、条件、允许误差及误差的主要来源和减免方法,并熟悉操作的方法、要求、步骤和注意事项。做好必要的预习记录、设计好实验记录表格或准备好实验数据绘图纸。做到心中有数,打有准备之仗。做好预习是做好实验的基础和前提,没有做好实验准备是不可能达到实验目的的。

2. 做好实验

(1) 做实验时应手脑并用,在进行每一步操作时,都要积极思考这一步操作

的目的和作用,所得现象等。并细心观察,理论联系实际,切忌“照方抓药”。

(2) 应认真进行实验,严格地遵守操作规程,注意掌握操作方法、减免操作误差,不断提高分析结果的精密度和准确度。

(3) 自觉遵守实验室规则,保持实验室整洁、安静,使实验台整洁,仪器放置有序,切忌忙乱。

(4) 注意安全,节约水电,爱护仪器。

(5) 随时把实验方法、实验数据和实验现象用列表法或绘图法如实、清楚、正确地记录下来。

3. 做好检查

对实验所得的数据和结果如实记录后,及时交指导教师审阅,如不合格要重做和改正。合格后要做好实验结束工作,对所用的仪器需要洗涤的要及时洗涤,需要复位的应按要求妥善放置原位。全班实验完毕后,还应打扫实验室并关闭电源、水阀等。

4. 做好报告

实验报告要及时、工整、规范。实验报告内容必须完整,要求写出:实验名称、实验人员及其单位(或学号)、实验日期、实验目的、实验方法、原始数据及各种观察与注解、分析结果的计算及其评价和表示、问题和讨论。

在整个实验过程中,学生一定要培养严格、认真、实事求是的科学态度和独立自主的研究能力。

1.2 分析化学实验安全规则

分析化学实验中,经常使用易燃、易爆、具有腐蚀性和毒性的化学试剂,大量使用易损的玻璃仪器、精密的分析仪器以及水、电、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) 决不允许故意混合不明性质的各种化学药品,以免发生意外事故。
- (2) 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。
- (3) 使用挥发性、刺激性的试剂时,瓶口应朝无人处,最好在通风橱内进行。
- (4) 使用可燃性有机试剂时,要远离火焰和其他热源,用后要随手盖紧瓶塞。
- (5) 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。如果不慎溅到身体上应立即用水冲洗;洒到实验台上或地上时应立即用水冲洗;稀释酸时(特别是浓硫酸)应将浓酸慢慢倒入水中并不断搅拌,以免

进溅。

(6) 有毒药品(如重铬酸钾、铅盐、钡盐、砷化合物、汞化合物,特别是氰化物)避免进入口中或接触伤口,不可将化学试剂带出实验室,其废液也不得随便倒入下水道,应统一处理。

(7) 加热溶液时,不能离溶液太近,更不能俯视正在加热的液体以免溅出烫伤。

(8) 滴定操作时,防止锥形瓶触到坚硬物体,以免损坏锥形瓶使碎玻璃损伤皮肤。

(9) 未仔细阅读仪器操作方法前决不允许随意操作实验仪器,未经老师允许不得随意改变仪器操作参数。

(10) 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。

(11) 色谱进样使用注射器时,不得将注射器活塞拔出。

(12) 水、电、气用后立即关闭。

(13) 严禁在实验室饮食和吸烟,实验完毕,应洗净双手,做好清洁,方可离开实验室。

1.3 实验记录和实验报告

1.3.1 实验记录

实验过程中应及时将实验方法、实验数据和实验现象等用列表法或绘图法如实、清楚、准确地记录下来。

做实验记录要有实事求是、一丝不苟的科学态度,切忌夹杂主观因素,决不能伪造数据。

实验结果应直接记录在专用记录本上,每页都应编号,不得随便丢弃。不许将实验结果记在单页纸上或其他地方再转录上去。学生实验结果也可直接填入实验报告本。科研实验记录本应长期保存。

实验记录不但要准确、简明,而且有关方法、现象和数据必须记录完整,包括实验名称、实验人员、实验日期、方法要点(含特殊仪器型号、试剂级别浓度及实验操作步骤等)、实验数据和实验现象,重复测量的数据即使完全相同也应记录下来。原则上要求不仅自己看得懂,还要别人看得懂;不仅现在看得懂,还要以后看得懂。通常,对文字记录,应分条记录;对数据记录,应用表格记录或绘图记录。

列表法清晰明了,便于比较,特别适于滴定分析等手工实验记录、数据处理

和结果表达。绘图法形象直观,便于找出数据变化规律和变量间的函数关系,容易确定函数的切线、斜率、截距或转折点、最大值、最小值、峰面积、峰数目、峰形状及其相对强度等,是现代分析仪器常用的自动记录方法。

列表法一般是在表格的上方标明实验的名称,表的横向表头列出实验序号,纵向表头列出数据的名称及其量纲,通常按实验步骤顺序或自变量增加顺序排列。科研论文一般采用三线表。学生实验记录表除了记录必要的原始数据外,通常还需填入有关计算公式和计算结果,表线较多。

记录数据时,一切数据的有效数字都应做到与分析结果的准确度相适应。通常,用分析天平称量时要求记录至 $\pm 0.0001\text{g}$;用滴定管及吸量管测量溶液体积时应记录至 $\pm 0.01\text{mL}$;用分光光度计测量溶液的吸光度应记录至 ± 0.001 。

实验记录若有错误,不得涂改。应将其用单一横线划掉(原始数据仍可辨认),然后重新更正在旁边,并应注明更改原因。因为铅笔记录被涂改后无法辨认原始数据,所以不允许用铅笔记录。

1.3.2 实验报告

实验结束后应在规定的时间内完成实验报告(当场完成或在下次实验前完成)。

实验报告要简明规范、数据处理清晰准确、结果表示一目了然。

实验报告一般包括:实验名称,实验人员及其单位(或学号),实验日期,实验目的,实验方法,原始数据,数据处理(评价和表示),问题及讨论。实验报告的关键是数据处理部分。

实验数据处理包括有效数字的处理、离群值的处理、系统误差的处理和分析结果的表示,四个步骤往往缺一不可。

有效数字的处理必须根据分析对象的量的多少和分析结果的准确度来确定,只能且必须使只有最后一位是不定数字,而分析结果的偏差、标准偏差和不确定度只有一位有效数字。间接测定结果的有效数字也应与其准确度相适应,加减运算结果的不定数字的数位应与绝对误差最大加数的不定数字的数位相同,乘除运算结果的有效数字位数应与相对误差最大(有效数字位数最少)的乘数或除数的有效数字位数相同。

离群值的处理就是通过统计检验判断离群值是否为过失值,离群值为过失值时必须舍弃。离群值的统计检验方法有 G 检验法、置信区间检验法和 t 检验法等。

系统误差的处理就是通过对照实验和统计分析来判断分析结果是否存在系统误差。分析结果是否存在系统误差,通常用标准物质检验法或标准方法检验法来检验,也可针对误差来源分别进行检验。系统误差较大时必须找出原因设法避免,系统误差较小时可进行校正。

分析结果的表示有点估计法和区间估计法。点估计法就是用一个平均值来估计待测组分的含量，同时必须说明测定估计值的相对标准偏差和有效测定次数。区间估计法必须指出估计待测组分含量的置信区间、置信度和有效测定次数。

仪器分析结果常用绘图法来处理，绘图法主要有标准曲线法、波谱曲线法和指纹图谱法。随着信息技术在分析化学中的广泛应用，现在越来越多地使用分析化学计量学方法来处理分析结果。

用手工绘图时，应根据需要选择适当大小的直角坐标纸或对数坐标纸，尽可能使标准曲线为一条直线。确定适当的整数坐标单位，使坐标读数与数据有效数字一致，并使图形分布均衡，坐标的起点不一定是零。坐标轴上应标明变量及其单位和主要标度的数值。在图上标示实验数据需用○、□、×或△等符号，符号的中心表示数据值的大小，其半径表示数据的实验误差。然后画出回归直线或平滑曲线。若在一幅图上作多条曲线，则应采用不同符号区分开来，并应注明每条曲线的实验条件。每个图示都应有简明的标题。

用专业实验数据处理软件 Origin Pro. 或 Sigma Plot 来绘图和进行回归分析比较简便和准确，也可用通用的电子表格软件 Excel 来处理实验数据。各种现代分析仪器都拥有专用的数据处理软件，有丰富的分析化学计量学解析方法，因此用仪器自带软件处理分析结果往往更为简便和理想，并可编制模板直接输出分析报告。

1.4 纯水、试剂和试液

1.4.1 实验纯水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。

实验室用水的级别和主要指标如表 1-1 所示。

表 1-1 实验室用水的级别和主要指标 (GB 6682—92)

纯水的级别	一级	二级	三级
pH 范围 (25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率 (25℃) ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	≤ 0.1	≤ 1.0	≤ 5.0
可氧化物质 (以 O 计) (mg/L)	—	< 0.08	< 0.4
蒸发残渣 ($105 \pm 2^\circ\text{C}$) (mg/L)	—	≤ 1.0	≤ 2.0
吸光度 (254nm, 1cm 光程)	≤ 0.001	0.01	—
可溶性硅 (以 SiO_2 计) (mg/L)	< 0.01	< 0.02	—

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。

三级水适用于一般化学分析实验,以前常采用蒸馏法制备(所得纯水称为蒸馏水),现在为节约能源一般采用离子交换法制备。

离子交换法是将自来水通过离子交换树脂柱,利用树脂吸附杂质离子的性质将其保留在柱上,从而除去杂质离子,所得纯水称为去离子水。

离子交换法不能除去水中非离子杂质,去离子水中含有微量的微生物和某些有机物,而且去离子水中仍然残留有痕量无机离子,如表 1-2 所示。

表 1-2 去离子水中无机杂质的含量 (ng/g)

杂质项目	Cu ²⁺	Zn ²⁺	Mn ²⁺	Fe ³⁺	Mo(VI)	Mg ²⁺	Ca ²⁺
含量	<0.002	0.05	<0.02	0.02	0.02	2	0.2
杂质项目	Sr ²⁺	Ba ²⁺	Pb ²⁺	Cr ³⁺	Ni ²⁺	Co ²⁺	B, Sn, Si, Ag
含量	<0.06	0.006	0.02	0.02	0.002	<0.002	可检出

二级水可用三级水重蒸馏制得,仍可含有微量的无机、有机或胶态杂质,主要用于无机痕量分析实验,如电化学分析实验和紫外-可见光谱分析实验等。

一级水基本上不含有溶解或胶态离子杂质及有机物,可用二级水经进一步处理制得。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 μ m 的过滤膜的方法制备。一级水主要可用于对水质有严格要求的实验,如对水中微粒有严格要求的液相色谱分析实验需用一级水。

上述纯水指标只规定了一般的技术指标,实际工作中,有些实验对水还有特殊的要求,还需采取特殊的制备和检验措施,如需无氨纯水、无铁钙氯等离子的纯水及无菌纯水等。

根据分析任务和要求不同,对水的纯度要求也有所不同,而且纯水来之不易,也较难存放,因此应根据不同的情况选用适当级别的纯水,并在保证实验要求的前提下注意节约用水。

在化学分析实验中,一般使用三级纯水,有时需将三级纯水煮沸除氧后使用,特殊情况下也需使用二级纯水。仪器分析实验中一般使用二级纯水,色谱分析实验和石墨炉原子吸收分析实验应使用一级纯水,有些实验如红外光谱分析实验和拉曼光谱分析实验可使用三级纯水。

1.4.2 化学试剂

化学试剂是指具有一定纯度标准的各种单质和化合物,有时也指混合物。

1. 试剂的质量规格和用途

化学试剂产品已有数千种,其规格现在还没有统一的分类标准,这里,我们将化学试剂分为标准试剂、通用试剂和专用试剂。

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，主要的国产标准试剂的种类及用途见表 1-3。

表 1-3 主要的国产标准试剂

类 别	主要用途
容量分析第一基准	工作基准试剂的定值
容量分析工作基准	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

我国习惯于将滴定分析用的标准试剂称为基准试剂。标准试剂的特点是主体含量高而且准确可靠，其产品一般由大型试剂厂生产，并严格按照国家标准进行检验。我国规定容量第一基准试剂（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。工作基准试剂是滴定分析工作中常用的计量标准，可使被标定溶液的不确定度在±0.2%以内。常用的工作基准试剂见表 1-4。常用的 pH 基准试剂见表 1-5。

表 1-4 常用的工作基准试剂

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℃灼烧至恒量
GB 1254—90	乙二酸钠	标定 KMnO ₄ 溶液	(105±2)℃干燥至恒量
GB 1255—90	无水碳酸钠	标定 HCl、H ₂ SO ₄ 溶液	270~300℃灼烧至恒量
GB 1256—90	三氧化二砷	标定 I ₂ 溶液	H ₂ SO ₄ 干燥器中干燥至恒量
GB 1257—89	邻苯二甲酸氢钾	标定 NaOH、HClO ₄ 溶液	105~110℃干燥至恒量
GB 1258—90	碘酸钾	标定 Na ₂ S ₂ O ₃ 溶液	(180±2)℃干燥至恒量
GB 1259—89	重铬酸钾	标定 Na ₂ S ₂ O ₃ 、FeSO ₄ 溶液	(120±2)℃干燥至恒量
GB 1260—90	氧化锌	标定 EDTA 溶液	800℃灼烧至恒量
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 天
GB 12594—90	溴酸钾	标定 Na ₂ S ₂ O ₃ 溶液，配制标液	(180±2)℃干燥至恒量
GB 12595—90	硝酸银	标定卤化物及硫氰酸盐溶液	H ₂ SO ₄ 干燥器中干燥至恒量
GB 12596—90	碳酸钙	标定 EDTA 溶液	(110±2)℃干燥至恒量

表 1-5 pH 基准试剂

试剂名称	化学式	规定浓度/(mol/kg)	基准 pH
乙二酸三氢钾	$\text{KH}_3(\text{C}_2\text{O}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	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

2) 通用试剂

通用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三个等级，其分级、标志、标签颜色及主要用途见表 1-6。此外，还规定基准试剂标签使用浅绿色，其他类别的试剂均不得使用这四种颜色。

表 1-6 通用试剂

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
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

3) 专用试剂

专用试剂是指具有特殊用途的试剂。例如，生物化学实验用生化试剂，微量分析中试样的分解和试液的制备专用高纯试剂，仪器分析专用气相色谱载体及固定液、液相色谱填料、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等，不但其主体含量很高，而且其杂质含量还特低，杂质成分须控制在不致产生明显干扰的限度以下。

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。

2. 试剂的选用

要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，合理地选用相应种类和级别的试剂，基准试剂和高纯试剂的价格要比通用试剂高数倍至数十倍，因此，在能满足实验要求的前提下，选用试剂的种类和级别应就低而不就高，选用试剂还应考虑以下几点：

(1) 滴定分析中常用的标准溶液，一般应选用分析纯试剂配制，再用工作基准试剂进行标定。在某些情况下，例如，对于分析结果要求不高的实验，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。

(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, 例如, 不同级别的 $K_2Cr_2O_7$ 试剂中主体及杂质的含量如表 1-7。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, 则应选用分析纯试剂。

表 1-7 各级重铬酸钾试剂的规格 (%)

成 分	第一基准	工作基准	优级纯	分析纯	化学纯	国际标准化化学 分析试剂
$K_2Cr_2O_7$	99.98~100.02	99.95~100.5	≥ 99.8	≥ 99.8	≥ 99.5	≥ 99.5
水不溶物	0.003	0.003	0.003	0.005	0.01	—
氯化物 (Cl)	0.001	0.001	0.001	0.002	0.005	0.001
硫酸盐 (SO_4^{2-})	0.003	0.003	0.005	0.01	0.02	0.01
钠 (Na)	0.01	0.01	0.02	0.05	0.2	0.02
钙 (Ca)	0.001	0.001	0.002	0.005	0.01	0.002
铁 (Fe)	0.001	0.001	0.001	0.003	0.005	0.002
铝 (Al)	—	—	0.002	0.005	0.01	—
铜 (Cu)	—	—	—	—	—	0.001
铅 (Pb)	—	—	—	—	—	0.005
干燥失重 (100℃)	—	—	—	—	—	0.05
标准文件编号	GB 10731—89	GB 1257—89	GB 642—86			ISO 6353/—83(E)

(4) 优级纯和分析纯试剂虽然是市售试剂中的纯品, 但有时由于包装不慎混入杂质, 或运输过程中可能发生变化, 或储藏日久而变质, 所以还应具体情况具体分析。对所用试剂的规格有所怀疑时应该进行鉴定。在有些特殊情况下, 市售的试剂纯度不能满足要求时, 分析者就应自己动手制备。

3. 试剂的保管

试剂的保管在实验室中也是一项十分重要的工作。有的试剂因保管不好而变质失效, 这不仅是一种浪费, 而且还会使分析工作失败, 甚至会引起事故。一般的化学试剂应保存在通风良好、干净、干燥的屋子里, 防止水分、灰尘和其他物质沾污或变质, 同时, 根据试剂的性质采用不同的保管方法。例如, 氧化剂和还原剂必须密封、避光存放, 易挥发及低沸点试剂应低温存放, 易燃易爆试剂要有安全措施, 剧毒试剂要专门保管, 试剂标签不清或脱落应该及时重新贴好, 用毕盖严, 多取的试剂不允许倒回原试剂瓶。

1.4.3 试剂溶液

试剂溶液是指试剂溶于一定的溶剂中所制得的溶液。

1. 试剂溶液的质量

试剂溶液的质量除主要受试剂质量的影响以外,还会受其他多种因素的影响。

1) 试剂溶液的稳定性

稳定性较好的试剂配成溶液后,其稳定性可能变差。因而,试剂溶液都应标明配制日期。并根据需要定期检查。如果发现试剂溶液有变色、沉淀、分解等变质现象,即应弃去重配。不稳定试剂溶液应分次少量配制,并分别情况采取特殊贮存方法,如避光、冷藏、加入不干扰测定的稳定剂等。

2) 试剂溶液的贮存期

一般浓溶液在贮存期内的浓度变化不大,而稀溶液则随贮存时间的延长,其浓度多会发生变化。溶液的浓度愈低,有效使用期限愈短。除本身不稳定的试剂以外,一般而言,稳定性较好的试剂,浓度为 10^{-3} mol/L 溶液可贮存一个月以上, 10^{-4} mol/L 溶液则只能贮存约一周,而 10^{-5} mol/L 溶液务必在当日配制。

3) 容器的耐蚀性

玻璃容器的耐碱性都较差,玻璃被碱腐蚀后可释放出某些杂质污染试剂溶液,所以应采用聚乙烯瓶盛放碱性试剂溶液。软质玻璃的耐酸性和耐水性也较差,不应采用此种玻璃制成的容器盛放试剂溶液。

2. 试剂溶液的配制

1) 试剂的取用

对于固体试剂,按所需数量称取即可。使用时应按“只出不进,量用为出”的原则称取,即多余的试剂不允许再放回原试剂瓶中,以免污染原瓶试剂。

对于液体试剂,按所需量取即可。使用时应遵守“只准倾出,不准吸出”的原则,即先倾出适量液体试剂至洁净干燥的容器内,再用吸管吸取,而不准直接从原装试剂瓶内吸取,以免污染原瓶试剂或带入水分。

2) 配制试剂溶液的注意事项

- (1) 所用试剂的名称、数量及有关计算应详细写在原始记录本上,以备查对。
- (2) 溶质常需加热助溶,或在溶解过程中放出大量溶解热,故应在烧杯内配制,待溶解完全并冷至室温后再加足溶剂倾入试剂瓶中。
- (3) 试剂瓶上应贴上标签。标签上应写明试液名称、浓度、配制日期。若有必要还可写明配制人。

3. 试剂溶液的使用与保存

(1) 盛有试剂溶液的试剂瓶应放在试剂橱内或无阳光直射的试剂架上。同试剂的保存一样,试剂溶液也要防止变质或被水分、灰尘和其他物质沾污。

(2) 试剂溶液瓶内液面以上的内壁常凝聚着成片的水珠,用前应振摇以混匀水珠和试剂溶液。

(3) 每次取用试剂溶液后应随即盖好瓶塞,不应为了省事而让试剂溶液瓶口在整个分析操作过程中长时间敞开。

(4) 试剂溶液的取用应遵守“只许出,不许进”的原则,即一旦取出试剂使用,就不得将未用完的试剂溶液倒回原瓶。

(5) 同时取用相同容器盛装的几种试剂溶液,特别是当两人以上在同一台面上操作时,应注意勿将瓶塞盖错而造成交叉污染。

1.5 玻璃仪器及洗涤

玻璃的化学性质稳定,有良好的抗腐蚀能力,容易洗涤,所以各种玻璃仪器被广泛应用于分析化学中。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,因此,必须十分重视玻璃仪器的清洗工作。

1.5.1 常用玻璃仪器

分析化学中常用的玻璃仪器通常可分为烧杯类、试剂瓶类、量器类和其他玻璃仪器。下面简要介绍一些常用玻璃仪器的有关知识。

1. 烧杯类

(1) 烧杯:用硬质玻璃制成,有的带有容积刻度,但只供粗略估计溶液体积。烧杯供配制试剂溶液和加热试液用。常用的烧杯从 20mL 到 500mL 有多种容量规格。

(2) 锥形瓶:又称三角瓶,用硬质玻璃制成,因其便于用手旋转摇动,可迅速混合反应溶液,故大多用于滴定操作。用以加热液体时可避免迅速挥发,其规格一般与烧杯相同。

为防止液体蒸发和固体升华的损失(如碘量法测定操作),常采用具有磨口塞的锥形瓶或碘量瓶。

2. 试剂瓶类

(1) 试剂瓶:用于盛装各种试剂。试剂瓶从颜色上分成无色的和棕色的。棕色瓶用于贮存需避光保存的试剂,如碘溶液、硝酸银、碘化钾等。试剂瓶可分为碱式和酸式试剂瓶。碱式试剂瓶配橡皮塞或软木塞,用于盛装碱性试剂和浓盐溶液,酸式试剂瓶配玻璃瓶塞,不能贮存碱性试剂和易结晶的浓盐溶液,否则试剂的腐蚀作用或盐的结晶可使瓶塞固结而不易打开。