

高等学校“十二五”规划教材

分析化学实验

Analytical Chemistry Experiment

赵红艳 | 主编

赵殊 史俊友 | 副主编



化学工业出版社

高等学校“十二五”规划教材

分析化学实验

Analytical Chemistry Experiment

赵红艳 | 主编

赵殊 史俊友 | 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书包括化学分析实验和仪器分析实验两部分内容。化学分析实验包括化学分析实验基本知识、定量分析实验的基本操作技术及定量化学分析实验 27 个。仪器分析实验包括光分析、电分析、色谱分析的基本原理、仪器的基本构造及典型仪器的操作方法及仪器分析实验 35 个。本书在实验内容安排上,注意逐步培养学生的实验知识和技能,力求每个实验均能突出某一方面的基本知识和技能训练。考虑到各校实验设备条件的不同,书中所列实验内容比教学大纲中稍多一些,相近内容的方法常并列几个,以便各校根据自身条件进行选择。

本书可作为化学、应用化学、化工、生物、环境、材料、食品等专业的教材,也可供相关人员参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/赵红艳主编. —北京:化学工业出版社, 2014.7

高等学校“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-20553-7

I. ①分… II. ①赵… III. ①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(2014)第 087015 号

责任编辑:宋林青
责任校对:蒋 宇

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 装:北京云浩印刷有限责任公司
787mm×1092mm 1/16 印张 12 字数 307 千字 2015 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: 25.00 元

版权所有 违者必究

前 言

分析化学是发展和应用各种理论、方法、仪器和策略以获取有关物质在相对时空内的组成和性质的信息的一门科学，包括化学分析和仪器分析，主要任务是鉴定物质的化学组成、表征结构和测量有关组分的含量。因而，分析化学是以实验为主的学科，是加强实践性教学环节的一门主要课程。分析化学实验主要训练学生掌握化学分析和仪器分析的基本知识、基本操作、基本技能、典型的分析方法和实验数据处理方法；确立“量”、“误差”、“偏差”及“有效数字”的概念；了解并能掌握影响分析结果的主要因素和关键环节，学习合理地选择实验条件和实验仪器，以确保测定结果的可靠性，为后续课程的学习及将来从事化学教学和科研工作打下良好的基础。

本书的实验是根据当前教学实际情况，从一些经典的分析化学实验中选编出来的，对有些实验内容做了改进，此外还增加了一些新的内容。本书包括化学分析和仪器分析两部分，化学分析实验包括化学分析实验基本知识、定量分析实验的基本操作技术、定量化学分析实验 27 个；仪器分析实验包括光分析、电分析、色谱分析的基本原理，仪器的基本构造及典型仪器的操作方法及仪器分析实验 35 个。在实验内容的安排上，注意逐步培养学生较全面的实验知识和技能，力求每个实验均能突出某一方面的基本知识和技能训练。考虑到各校实验设备条件的不同，各专业实验内容的不同，书中所列实验内容比教学大纲中的稍多一些，相近内容的方法常并列几个，以便学校根据自身条件进行选择。

参加本教材编写的有赵红艳（第 1 篇化学第 1、2、3 章），赵殊（第 2 篇第 1、2 章）；史俊友（第 2 篇第 6、7 章）、刘里（第 2 篇第 3、4 章）、冯亚娟（第 2 篇第 5、8 章）。

在本书编写过程中，曲靖师范学院及化学化工学院做了各种组织工作。云南大学曹秋娥教授对本书进行了审阅，给予积极评价，提出了许多宝贵的意见和修改建议。曲靖师范学院化学化工学院汪帆教授、林雪飞教授对本书的出版给予了大力支持，对此谨表谢意。

限于编者水平，书中缺点、疏漏在所难免，恳请读者批评指正。

编者
2014 年 4 月

目 录

第 1 篇 化 学 分 析

第 1 章 化学分析实验的基本知识	2
1.1 化学分析实验的目的和要求	2
1.2 化学分析实验一般知识	2
第 2 章 定量分析实验的基本操作技术	10
2.1 分析天平	10
2.2 滴定分析的仪器和基本操作	14
2.3 重量分析的基本操作	17
第 3 章 定量分析实验	20
实验 3-1 分析天平称量练习	20
实验 3-2 电子天平称量练习	21
实验 3-3 滴定分析基本操作练习	22
实验 3-4 盐酸和氢氧化钠溶液浓度的标定	24
实验 3-5 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	27
实验 3-6 工业纯碱总碱度的测定	28
实验 3-7 混合碱组成的分析及各组分含量的测定	30
实验 3-8 有机酸摩尔质量的测定	32
实验 3-9 食醋中醋酸含量的测定	33
实验 3-10 EDTA 标准溶液的配制与标定	34
实验 3-11 水的总硬度测定	36
实验 3-12 石灰石或白云石中钙、镁的测定	39
实验 3-13 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	40
实验 3-14 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	42
实验 3-15 过氧化氢含量的测定	44
实验 3-16 水样中化学耗氧量(COD)的测定	45
实验 3-17 重铬酸钾法测定铁矿石中全铁含量(无汞定铁法)	47
实验 3-18 重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量(SnCl_2 - HgCl_2 法)	49
实验 3-19 I_2 及 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制及标定	50
实验 3-20 铜盐中铜的测定	53
实验 3-21 溴酸钾法测定苯酚	54
实验 3-22 氯化物中氯的测定(莫尔法)	56

实验 3-23	氯化物中氯的测定 (佛尔哈德法)	58
实验 3-24	氯化钡中钡含量的测定——重量法	60
实验 3-25	邻二氮菲分光光度法测定铁 (基本条件实验及试样中微量铁的测定)	62
实验 3-26	水泥熟料全分析 (综合实验)	65
实验 3-27	自拟方案实验	66

第 2 篇 仪器分析

第 1 章	仪器分析实验的基本知识	70
1.1	仪器分析实验的基本要求	70
1.2	实验数据处理和结果表达	71
第 2 章	紫外-可见吸收光谱法	74
2.1	概述	74
2.2	紫外-可见分光光度计的结构及使用	74
2.3	实验	78
实验 2-1	分光光度计的性能检验	78
实验 2-2	分光光度法测定邻二氮菲-铁 (II) 配合物的组成	79
实验 2-3	磺基水杨酸合铁稳定常数的测定	80
实验 2-4	有机化合物的紫外吸收光谱及溶剂效应	82
实验 2-5	食品中 NO_2^- 含量的测定	85
实验 2-6	食品中防腐剂 (苯甲酸、山梨酸) 的紫外光谱测定	87
实验 2-7	紫外分光光度法同时测定维生素 C 和维生素 E	89
第 3 章	红外吸收光谱法	91
3.1	概述	91
3.2	红外光谱仪的结构及使用	91
3.3	实验	94
实验 3-1	红外光谱的校正——薄膜法聚苯乙烯红外光谱的测定	94
实验 3-2	有机物红外光谱的绘制及结构分析	96
实验 3-3	红外光谱测定有机物结构	97
实验 3-4	醛和酮的红外光谱	99
第 4 章	原子发射光谱	101
4.1	概述	101
4.2	原子发射光谱仪的结构及使用	101
4.3	实验	106
实验 4-1	原子发射光谱定性分析及半定量分析——CaO 试样中杂质的检测 及 Si 和 Mg 含量的测定	106
实验 4-2	电感耦合等离子体发射光谱测定饮用水中总硅含量	109
实验 4-3	电感耦合等离子体发射光谱法测定人发中微量铜、锌和铅	111

第 5 章 原子吸收光谱法	113
5.1 概述	113
5.2 原子吸收分光光度计的结构及使用	113
5.3 实验	116
实验 5-1 自来水中钙和镁的测定	116
实验 5-2 原子吸收光谱法测废水中铜——标准加入法	118
实验 5-3 石墨炉原子吸收法测定水中的铅	119
实验 5-4 原子吸收光谱法测定豆乳粉中铁、铜、钙的含量	120
实验 5-5 巯基棉分离富集——原子吸收光谱法测定痕量镉	122
第 6 章 气相色谱分析法	125
6.1 概述	125
6.2 气相色谱仪的结构及使用	126
6.3 实验	132
实验 6-1 载气流速及柱温变化对分离度 R 的影响	132
实验 6-2 气相色谱定性分析——纯物质对照法	134
实验 6-3 乙醇、丙酮及水混合溶液的气相色谱分析——保留值定性、归一化 法定量	136
实验 6-4 利用内标法定量分析正己烷中的环己烷	138
第 7 章 高效液相色谱法	140
7.1 概述	140
7.2 高效液相色谱仪的结构及使用	140
7.3 实验	142
实验 7-1 高效液相色谱柱效能的测定	142
实验 7-2 果汁(苹果汁)中有机酸的分析	144
实验 7-3 可乐、咖啡、茶叶中咖啡因的高效液相色谱分析——外标 法定量	146
第 8 章 电分析化学法	149
8.1 概述	149
8.2 电分析仪器结构及使用	152
8.3 实验	158
实验 8-1 水样的 pH 值测定	158
实验 8-2 离子选择性电极测定饮用水中微量氟——标准曲线法	160
实验 8-3 H_2SO_4 和 H_3PO_4 混合酸的电位滴定	163
实验 8-4 醋酸的电位滴定分析及其离解常数的测定	165
实验 8-5 自动电位滴定法测定水中 Cl^- 和 I^- 的含量	166
实验 8-6 库仑滴定法测定微量砷	168
实验 8-7 极谱法测定扩散系数和半波电位	169
实验 8-8 单扫描示波极谱法测定痕量镉	170
实验 8-9 阳极溶出伏安法测定水样中铜、镉的含量	172

附录	175
附录 1 常用基准物质及其干燥条件与应用	175
附录 2 常用指示剂	175
附录 3 常用缓冲溶液的配制	177
附录 4 原子发射光谱法中元素的主要灵敏线	178
附录 5 原子吸收光谱法中元素的主要吸收线	179
附录 6 常用化合物的相对分子质量表	180
附录 7 原子量表	182
参考文献	183

第 1 篇 化学分析

第1章 化学分析实验的基本知识

1.1 化学分析实验的目的和要求

分析化学是关于研究物质的组成、含量、结构和形态等化学信息的分析方法及理论的一门科学，是一门实践性很强的学科。分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分，它与分析化学理论课密切配合，是化学、化工、生物、环境、医药等专业的基础课程之一。

学生通过本课程的学习，可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；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；养成严格、认真和实事求是的科学态度，提高观察、分析和解决问题的能力，为学习后继课程和将来从事实际工作打下良好的基础。

为了达到上述目的，对化学分析实验课提出以下基本要求。

(1) 认真预习

每次实验前必须明确实验目的和要求，领会实验原理，了解实验步骤和注意事项，写好预习报告，做到心中有数。

(2) 仔细实验，如实记录，积极思考

实验过程中，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。细心观察实验现象，及时将实验条件和现象以及分析测试的原始数据记录在实验记录本上，不得随意涂改；同时要勤于思考分析问题，注意手脑并用，善于发现和解决实验过程中出现的问题，培养良好的实验习惯和科学作风。

(3) 认真写好实验报告

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。实验报告一般包括实验名称、实验日期、实验目的、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、实验结果和讨论。实验报告应简明扼要，图表清晰。

(4) 严格遵守实验室规则，注意安全

保持实验室内安静、整洁。实验台面保持清洁，仪器和试剂按照规定摆放整齐有序。爱护实验仪器设备，实验中如发现仪器工作不正常，应及时报告教师处理。实验中要注意节约。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。

1.2 化学分析实验一般知识

1.2.1 分析用纯水

(1) 纯水的规格

在分析化学实验中，应根据所做实验对水质的要求，合理选用不同规格的纯水。



制备纯水的方法不同,带来的杂质情况也不同。我国已建立了实验室用水规格的国家标准 GB 6682—92,其中规定了实验室用水的技术指标、制备方法和检验方法等。表 1-1 为实验室用水的级别及主要指标。

表 1-1 实验室用水的级别及主要指标

指标名称		一级	二级	三级
pH 范围(25℃)		—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/ $\text{mS}\cdot\text{m}^{-1}$	$\leq$	0.01	0.10	0.50
吸光度(254nm,1cm 光程)	$\leq$	0.001	0.01	—
可溶性硅(以 SiO_2 计)/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	$<$	0.01	0.02	—

在实际工作中,有些实验对水还有特殊的要求,可根据需要检验有关项目,如氧、铁、氨含量等。实验室常用的蒸馏水、去离子水和电导水,它们在 298K 时的电导率分别为 $1\text{mS}\cdot\text{m}^{-1}$ 、 $0.1\text{mS}\cdot\text{m}^{-1}$ 、 $0.1\text{mS}\cdot\text{m}^{-1}$,与三级水的指标相近。

(2) 纯水的制备

① 蒸馏法 将自来水在蒸馏器中加热汽化,水蒸气冷凝即得蒸馏水。能除去水中非挥发性的杂质,比较纯净,但不能完全除去水中溶解的气体杂质。此外,一般蒸馏器所用的材料是不锈钢、玻璃、石英等。蒸馏法的设备成本低,操作简单,但消耗能量大。

② 离子交换法 应用离子交换树脂分离水中杂质的方法,制得的水称去离子水,目前多采用阴阳离子交换树脂的混合床装置来制备。其去离子效果好,制水量大,成本低,但设备及操作较复杂,不能除去水中非离子型杂质,因而去离子水中常含有微量有机物。

③ 电渗析法 在离子交换技术的基础上发展起来的,它是在外电场的作用下,利用阴阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而去除离子型杂质,此法也不能除去非离子型杂质,而且去离子能力不如离子交换法,仅适用于要求不很高的分析工作。但离子交换树脂的再生比离子交换柱简单,电渗析器的使用周期也比离子交换柱长。好的电渗析器制备的纯水可达三级水的水平。

(3) 纯水的检验及合理选用

纯水的检验有物理方法和化学方法两类。检验的项目一般包括:电导率或电阻率、pH、硅酸盐、氯化物及某些金属离子。

① 电导率 水的电导率越低(电阻率越高),表示水中的离子越少,水的纯度越高。如表 1-1 所示。

② pH 用酸度计测定纯水的 pH 在 6 左右。

③ 氯化物 取 20mL 水于试管中,加入 1 滴 $4\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HNO}_3$ 酸化,加入 1~2 滴 $0.1\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{AgNO}_3$ 溶液,如有白色乳状物,则不合格。

④ 硅酸盐 取 20mL 水于小烧杯中,加入 5mL $4\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}\text{HNO}_3$,5mL $50\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 钼酸铵溶液,室温下放置 5min 后,加入 5mL $100\text{g}\cdot\text{L}^{-1}\text{Na}_2\text{SO}_3$ 溶液,观察是否出现蓝色。如呈蓝色,则不合格。

⑤ Cu^{2+} 、 Ca^{2+} 、 Fe^{3+} 等金属离子 取 20mL 水于小烧杯中,加入 1 滴 $2\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 铬黑 T,5mL pH=10 的氨性缓冲溶液,若呈蓝色,说明上述离子含量甚微,水合格;若呈红色,则说明水不合格。

实验中应合理选用纯水。三级水是最常用的纯水,可由蒸馏法、离子交换法及电渗析法制取,除用于一般化学分析实验外,还可用于制取二级、一级水。

二级水可用多次蒸馏或离子交换法制取,主要用于仪器分析实验或无机痕量分析。



一级水可用二级水经石英蒸馏器蒸馏或离子交换处理后,再经 $0.2\mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤取,主要用于超痕量分析及对微粒有要求的实验如高效液相色谱分析用水。一级水应存放于聚乙烯瓶中,临用前制备。

1.2.2 玻璃器皿的洗涤

分析化学实验中使用的玻璃器皿应洁净透明,其内外壁应能被水均匀地润湿,且不挂水珠。

(1) 洗涤方法

洗涤分析化学实验用的玻璃器皿时,要先用相应洗涤剂洗去污物,用自来水冲净洗涤液,至内壁不挂水珠后,再用纯水(蒸馏水或去离子水)淋洗3次。去除油污的方法视器皿而异,烧杯、锥形瓶、量筒和离心管等可用毛刷蘸合成洗涤剂刷洗;滴定管、移液管、吸量管和容量瓶等具有精密刻度的玻璃量器,不宜用刷子刷洗,可以用合成洗涤剂浸泡一段时间。若仍不能洗净,可用铬酸洗液洗涤。洗涤时先尽量将水沥干,再倒入适量铬酸洗液洗涤,注意用完的洗液要倒回原瓶,切勿倒入水池。光学玻璃制成的比色皿可用热的合成洗涤剂或盐酸-乙醇混合液浸泡内外壁数分钟(时间不宜过长),然后依次用自来水及纯水洗净。

(2) 常用的洗涤剂

① 铬酸洗液 是含有饱和 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 的浓 H_2SO_4 溶液。其配制方法是:称取 10g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (工业级即可)于烧杯中,加入约 20mL 热水溶解后,在不断搅拌下,缓慢加入 200mL 浓 H_2SO_4 冷却后,转入玻璃瓶中,备用。具有很强的氧化性,能除去无机物、油污和部分有机物。铬酸洗液可反复使用,其溶液呈暗红色,当溶液呈绿色时,表示已经失效,须重新配制。铬酸洗液腐蚀性很强,且对人体有害,使用时应特别注意安全,也不可将其倒入水池。

② 合成洗涤剂 主要是洗衣粉、洗洁精等,适用于去除油污和某些有机物。

③ 酸性草酸或盐酸羟胺洗涤液 称取 10g 草酸或 1g 盐酸羟胺溶于 100mL 1:1 的 HCl 溶液中即可。适用于洗涤氧化性物质。

④ 碱性高锰酸钾洗涤液 称取 4g 高锰酸钾溶于少量水中,慢慢加入 100mL $100\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 NaOH 溶液中即可。适用于洗涤油污和某些有机物。

⑤ 盐酸-乙醇洗涤液 是化学纯盐酸和乙醇(1:2)的混合溶液,用于洗涤被有色物污染的比色皿、容量瓶和移液管等。

⑥ 有机溶剂洗涤液 主要是丙酮、乙醚、苯或 NaOH 的饱和乙醇溶液,用于洗去聚合物、油脂及其他有机物。

1.2.3 化学试剂

(1) 常用试剂的规格

化学试剂种类繁多,分类的标准不尽相同。重点介绍一般试剂、标准试剂、高纯试剂和专用主要试剂。

一般试剂是实验室中普遍使用的试剂,其规格是以其中所含杂质多少来划分,一般可分为四个等级,其规格和适用范围见表 1-2。

表 1-2 一般试剂的规格和适用范围

试剂级别	名称	英文符号	标签颜色	适用范围
一级	优级纯(保证试剂)	G. R.	绿	精密分析实验
二级	分析纯(分析试剂)	A. R.	红	一般分析实验
三级	化学纯	C. P.	蓝	一般化学实验
生化试剂	生化试剂	B. R. 或 C. R.	咖啡色等	生物化学实验



标准试剂是用于衡量其他待测物质化学量的标准物质,我国习惯称其为基准试剂。标准试剂的特点是主体含量高而且准确可靠。我国规定容量分析第一基准和容量分析工作基准其主体含量分别为 $100\% \pm 0.02\%$ 和 $100\% \pm 0.05\%$ 。

高纯试剂中的杂质含量低于优级纯或基准试剂,其主体含量与优级纯试剂相当,而且规定检测的杂质项目要多于同种的优级纯或基准试剂,主要用于痕量分析中试样的分解及试液的制备。如测定试样中的超痕量铅,就必须用高纯盐酸溶样,因为优级纯盐酸所引入的铅可能比试样中的铅还多。

专用试剂是指具有专门用途的试剂。例如仪器分析专用试剂中有光谱纯试剂,色谱分析标准试剂,核磁共振分析试剂等。专用试剂主体含量较高。如光谱纯试剂的杂质含量用光谱分析法已测不出或者杂质的含量低于某一限度,它主要用于光谱分析中的标准物质。但光谱纯试剂不能用作化学分析中的基准试剂。

(2) 化学试剂的合理使用

在分析工作中所选用试剂的纯度、级别要与所用的分析方法相当。要结合具体的实验情况,根据分析对象的组成、含量,对分析结果的准确度的要求和分析方法的灵敏度、选择性,合理地选择相应级别的试剂。在满足实验要求的前提下,要注意节约的原则,就低不就高。

化学分析实验通常使用分析纯试剂;仪器分析实验一般用优级纯、分析纯或专用试剂。

试剂在存放和使用过程中要保持清洁。瓶塞不许任意放置,取用后立即盖好,防止污染和变质。

固体试剂应用洁净、干燥的小勺取用,多取的试剂不许倒回原瓶中。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净,以免腐蚀。氧化剂还原剂必须密封,避光保存。易挥发的试剂应低温存放,易燃易爆试剂要贮存于避光、阴凉通风的地方,并要有安全措施。剧毒试剂要专门妥善保管。所有试剂瓶上应标签完好。

1.2.4 标准物质和溶液的配制

为了保证分析、测试结果有一定的准确性,并具有公认的可比性,必须使用标准物质校准仪器、标定溶液浓度和评价分析方法。可见,标准物质是物质组成、结构测定中不可缺少的一种计量标准。目前我国已有一千多种标准物质,例如化学分析中标定溶液浓度的基准试剂,冶金、机械部门研制并得到广泛应用的矿物、纯金属、合金、钢铁等标准试样。

1.2.4.1 标准物质

(1) 标准物质的定义和特征

参照国际标准化组织的标准物质委员会提出的标准物质的定义,国家计量局颁布了标准物质的定义:已确定其一种或几种特性,用于校准测量器皿、评价测量方法或确定材料特性量值的物质。即标准物质是由国家最高计量行政部门颁布的一种计量标准,起到统一全国量值的作用。因此,它必须具备以下特征:材质均匀、性能稳定、批量生产、准确定值,有标明标准值及定值的准确度等项内容的标准物质证书。此外,某些标准物质还应具有与待测物质相近似的组成与特性,以消除待测试样与标准试样间因主体成分的差异给测定结果带来的系统误差。

(2) 标准物质的分级

标准物质分为两个级别。一级标准物质采用绝对测量法定值,定值的准确度要具有国内最高水平。一级标准物质主要用于研究与评价标准方法、二级标准物质的定级等。二级标准物质采用准确可靠的方法或直接与一级标准物质比较的方法定值,定值的准确度一般要高于现场(实际工作)测量准确度的3倍以上。二级标准物质主要用于评价现场分析方法、现场



实验室的质量保证和不同实验室之间的质量保证。二级标准物质常称为工作标准物质。通常分析实验所用的标准试样为二级标准物质。

(3) 化学试剂中的标准物质

化学试剂中仅有容量分析基准试剂和 pH 基准试剂属于标准物质。容量第一基准试剂（一级标准物质）的主体含量为 99.98%~100.02%，工作基准试剂（二级标准物质）的主体含量为 99.95%~100.05%，这是滴定分析工作中常用的计量标准，可使滴定分析的不确定度在 0.2% 以内。

一级 pH 基准试剂（一级标准物质）的 $\text{pH}(\text{s})$ 总不确定度为 ± 0.005 ，用这种试剂按规定方法配制的溶液称为一级 pH 标准缓冲溶液，用于 pH 基准试剂的定值和高精密 pH 计的校准。pH 基准试剂（二级标准物质）的 $\text{pH}(\text{s})$ 总不确定度为 ± 0.01 ，用这种试剂按规定方法配制的溶液称为 pH 标准缓冲溶液，主要用于 pH 计的校准（定位）。

1.2.4.2 标准溶液

标准溶液是已确定其主体物质浓度或其他特性量值的溶液。化学实验室中常用的标准溶液有滴定分析用标准溶液、仪器分析用标准溶液和 pH 测定用标准缓冲溶液。

(1) 滴定分析用标准溶液

滴定分析标准溶液用于测定试样中的常量组分，其浓度值保留四位有效数字，其不确定度一般不应大于 0.2%。

配制方法有以下几种。

① 直接法 用工作基准试剂或纯度相当的其他物质直接配制。此法比较简单，但成本高，不宜大批量使用，而且很多标准溶液无合适的物质可以直接配制（如 HCl 、 NaOH 、 KMnO_4 等）。

② 间接配制法（标定法） 选用分析纯试剂配成接近所需浓度的溶液，再用适当的工作基准试剂或其他标准物质进行标定。

我国习惯上将滴定分析用的工作基准试剂和某些纯金属这两类标准物质称为基准物质。基准物质具有确定的化学组成，其组成与化学式相符，纯度高（含量 $> 99.9\%$ ），在空气中稳定等特点。滴定分析常用基准物质见附录 1。

配制时，所用工作基准试剂要按规定预先进行干燥。此外还应根据实验要求选用适当级别的纯水来配制，一般不低于三级水的规格。

标准溶液应密闭保存，避免阳光直射甚至完全避光，见光易分解的标准溶液用棕色瓶贮存。贮存的标准溶液，由于水分蒸发，水珠凝于瓶壁，使用前应将溶液摇匀。溶液的标定周期长短，除与溶质本身性质有关外，还与配制方法、保存方法及实验室气氛有关。较稳定的标准溶液的标定周期为 1~2 个月。

当对实验结果的精确度要求不是很高时，可用优级纯或分析纯试剂代替同种的工作基准试剂进行标定。本书定量化学分析实验中的标准溶液标定，一般以优级纯或分析纯（主体含量同于优级纯）试剂代替工作基准试剂。

(2) 仪器分析中的标准溶液

仪器分析种类繁多，不同的仪器分析实验对试剂的要求也不同。配制仪器分析中的标准溶液可能用到专门试剂、高纯试剂、纯金属，及其他标准物质、优级纯及分析纯试剂等。同种仪器分析方法，当分析对象不同时所用试剂的级别也可能不同。配制仪器分析用标准溶液的纯水应使用二级水。

仪器分析标准溶液的浓度都比较低，除用物质的量浓度表示外，常用质量浓度 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 或 $\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 表示。稀溶液的保质期较短，通常配成比使用液（操作液）浓度高 1~3 个数量级



的浓溶液作为贮备液，临用前进行稀释。当稀释倍数高时，应采用梯度稀释的方法。

为防止溶液在存放过程中，容器对标准溶液的污染和吸附，有些金属离子的标准溶液宜贮存于聚乙烯瓶中。

(3) pH 测量用标准缓冲溶液

用酸度计测量溶液 pH 时，必须选用 pH 基准试剂配制的 pH 标准缓冲溶液对仪器进行校准（定位）。

配制方法有以下几种。

① 用袋装 pH 基准试剂配制 将塑料袋内的试剂全部溶解并稀释至规定的体积即可使用。

② 用 pH 基准试剂配制 将 pH 基准试剂事先经干燥处理后，再配规定的浓度。缓冲溶液可保存 2~3 个月，若发现有浑浊、沉淀或发霉时，则不能再用。

1.2.4.3 一般溶液的配制及保存方法

配制及保存原则：配制溶液时，要牢固树立“量”的概念，要根据溶液浓度准确度的要求，合理选用称量用的天平及量取溶液的量器，记录数据应保留相应有效数字，配好的溶液应根据溶液性质合理贮存。

1.2.5 实验数据的记录、处理和实验报告

(1) 实验数据的记录

学生应有专门的、预先编有页码的实验记录本，不得撕去任何一页。绝不允许将数据记录在单页纸或小纸片上，或随意记录在其他任何地方。

实验过程中的各种测量数据及有关现象，应及时、准确而清楚地记录下来。记录实验数据时，要有严谨的科学态度，要实事求是，切忌夹杂主观因素，绝不能随意拼凑和伪造数据。

实验过程中涉及的各种特殊仪器的型号和标准溶液浓度等，也应及时准确记录下来。

记录实验过程中的各种测量数据时，应注意其有效数字的位数。分析天平称量时，要求记录至 0.0001g；滴定管及吸量管的读数，应记录至 0.01mL；用光度计测定溶液吸光度时，如吸光度在 0.6 以下，应记录至 0.001 的读数，大于 0.6 时，则要求记录至 0.01 读数。

实验记录上的每一个数据，都是测量所得，所以，重复观测时即使数据完全相同，也应记录下来。

进行记录时，无论文字和数据的记录都应清楚、整洁。原始测量数据的记录通常用列表法，这样既简明又清楚。

在实验过程中如发现数据记录或计算有错误时，不得涂改，应将其用线划去，在旁重新写上正确的数字。

(2) 分析数据的处理

在定量分析实验中，一般平行测定 3~5 次，为了衡量分析结果的精密度，通常要求计算平均值、平均偏差和标准偏差，即分析结果应以 $\bar{x}$ 、 $\bar{d}$ 、 s 表示。

算术平均值：

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \cdots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

平均偏差：

$$\bar{d} = \frac{|d_1| + |d_2| + \cdots + |d_n|}{n} = \frac{\sum |d_i|}{n}$$



相对平均偏差:

$$\bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\%$$

标准偏差:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n d_i^2}{n-1}}$$

相对标准偏差:

$$s_r = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\%$$

(3) 实验报告

实验完毕,应用专门的实验报告本,根据预习和实验中的现象及数据记录等,及时而认真地写出实验报告。分析化学实验报告一般包括以下内容。

实验编号 实验名称

一、实验目的

二、实验原理 简要用文字和化学反应方程式说明。例如对滴定分析,通常应包括基准物质,标定和滴定基本反应方程式,指示剂选择及其终点时的颜色变化,标定和滴定计算公式等。对特殊仪器的实验装置,应画出实验装置图。

三、主要仪器和试剂 列出实验中所要使用的主要仪器和试剂。

四、实验步骤 应简明扼要地写出实验步骤流程。

五、实验数据及结果处理 应用文字、表格、图形将数据表示出来。根据实验要求及计算公式计算出分析结果并进行有关数据和误差处理,尽可能地使记录、结果表格化。

六、问题讨论 对教材上的思考题及实验现象、产生的误差等进行讨论和分析,尽可能结合分析化学有关理论,提高分析问题、解决问题的能力,为以后的科学研究及论文撰写打好基础。

1.2.6 实验室安全知识

分析化学实验中,经常使用水、电、大量易破损的玻璃仪器和一些具有腐蚀甚至易燃、易爆或有毒的化学试剂。为确保人身和实验室的安全而且不污染环境,实验中须严格遵守实验室的安全规则。主要包括以下几个方面。

① 禁止将食物和饮料带进实验室,实验中注意不用手摸脸、眼等部位。一切化学药品严禁入口,实验完毕后必须洗手。

② 使用浓酸、浓碱以及其他腐蚀性试剂时,切勿溅在皮肤和衣物上。涉及浓硝酸、盐酸、硫酸、高氯酸、氨水等的操作,均应在通风橱内进行。夏天开启浓氨水、盐酸时一定要先用自来水将其冲冷,再打开瓶盖。使用汞、汞盐、砷化物、氰化物等剧毒品时,要实行登记制度,取用时特别小心,切勿泼洒在实验台面和地面上,用过的废物、废液切不可乱扔,应分别回收,集中处理。实验中的其他废物、废液也要按照环保的要求妥善处理。

③ 使用易燃的有机溶剂时必须远离火焰和热源,用完后放在阴凉通风处保存。用过的试剂倒入回收瓶中。低沸点的有机试剂不能直接在明火或电炉上加热,而应在水浴上加热。

④ 使用高压气体钢瓶时,要严格按操作规程操作。钢瓶应存放在远离明火,通风良好的地方。

⑤ 注意防火。实验室严禁吸烟。万一发生火灾,要保持镇静,立即切断电源或燃气源,并采取针对性的灭火措施。一般的小火用湿布、防火布或沙子覆盖燃烧物灭火。不溶于水的



有机溶剂以及能与水起反应的物质如金属钠，一旦着火，绝不能用水浇，应用沙土压或用二氧化碳灭火器灭火。如电器起火，不可用水冲，应当用四氯化碳灭火器灭火。情况紧急应立即报警。

- ⑥ 使用各种仪器时，要在教师讲解或自己仔细阅读并理解操作规程后，方可动手操作。
- ⑦ 安全使用水、电。离开实验室时，应仔细检查水、电、气、门窗是否关好。
- ⑧ 如发生烫伤和割伤应及时处理，严重者应立即送医院治疗。