

高等院校化学课实验系列教材

国家级精品课程教材

分析化学实验

(第二版)

武汉大学化学与分子科学学院实验中心 编



WUHAN UNIVERSITY PRESS

武汉大学出版社

高等院校化学课实验系列教材

分析化学实验(第二版)

武汉大学化学与高分子科学学院实验中心 编

武汉大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/武汉大学化学与分子科学学院实验中心编. —2版.
—武汉: 武汉大学出版社, 2013. 1
国家级精品课程教材
高等院校化学课实验系列教材
ISBN 978-7-307-10320-7

I. 分… II. 武… III. 分析化学—化学实验—高等学校—教材
IV. O652. 1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 280694 号

责任编辑: 谢文涛 责任校对: 王 建 版式设计: 马 佳

出版发行: 武汉大学出版社 (430072 武昌 珞珈山)
(电子邮件: cbs22@whu.edu.cn 网址: www.wdp.whu.edu.cn)

印刷: 湖北恒泰印务有限公司

开本: 720 × 1000 1/16 印张: 14 字数: 249 千字 插页: 1

版次: 2003 年 5 月第 1 版 2013 年 1 月第 2 版

2013 年 1 月第 2 版第 1 次印刷

ISBN 978-7-307-10320-7/O · 483 定价: 26.00 元

版权所有, 不得翻印; 凡购我社的图书, 如有质量问题, 请与当地图书销售部门联系调换。

总 序

化学是一门在长期的实验与实践诞生、发展和逐步完善的学科。目前，化学在与多学科交叉、融合和应用中得到快速发展。化学实验课程在高等学校理科化学类专业本科生教育中是本科生重要的、不可替代的基础课。我国传统的化学实验课程教学一贯强调与理论课程紧密结合，重视“三基”能力（基本知识、基本理论、基本技能）培养，在过去半个世纪里对我国培养的化学专业人才发挥了重要作用；但这种传统的实验教学内容和教学方式，对通过实验教育培养学生的创新意识、创新精神和创新能力略显不足。

武汉大学自 1991 年开设化学试验班以来，就开始试行对实验课程进行改革，包括减少验证性实验，增加设计实验和开放实验等内容，藉以提高学生提出问题、分析问题和解决问题的能力。1998 年，武汉大学化学学院召开了全院的教学思想大讨论。在会上，一方面强调了应进一步加强培养学生的“三基”能力，同时也充分肯定了“设计实验”和“开放实验”的意义与重要性，提出应该重点研究如何通过实验教学培养学生的创新意识、创新精神和创新能力，还积极鼓励开设“综合研究性实验”课程，以作为“实验教学”与“科学研究”之间的桥梁。这一建议得到了学院教师的广泛认同与支持。同年，武汉大学在整合各二级化学学科实验教学资源基础上成立了化学实验教学中心，在学院各研究单位的大力支持下，加快了对化学实验课程体系和教学方法、手段的改革。通过多年的努力，包含各门实验课程的《大学化学实验》于 2003 年被评为“国家理科基地创建优秀名牌课程创建项目”，同年还被评为湖北省精品课程，2007 年被评为国家级精品课程。2006 年武汉大学化学实验教学中心被评为国家级实验教学示范中心。

武汉大学化学实验教学中心在总结武汉大学历年编写的化学实验教材基础上，汇编成为“大学化学实验”系列教材，于 2003—2005 年先后在武汉大学出版社出版。该实验系列教材出版后已被多所大学使用，并多次重印。

近些年来，武汉大学化学实验教学中心按照“固本—创新”的思想指引，

在构建三个结合创新教学平台(“实验教学—理论教学—科学研究”平台、“计划教学—开放实验—业余科研”平台和“实验中心—科研院所—企业公司”平台)的基础上,充分利用学校和社会资源,紧密联系理论,深入进行实验教学改革。利用教学、科研与社会的互动,调动了中心以外教师的力量,密切关注交叉学科和社会热点,将学院科研成果和社会企业的课题经过改革后纳入实验教学,开出了一批内容先进、形式新颖、具有探索性的新型实验,优化了基础实验内容,丰富了设计实验和综合研究型实验的内涵。此外,在教学方法、教学手段等方面也进行了有益的尝试,并取得较优异的教改成绩。

在总结这段时期实验教学改革成绩和上一版实验教材使用经验的基础上,武汉大学化学实验教学中心组织相关教师修订编写了这套“大学化学实验”精品课程教材,包括《无机化学实验》、《分析化学实验》、《仪器分析实验》、《有机化学实验》、《物理化学实验》、《化工基础实验》和《综合化学实验》七分册。

这套教材较鲜明地体现了武汉大学化学实验教学中心的创新教育理念:“以教师为主导,以学生为中心,以激发学生学习积极性为出发点,以培养学生创新能力为目的,狠抓基本技能训练,按照科学研究、思维和方法的规律为主线组织实验教学,鼓励学生自我选择学术发展方向、自我设计和建立知识结构、自我提升科研技能。”前六分册以基础为主,重点强调学生“三基”技能的培训,培养学生利用已学习的知识解决部分问题的能力,按照“基础实验—设计实验—综合实验”三个层次安排实验内容,突出了“重基础、严规范、勤思考、培兴趣”的教学思想。《综合化学实验》的实验内容主要选自学院内外的实际科研成果,以前沿的课题为载体,对学生进行“化学研究全过程”的训练,重点强调创新意识、创新精神和创新能力的培训。

这套教材是武汉大学化学实验教学中心教学改革和国家级精品课程建设的联合成果,希望这套系列教材能较好地适应化学类各有关专业学生及若干其他类型和层次读者的要求,为大学化学实验课程的质量提高做出一定贡献。

中国科学院院士 查全性
2011年11月15日
武昌珞珈山

第一版前言

《分析化学实验》是分析化学课程的重要组成部分，通过本课程的学习，可以加深对分析化学基础理论、基本知识的理解，正确和较熟练地掌握分析化学实验技能和基本操作，提高观察、分析和解决问题的能力，培养实事求是的科学态度和良好的实验习惯，强化量化概念，为学习后继课程及科研工作打下良好的基础。

本教材的实验内容包括：分析化学实验基础知识；分析化学实验常用的仪器和基本操作；分析化学实验内容；附录。全书精选了 40 多个实验，包括基本操作练习、基础实验及综合设计实验。测试对象包括化学试剂、矿物、药物、食品等。

本书的特色之一是将微型实验引入了分析化学实验教学。本书是湖北省普通高校省级教学研究项目 (NO: 2000/2) 的研究成果之一。

参加编书的有蔡凌霜 (第三章、第八章)，潘祖亭 (第一章、第七章及附录)，曾百肇 (第五章、第九章)，张玉清 (第四章、第六章) 和曹建军 (第二章) 等。全书由蔡凌霜修改统稿。

本书在编写过程中，武汉大学化学与分子科学学院的许多老师给予了支持和帮助，得到了尹权教授、王洪英教授、杨代菱教授、徐勉懿教授等的指导，在此，谨向他们表示衷心的感谢。

限于编者的水平，缺点和失误在所难免，恳请广大教师和读者批评指正。

编 者

2002 年 4 月于珞珈山

第二版前言

分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分，是一门实践性很强的学科。通过本课程的学习使学生更进一步理解分析化学理论知识，培养学生严谨、实事求是的科学态度，确立严格的量的概念，提高观察、分析和解决问题的能力。

本教材注重将学科的传统内容与现状、发展相结合。实验内容包括：①练习基本操作的实验，让学生掌握分析化学实验的基础知识；②与分析化学理论教学有关的实验；③培养学生能力的设计性、研究性实验；④将微型实验引入分析化学实验教学。

本书由武汉大学实验中心编写。参加编写的有谢音、赵发琼、曾百肇、王聪玲、张海波、吴卫兵、龚楚清，全书由谢音通稿。

限于编者的水平，不足和失误在所难免，恳请广大教师和读者批评指正。

编 者

2012 年 10 月

目 录

第一章 分析化学实验的基础知识	1
1.1 分析化学实验的目的和基本要求	1
1.2 定量分析化学实验概论	2
1. 定量分析过程	2
2. 溶液浓度的表示方法及计算	3
3. 溶液的配制方法	5
4. 滴定分析中常用的计算式	7
5. 滴定分析中的指示剂和终点误差	8
1.3 分析试样的采集、制备与分解	9
1. 分析试样的采集和制备	9
2. 分析试样的分解	13
3. 分解过程中的误差来源	17
1.4 分析化学实验数据的记录、处理和实验报告	18
1. 实验数据的记录	18
2. 分析数据的处理	18
3. 实验报告	19
1.5 实验室安全知识	20
第二章 定量分析实验仪器和基本操作	22
2.1 微型滴定仪器及操作	22
2.2 容量玻璃仪器的校正	22
1. 称量法	23
2. 相对校准法	25
2.3 重量分析法的基本操作	26
1. 样品的溶解	27

2. 试样的沉淀	27
3. 沉淀的过滤和洗涤	28
4. 沉淀的烘干和灼烧	33
5. 重量分析计算	35
2.4 定量分析常用仪器及操作	36
1. 分析天平	36
2. 高温电阻炉(马弗炉)	43
3. 分光光度计	48
第三章 酸碱滴定实验	52
实验1 有机酸摩尔质量的测定(微型滴定法)	52
实验2 食用醋中总酸度的测定(微型滴定法)	56
实验3 混合碱中各组分含量的测定(微型滴定法)	58
实验4 阿司匹林药片中乙酰水杨酸含量的测定	62
实验5 磷矿中 P_2O_5 含量的测定	66
实验6 尿素中氮含量的测定	68
实验7 醋酸钠含量的测定(非水滴定法)	70
实验8 α -氨基酸含量的测定(微型非水滴定法)	73
实验9 HCl 和 HAc 混合液的电位滴定	76
实验10 酸碱滴定设计实验	80
第四章 络合滴定实验	82
实验11 自来水总硬度的测定(微型滴定法)	82
实验12 复方氢氧化铝药片中铝和镁的测定(微型滴定法)	86
实验13 铝合金中铝含量的测定(微型滴定法)	89
实验14 铝合金中铋、铅含量的分析	91
实验15 镀铜锡镍合金溶液中铜、锡、镍的连续测定	94
实验16 钙制剂中钙含量的测定(微型滴定法)	97
实验17 保险丝中铅含量的测定	99
实验18 络合滴定设计实验	101
第五章 氧化还原滴定实验	103
实验19 过氧化氢含量的测定	103

实验 20	石灰石中钙含量的测定	107
实验 21	水样中化学耗氧量的测定	109
实验 22	铜合金中铜含量的间接碘量法测定	113
实验 23	漂白粉中有效氯的测定	117
实验 24	苯酚含量的测定	119
实验 25	维生素 C 制剂及果蔬中抗坏血酸含量的碘量法测定	122
实验 26	铁矿石中铁含量的测定	125
实验 27	葡萄糖注射液中葡萄糖含量的测定	128
实验 28	胱氨酸制品中胱氨酸含量的测定	131
实验 29	氧化还原滴定设计实验	134
第六章 沉淀滴定与重量分析实验		136
实验 30	可溶性氯化物中氯含量的测定(莫尔(Mohr)法)	136
实验 31	可溶性氯化物中氯含量的测定(佛尔哈德(Volhard)返 滴定法)	140
实验 32	可溶性钡盐中钡含量的测定(BaSO_4 沉淀灼烧干燥恒重 重量分析法)	143
实验 33	可溶性钡盐中钡含量的测定(BaSO_4 沉淀微波干燥恒重 重量法)	146
实验 34	钢铁中镍含量的测定(丁二酮肟有机试剂沉淀重量分析法)	148
实验 35	沉淀滴定法方案设计实验	151
第七章 常用分离方法实验		153
实验 36	水中铬离子的分离及测定(离子交换分离法及氧化还原 容量法)	153
实验 37	钴、锌离子交换分离及测定	156
实验 38	铁矿中镍含量的测定(萃取分离-吸光光度法测定)	160
实验 39	纸层析法分离食用色素	162
实验 40	纸上电泳法分离混合氨基酸	165
第八章 吸光光度分析实验		168
实验 41	邻二氮菲吸光光度法测定微量铁	168

实验 42	土壤中有有效磷的测定	172
实验 43	水样中六价铬的测定	175
实验 44	钢样中锰的吸光光度法测定	177
实验 45	吸光光度法设计实验	179
第九章 综合实验.....		181
附 录.....		186

第一章 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

分析化学实验是大学化学专业的重要基础课程之一。学生通过学习该课程,可以加深对分析化学基础知识和基本理论的理解,正确和较熟练地掌握分析化学实验的技能与基本操作。除此以外,还可提高观察、分析和解决问题的能力,培养严谨细致的工作作风和实事求是的科学态度,树立严格的“量”的概念。这些对后续课程的学习和将来的科学研究与实际工作都非常重要。

学生是学习的主体,要学好该课程并达到预期的目的,在学习过程中应做到以下几点:

(1) 实验前认真预习。了解实验步骤和注意事项,结合理论学习,领会实验原理,做到心中有数。预习时可写好预习报告,即写出实验报告的部分内容,列出表格,查找有关参数,以便实验时及时、准确地记录实验现象和进行数据处理。

(2) 实验时要严格按照规范操作,仔细观察实验现象并及时记录。认真思考实验中出现的问題,学会运用所学理论知识解释实验现象。此外,应保持实验台和整个实验室的整洁。应特别强调实事求是、严谨科学的态度与动手能力的培养,切忌弄虚作假、编造数据。

(3) 实验后及时撰写实验报告。实验报告一般包括题目、日期、实验目的、简单原理、原始记录、结果(附计算公式)和讨论等内容。上述各项内容的繁简,应根据各实验的具体情况而定,以清楚、简练、整齐为原则。实验报告一般可在预习报告的基础上写成,即通过补充完善实验记录、数据处理和讨论,预习报告即成实验报告。

教师是学习的主导者,在实验教学过程中应努力做到下述几点:

(1) 上好第一堂实验课。在第一次实验课上,讲清实验的整体安排、要

求、注意事项和评分标准等,强调分析化学实验的重要性,激发学生学习兴趣。

(2) 实验前认真备课,凝练课堂讲授内容,以留出更多时间让学生动手操作。这主要包括确定需传授的基本知识、演示的实验操作以及上次实验存在的问题和本次实验成功的关键等。

(3) 指导实验时,应坚守工作岗位,及时发现和指出学生的操作错误与不良习惯;集中精力指导实验,不做其他杂事。

(4) 仔细批改实验报告,及时归纳学生实验和实验报告中存在的问题,以便下次实验前总结。

学生实验成绩评定则宜包括以下几个方面的内容:①预习情况及实验态度;②实验操作技能与实验记录;③实验报告的规范性,实验结果的精密度、准确度和有效数字的表达,实验中存在的问题的分析。

1.2 定量分析化学实验概论

1. 定量分析过程

定量分析通常包括取样,试样分解和分析试液制备,选择合适的分析方法进行测定,分析结果的计算等几个步骤。

(1) 取样。根据分析试样的存在状态(固体、液体或气体),采用合适的取样方法取样。取样的关键是保证所取试样具有代表性,否则后续分析将毫无意义,甚至导致错误的结论。有关取样的较详细讨论见本章 1.3 小节。

(2) 试样分解和分析试液的制备。定量化学分析一般要求待测组分处于溶液状态,因此需根据试样的性质、分析目的和共存物质的情况选择合适的分解方法分解试样,使待测组分定量转入溶液中。分解过程中应注意防止待测组分损失,避免引入干扰杂质。无机试样的分解方法有溶解法和熔融法;有机试样的分解,则多采用干式灰化法和湿式消化法。

(3) 选择分析方法进行测定。根据分析任务、分析对象或测定原理等的不同,分析方法可分为定性分析、定量分析和结构分析;无机分析和有机分析;化学分析和仪器分析;例行分析和仲裁分析等。在选择分析方法时,应考虑分析任务、分析对象、对分析结果准确度的要求和实验室的现有条件等多个方面的因素。在保证分析结果达到要求的前提下,尽量选择简便、快速、低成本的分析方法。

滴定分析法是常见的化学分析方法之一，它是指将一种已知准确浓度的试剂溶液(标准溶液，通常又称滴定剂)滴加到待测物质的溶液中，直到所加的滴定剂与待测物质按化学计量关系定量反应完全为止。然后根据滴定剂浓度、用量以及相关的化学计量关系，计算待测物质的含量。由于这种测定方法是以测量溶液体积为基础，故又有容量分析法之称。

滴定分析法具有简便、快速、准确等优点，适于常量组分的分析，目前在环境、食品、地质、医药等领域仍有广泛应用。根据滴定反应类型的不同，滴定分析法又分为酸碱滴定法、络合滴定法、氧化还原滴定法和沉淀滴定法。

滴定分析法对滴定反应有一定的要求，具体为：

①反应必须具有确定的化学计量关系，即反应按一定的反应方程式进行，这是定量计算的依据。

②反应完全，能定量进行(反应完全程度 $\geq 99.9\%$)。

③反应速度足够快。对于速度较慢的反应，可以通过加热、增加反应物浓度、加入催化剂等措施来提高反应速度。

④有简便适当的方法确定反应已进行完全，即滴定终点已到达。

若化学反应不具备这些条件，有时可通过适当的前置反应使待测物与另一符合要求的化学反应定量相关，从而达到测定待测物的目的。根据前置反应所起作用的差别，常将相应的滴定方法分别称为间接滴定法、返滴定法和置换滴定法，以别于直接滴定法。

(4) 分析结果的计算。根据化学反应的计量关系计算待测组分的浓度或含量。除此以外，有时还需计算偏差等参数。

2. 溶液浓度的表示方法及计算

a. 物质的量浓度 c_B

分析化学中常将其简称为浓度，它等于溶质 B 的物质的量 n_B 除以溶液的体积 V ，单位为 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 或其倍数单位，如 $\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ 或 $\text{mol} \cdot \text{mL}^{-1}$ 等。

$$c_B = \frac{n_B}{V}$$

b. 质量浓度 ρ_B

指单位体积溶液中所含溶质 B 的质量 m_B ，常用单位为 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

$$\rho_B = \frac{m_B}{V}$$

吸光光度法的标准溶液系列以及滴定分析的一般试剂常用此表示浓度，如

指示剂浓度为 $20\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ (即以往的 0.2%) , $50\text{g} \cdot \text{L}^{-1} \text{KMnO}_4$ (即以往的 $5\% \text{KMnO}_4$) 等, 有些教材或论文仍继续使用 0.2% 和 0.5% 等表示方法。

c. 质量摩尔浓度 b_{B}

指单位质量溶剂 A 中所含某物质 B 的物质的量, 常用单位为 $\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

$$b_{\text{B}} = \frac{n_{\text{B}}}{m_{\text{A}}}$$

b_{B} 多在标准缓冲溶液的配制中使用。

根据 SI 单位制, 各学科都有自己特殊、常用的单位。分析化学中常用的量及其单位的名称与符号如表 1-1 所示。对分析化学中习惯使用的(1 + 2) HCl 溶液(即浓 HCl 与水的体积比为 1: 2 的溶液) 的表示方式, 本教材将继续沿用, 但它不宜作为一种浓度单位使用。

表 1-1 分析化学中常用的量及其单位的名称与符号

量的名称	量的符号	单位名称	单位符号	代用单位
相对原子质量	A_{r}	(量纲为 1)		
相对分子质量	M_{r}	(量纲为 1)		
物质的量	n	摩(尔)	mol	mmol(毫摩) 等
摩尔质量	M	千克每摩	$\text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}$	$\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ 等
摩尔体积	V_{m}	立方米每摩	$\text{m}^3 \cdot \text{mol}^{-1}$	$\text{L} \cdot \text{mol}^{-1}$ 等
物质的量浓度	c	摩每立方米	$\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$	$\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 等
质量浓度	ρ	千克每立方米	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	$\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 等
质量摩尔浓度	b	摩每千克	$\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$	
质量分数	ω	(量纲为 1)		
质量	m	千克	kg	g, mg 等
摄氏温度	t	摄氏度	$^{\circ}\text{C}$	
密度	ρ	克每立方米	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	$\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ 等
压力、压强	p	帕(斯卡)	Pa	1 atm = 101325Pa 1 mmHg = 133. 322Pa
体积	V	立方米	m^3	L, mL
试样质量	m_{s}	千克	kg	g 等

d. 基本单元及相关浓度的计算

根据 SI 计量单位的规定, 在使用摩尔定义时有一条基本原则, 即必须指明物质的基本单元。基本单元可以是原子、分子、离子或它们的特定组合。例如, 1 mol C , $1\text{ mol}\left(\frac{1}{2}\text{CaO}\right)$, $1\text{ mol H}_2\text{SO}_4$, $1\text{ mol}\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)$, $c_{\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$, $M_{\text{Na}_2\text{CO}_3}$, $M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$ 等, 这里 $1\text{ mol}\left(\frac{1}{2}\text{CaO}\right)$ 中, “ $\frac{1}{2}$ ”称为基本单元系数, 而 “ $\frac{1}{2}\text{CaO}$ ”称为 CaO 的基本单元。其余依此类推。

同一物质在用不同基本单元表述时, 其摩尔质量 M 、物质的量 n 、物质的量浓度 c 将各不相同。

(1) 摩尔质量 M 。

物质 B 用不同基本单元表述时, 摩尔质量 M 与基本单元系数 b 间的关系如下:

$$M_{bB} = bM_B$$

例如, Ca 的摩尔质量 $M_{\text{Ca}} = 40.08\text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$, 若以 “ $\frac{1}{2}\text{Ca}$ ” 为基本单元, 则

$$M_{\frac{1}{2}\text{Ca}} = \frac{1}{2} \times 40.08\text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} = 20.04\text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}。$$

(2) 物质的量 n 。

物质 B 的物质的量 n 与其基本单元系数 b 的关系为

$$n_{bB} = \frac{1}{b}n_B$$

例如, $n_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 1.5\text{ mol}$, 若以 “ $\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4$ ” 为基本单元, 则

$$n_{\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4} = 2n_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 2 \times 1.5\text{ mol} = 3.0\text{ mol}。$$

(3) 物质的量浓度 c 。

物质 B 的物质的量浓度 c 与基本单元系数 b 的关系可表示为

$$c_{bB} = \frac{1}{b}c_B$$

例如, 已知 $c_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} = 0.1000\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 若以 “ $\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ” 为基本单元, 则

$$c_{\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} = 2 \times 0.1000 = 0.2000\text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}。$$

3. 溶液的配制方法

a. 一般溶液的配制方法

用固体物质配制溶液时,可先根据 $m = cVM$ 式计算需称取的质量(注意 M 与 c 的基本单元须一致)。

例如,若想配制 500.0mL $c_{\frac{1}{5}\text{KMnO}_4} = 0.100\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 KMnO_4 溶液,需称取 KMnO_4 固体的质量为: $m = c \times V \times M_{\frac{1}{5}\text{KMnO}_4} = 0.100\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \times 0.5000\text{L} \times \frac{1}{5} \times 158.03\text{g} \cdot \text{mol}^{-1} \approx 1.58\text{g}$ 。

同样,若用 As_2O_3 配制 250.0mL $n_{\frac{1}{2}\text{H}_3\text{AsO}_3} = 0.1000\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 溶液,需称取 As_2O_3 固体的质量为: $m = c \times V \times M_{\text{As}_2\text{O}_3} = c \times V \times \frac{1}{4}M_{\text{As}_2\text{O}_3} = 0.1000\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \times 0.2500\text{L} \times \frac{1}{4} \times 197.84\text{g} \cdot \text{mol}^{-1} = 1.236\text{g}$ 。

然后,用台秤或分析天平称取所需质量的固体试剂置于烧杯中,加适量水溶解,再稀释到合适的体积。试剂溶解时放热或加热促溶时,须等溶液冷却后再转入试剂瓶或定量转移至容量瓶中。溶液配好后,应马上贴上标签,注明溶液的名称、浓度和配制日期。

易水解盐溶液的配制需要特别小心,配制时需加适量酸后再用水或稀酸稀释。而对于那些易被氧化或还原的试剂,常在使用前临时配制,或采取加还原(氧化)剂的办法防止其被氧化(还原)。对于易侵蚀或腐蚀玻璃的溶液,不能盛放在玻璃瓶内,应用其他容器盛放,如氟化物应保存在聚乙烯瓶中,苛性碱最好也盛装在聚乙烯瓶中,若用玻璃瓶盛装则需将玻璃塞换成橡皮塞。

配制指示剂溶液时,需称取的指示剂量往往很少,这时可用分析天平称量,但只要读取两位有效数字即可。要根据指示剂的性质,采用合适的溶剂,必要时还要加入适当的稳定剂。配好的指示剂一般贮存于棕色瓶中,使用过程中应注意其保存期。

配制溶液时,还要合理选择试剂的级别,不要超规格使用试剂,以免造成浪费;也不要降低规格使用试剂,以免影响分析结果的准确性。经常并大量使用的溶液,可先配制成浓度较大的储备液,使用时再进一步稀释即可。

b. 标准溶液的配制

标准溶液可采用直接法或间接法(标定法)配制。

直接法适于基准试剂溶液的配制,配制过程如下:用分析天平准确称取一定量的基准试剂,溶于适量的水或溶液中,再定量转移到容量瓶中,用水稀释至刻度。根据称取试剂的质量和容量瓶的体积,可计算出所配标准溶液的准确浓度。基准试剂应具备下列条件: