

分析化学实验

吉林大学化学系分析化学教研室 编

吉林大学出版社

分析化学实验

吉林大学化学系分析化学教研室 编

吉林大学出版社

分析化学实验

吉林大学化学系分析化学教研室 编

吉林大学出版社出版

吉林省新华书店发行

(长春市东中华路 29 号)

长春大学印刷厂印刷

开本: 850×1168 毫米 1/32

1992 年 8 月第 1 版

印张: 6. 625

1992 年 8 月第 1 次印刷

字数: 162 千字

印数 1—2600 册

ISBN 7-5601-1223-4/O·132

定价: 2. 00 元

前 言

本书是在高等学校理科化学教材编审委员会会议上制订的《分析化学实验》教学大纲的基础上，根据原有的教学基础和近年来的教学实践，由分析化学教研室的部分同志共同编写的。它是一本大学化学系分析化学实验课的教材，适宜于初学分析化学的本科和专科学生使用。内容编排上由浅入深，共包括三部分：一、分析化学实验基础知识；二、定量分析实验；三、基础仪器分析实验。

分析化学实验虽已作为一门独立的课程，单独评定成绩，但应密切配合分析化学的课堂讲授，使学生在实验课时能对所学的理论有所验证并加深理解，起到理论联系实际的作用。更重要的是通过分析化学实验的严格要求，使学生准确地掌握实验的基本操作技能和初步了解进行科学实验的方法，以便培养提高学生分析问题和解决问题的能力。

本书是由高倩、邹明珠、门瑞芝、孙书菊、于桂荣、张燮、孙长清、张忆华、牛凤兰、于爱民、段忆翔、黄东律等同志编写的，程新民同志参加了实验工作，同时得到了教研室其他同志的支持和帮助，在此表示衷心的感谢。

由于编者水平有限，难免有错误和不妥之处，希望同行和读者批评指正。

编者

1991. 9. 15

目 录

第一部分 分析化学实验基础知识

一 实验室安全规则	(1)
二 玻璃仪器的洗涤	(2)
三 化学试剂规格	(3)
四 定量和定性分析滤纸的规格	(4)
五 分析化学中常用的干燥剂	(5)
六 常用溶剂所适用的坩埚	(6)
七 原装酸、碱的含量、密度、浓度	(7)
八 纯水的制备及检定	(8)
九 溶液的配制方法	(10)
十 实验数据的记录、处理和实验报告	(12)

第二部分 定量分析实验

实验一 分析天平称量练习	(14)
实验二 重量法操作练习	(16)
实验三 钡盐中钡的测定硫酸钡(重量法)	(19)
实验四 滴定法操作练习	(22)
实验五 容量分析仪器的校准	(24)
实验六 混合碱中 Na_2CO_3 、 NaHCO_3 含量的测定	(29)
实验七 水的硬度的测定	(31)
实验八 溶液中铋和铅的连续测定	(33)
实验九 重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量	(35)
实验十 碘量法测定铜合金中铜的含量	(37)
实验十一 高锰酸钾法测定 H_2O_2 的含量	(40)
实验十二 水中化学耗氧量(COD)的测定	(42)

实验十三	氯化物中氯的测定	(44)
实验十四	分析方案设计	(46)
实验十五	水泥中铁、铝、钙、镁的测定	(49)
实验十六	磷酸的电位滴定	(57)
实验十七	HCl 和 HAc 混合酸的连续滴定	(62)
实验十八	邻二氮菲分光光度法测定铁条件的研究	(72)
实验十九	水中六价铬的测定	(79)
实验二十	萃取光度法测定钢中钒	(82)
实验二十一	纸上层析法分离 Ni^{2+} 、 Mn^{2+} 、 Co^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Cu^{2+}	(85)
实验二十二	离子交换树脂交换容量的测定	(90)
实验二十三	纸上层析法分离氨基酸	(94)
实验二十四	离子交换层析法分离铁和钒	(100)

第三部分 基础仪器分析实验

实验一	气相色谱法测定混合物中苯、甲苯和乙苯 的含量	(103)
实验二	高效液相色谱分析水中的醇系物	(108)
实验三	离子选择性电极法测定水中氟含量	(131)
实验四	极谱分析基础实验	(134)
实验五	原子吸收分光光度法测定矿石中的铜	(139)
实验六	原子发射光谱定性分析方法	(144)
实验七	紫外分光光度法测定混合物中非那西汀和 咖啡因的含量	(155)
实验八	示差分光光度法测定铬	(161)
实验九	红外光谱定性分析方法	(167)
实验十	核磁共振波谱法测量氢谱	(174)
附录	(181)

第一部分 分析化学实验基础知识

一、实验室安全规则

1. 实验室内严禁饮食、吸烟。一切化学药品严禁入口。水、电、煤气灯使用完毕后，应立即关闭。

2. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性，切勿溅在皮肤和衣服上。用浓 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等溶样时均应在通风橱中操作，不准在实验台上直接进行加热。

3. 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时，要远离火焰和热源，用后应倒入瓶中回收，不准倒入水槽中，以免造成污染。

4. 汞盐、钡盐、铬盐、 As_2O_3 、氰化物以及 H_2S 气体均有毒，使用时要特别小心。氰化物与酸作用，放出 HCN 有剧毒！严禁在酸性介质中加入氰化物！

5. 分析天平、72 型及 722 型分光光度计、酸度计等是分析实验室中常用的精密仪器，使用时应严格按照规程进行操作。用后应拔去插头，将仪器各部分旋钮恢复到原来位置。

6. 如发生烫伤，可在烫伤处抹上黄色的苦味酸溶液或烫伤软膏。严重者应立即送医院治疗。实验室如发生火灾，应根据起火的原因有针对性地灭火。酒精及其它可溶于水的液体着火时，可用水灭火；汽油、乙醚等有机溶剂着火时，用砂土扑灭，此时绝不能用水，否则反而扩大燃烧面；导线和电器着火时，应首先切断电源，不能用水及二氧化碳灭火器，用 CCl_4 灭火器灭火。衣服着火时，忌奔跑，而应就地躺下滚动，或用湿衣服在身上抽打灭火。

7. 实验室应保持室内整齐、干净。不能将毛刷、抹布扔在水槽中。禁止将固体物、玻璃碎片、废纸、火柴杆等扔入水槽内，以免造成下水道堵塞。此类物质应放入废纸箱或实验室规

定的地方。废酸、废碱等应小心倒入塑料提桶内，切勿倒入水槽内，以免腐蚀下水管道。

二、玻璃器皿的洗涤

分析化学实验中使用的器皿应洗净，其内壁应能被水均匀润湿而无条纹，且不挂水珠。

实验室中常用的烧杯、锥形瓶、量筒等一般的玻璃器皿，可用毛刷蘸去污粉或合成洗涤剂刷洗，再用自来水冲净，然后用蒸馏水或去离子水润洗 2~3 次。

滴定管、移液管、容量瓶等具有精确刻度的仪器，常用铬酸洗液浸泡 15min 左右后，用自来水冲净残留在器皿上的洗液，然后用蒸馏水润洗 2~3 次。

光度法中所用的比色皿，是由光学玻璃制成的，不能用毛刷刷洗。通常视沾污的情况，选用铬酸洗液、HCl-乙醇、合成洗涤剂等浸泡后，用自来水冲洗净，再用蒸馏水润洗 2~3 次。

分析实验室中常用的洗涤剂种类如下：

1. 铬酸洗液的配制及其使用方法

在台秤上称取 10g 工业纯 $K_2Cr_2O_7$ (或 $Na_2Cr_2O_7$) 置于 400ml 烧杯中，先用少许水溶解，在不断搅动下，慢慢注入 200ml 浓硫酸(工业纯)。待溶解冷却后，保存于试剂瓶中，因浓硫酸易吸水，应用磨口玻璃塞子塞好。所配的铬酸洗液为暗红色液体。

使用洗液应按以下顺序操作：

(1) 使用洗液前，必须先将仪器用自来水和毛刷刷洗，倾尽水，以免洗液稀释后降低洗涤效果。

(2) 洗液用过后倒回原瓶，以备下次再用。当洗液变为绿色而失效时，可倒入废液桶中，绝不能倒入下水道，以免腐蚀金属管道。

(3) 用洗液洗涤过的仪器，应先用自来水冲净，再以蒸馏水润洗内壁 2~3 次。

(4)洗液为很强的氧化剂，腐蚀性强，使用时特别注意不要溅在皮肤和衣服上。

必须指出：洗液不是万能的，以为任何污垢都能用它洗去的看法是不对的。如被 MnO_2 沾污的器皿，用洗液是无效的，此时可用粗盐酸或 NaNO_2 、盐酸羟胺等还原剂洗去污垢。

2. NaOH-KMnO_4 水溶液

称取 10g KMnO_4 放入 250ml 烧杯中，加入少量水使之溶解，再慢慢加入 100ml 10% NaOH 溶液，混匀即可使用。该混合液适用于洗涤油污及有机物。洗后在器皿中留下的 $\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 沉淀物；可用 $\text{HCl} + \text{NaNO}_2$ 混合液洗涤。

3. KOH -乙醇溶液

适合于洗涤被油脂或某些有机物沾污的器皿。

4. HNO_3 -乙醇溶液

适合于洗涤油脂或有机物沾污的酸式滴定管。使用时先在滴定管中加入 3ml 乙醇，沿壁加入 4ml 浓 HNO_3 ，盖住滴定管管口，利用反应所产生的氧化氮洗涤滴定管。

5. HCl -乙醇(1 : 2)洗涤液

适合于洗涤染上有色有机物的比色皿。

6. 合成洗涤剂或洗衣粉

市售的洗衣粉是合成的十二烷基苯磺酸钠，属于阴离子型表面活性剂，适合于洗涤被油脂或某些有机物沾污的器皿。

三、化学试剂规格

表一是我国化学试剂等级与某些国家化学试剂等级标志的对照表。

表一 化学试剂等级对照表

质量次序		1	2	3	4	5
我国化学试剂等级标志	级别	一级品	二级品	三级品	四级品	
	中文标志	保证试剂	分析试剂	化学纯	化学用	生物试剂
		优级纯	分析纯	纯	实验试剂	
	符号	GR	AR	CP, P	LR	BR, CR
瓶签颜色	绿色	红色	蓝色	棕色等	黄色等	
德、美、英等国通用等级和符号		GR	AR	CP		
苏联等级和符号		化学纯 XЧ	分析纯 XЧ	纯 Ч		

此外, 还有一些特殊用途的所谓“高纯”试剂. 例如, “光谱纯”试剂, 它是以光谱分析时出现的干扰的谱线强度大小来衡量的; “色谱纯”试剂, 是在最高灵敏度下以 $10^{-10}g$ 下无杂质峰来表示的; “放射化学纯”试剂, 是以放射性测定时出现干扰的核辐射强度来衡量的; “MOS”试剂, 是“金属-氧化物-硅”或“金属-氧化物-半导体”试剂的简称, 是电子工业专用的化学试剂, 等等.

在一般分析工作中, 通常要求使用 AR 级的分析纯试剂. 我们分析实验中使用的试剂均为分析纯试剂, 以后不再加以说明.

化学试剂的检验, 除经典的化学方法之外, 已愈来愈多地使用物理化学方法和物理方法, 如原子吸收光谱法、发射光谱法、电化学方法、紫外、红外和核磁共振分析法以及色谱法等. 高纯试剂的检验, 无疑只能选用比较灵敏的痕量分析方法.

分析工作者必须对化学试剂标准有一明确的认识, 做到合理使用化学试剂, 既不超规格引起浪费, 又不随意降低规格影响分析结果的准确度.

四、定量和定性分析滤纸的规格

化学分析中常用的有定量分析滤纸和定性分析滤纸两种. 它们又分为快速、中速和慢速三类. 定量滤纸又称为“无灰”滤纸, 一般在灼烧后, 每张滤纸的灰分不超过 $0.1mg$. 各种定量滤纸在滤纸盒上用白带(快速)、蓝带(中速)、红带(慢速)作为

分类标志。滤纸外形有圆形和方形两种。常用的圆形滤纸有 $\varphi 7$ 、 $\varphi 9$ 和 $\varphi 11\text{cm}$ 等规格；方形滤纸有 60×60 、 $30 \times 30\text{cm}$ 等规格。表二列出了定量和定性分析滤纸的主要规格。

表二 定量和定性分析滤纸的规格

项目	单位	定量滤纸			定性滤纸		
		快速 (白带)	中速 (蓝带)	慢速 (红带)	快速	中速	慢速
重量	g/m^2	75	75	80	75	75	80
过滤测定示例		氢氧化铁	碳酸锌	硫酸钡	氢氧化铁	碳酸锌	硫酸钡
水分	%不大于	7	7	7	7	7	7
灰分	%不大于	0.01	0.01	0.01	0.15	0.15	0.15
含铁量	%不大于	—	—	—	0.003	0.003	0.003
水溶性氯化物	%不大于	—	—	—	0.02	0.02	0.02

[注]：表中硫酸钡为热溶液。

五、分析化学中常用的干燥剂

分析化学中常用干燥剂主要有无机干燥剂和分子筛干燥剂两类。

1. 无机干燥剂

常用的无机干燥剂有无水 CaCl_2 、变色硅胶、 P_2O_5 、 MgO 、 Al_2O_3 和浓 H_2SO_4 等。干燥剂的性能以能除去产品中水分的效率来衡量。表三是常用无机干燥剂的种类及其特性。

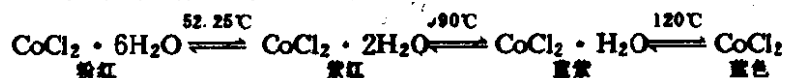
表三 常用无机干燥剂及特性

干燥剂	剩余水分毫克*	备注
无水 CaCl_2	0.14~0.25	吸水后由多孔状变成含水的结块不能重复使用
变色硅胶	6×10^{-3}	吸水后由蓝色颗粒变成粉红色颗粒经 120°C 下烘干后可失水复变成蓝色颗粒**
MgO	3×10^{-3}	
Al_2O_3	3×10^{-3}	
P_2O_5	2×10^{-5}	
CaO	0.2	
浓 H_2SO_4	3×10^{-3}	

* 它是指一定条件下以水蒸汽饱和的空气，通过已称重的干燥剂后，所测得

空气中剩余水分。

** 变色硅胶干燥剂是加变色二氯化钴盐的二氧化硅凝胶，变色原理为：



烘干后可重复使用。

2. 分子筛干燥剂

分子筛种类很多，目前作为商品出售和应用广泛的是 A 型、X 型和 Y 型(见表四)。

表四 各类分子筛的化学组成和特性

类型	孔径 (nm)	化学组成	水吸附量% (w/w)
A 型: 3A (钾 A 型)	0.3	$(0.75\text{K}_2\text{O} + 0.25\text{Na}_2\text{O}) + \text{Al}_2\text{O}_3 + 2\text{SiO}_2$	25
A 型: 4A (钠 A 型)	0.4	$\text{Na}_2\text{O} + \text{Al}_2\text{O}_3 + 2\text{SiO}_2$	27.5
X 型: 13X (钠 X 型)	1.0	$\text{Na}_2\text{O} + \text{Al}_2\text{O}_3 + (2.5 \pm 0.5)\text{SiO}_2$	39.5
Y 型	1.0	$\text{Na}_2\text{O} + \text{Al}_2\text{O}_3 + (3 \sim 6)\text{SiO}_2$	35.2

用分子筛干燥后的气体中含水量一般小于 10ppm。它还适合于许多气体(如空气、天然气、氢、氧、乙炔、二氧化碳、硫化氢等气体)和有机溶剂(如苯、乙醇、乙醚、丙酮、四氯化碳等)的干燥。

六、常用溶剂所适用的坩埚

不同种类的坩埚适合于不同种类的溶剂，表五是常用溶剂所适合的坩埚。此外还有聚四氟乙烯坩埚，它可耐温近 400℃，能耐酸耐碱，不受氢氟酸侵蚀。主要用于氢氟酸溶样，溶样时不会带入金属杂质，是其最大优点。

表五 常用溶剂所适用的坩埚

溶剂种类	适用坩埚						
	铂	铁	镍	银	瓷	刚玉	石英
碳酸钠	+	+	+	-	-	+	-
碳酸氢钠	+	+	+	-	-	+	-

续表五

熔剂种类	适用坩埚						
	铂	铁	镍	银	瓷	刚玉	石英
碳酸钠-碳酸钾(1+1)	+	+	+	-	-	+	-
碳酸钾-硝酸钾(6+0.5)	+	+	+	-	-	+	-
碳酸钠-硼酸钠(3+2)	+	-	-	-	+	+	+
碳酸钠-氧化镁(2+2)	+	+	+	-	+	+	+
碳酸钠-氧化锌(2+1)	+	+	+	-	+	+	+
碳酸钾钠-酒石酸钾(4+1)	+	-	-	-	+	+	-
过氧化钠	-	+	+	-	-	+	-
过氧化钠-碳酸钠(5+1)	-	+	+	+	-	+	-
过氧化钠-碳酸钠(2+1)	-	+	+	+	-	+	-
氢氧化钠(钾)	-	+	+	+	-	-	-
氢氧化钠(钾)-硝酸钠(钾)(6+0.5)	-	+	+	+	-	-	-
碳酸钠-硫磺(1+1)	-	-	-	-	+	+	+
碳酸钠-硫磺(1.5+1)	-	-	-	-	+	+	+
硫酸氢钾	+	-	-	-	+	-	+
焦硫酸钾	+	-	-	-	+	-	+
焦硫酸钾-氟化氢钾(10+1)	+	-	-	-	-	-	-
氧化硼	+	-	-	-	-	-	-
硫代硫酸钠(212℃焙干)	-	-	-	-	+		+

表中“+”表示可以使用，“-”表示不宜使用。碳酸钠和碳酸钾均为无水。

七、原装酸碱的含量、密度、浓度

表六列出了各种原装酸碱的密度和浓度。

表六 常用酸碱的密度和浓度

试剂名称	密度(g/ml)	含量(%)	浓度(mol/L)
盐酸	1.18~1.19	36~38	11.6~12.4
硝酸	1.39~1.40	65.0~68.0	14.4~15.2
硫酸	1.83~1.84	95~98	17.4~18.4
磷酸	1.69	85	14.6
高氯酸	1.68	70.0~72.0	11.7~12.0
冰醋酸	1.05	99.8(优级纯) 99.0(分析纯、化学纯)	17.4
氢氟酸	1.13	40	22.5
氢溴酸	1.49	47.0	8.6
氨水	0.88~0.90	25.0~28.0	13.3~14.8

八、纯水的制备及检定

1. 纯水的制备

在分析化学实验中，根据任务及要求的不同，对水的纯度要求也不同。对于一般的分析工作，采用蒸馏水或去离子水即可；而对于超纯物质分析，则要求纯度较高的“高纯水”。由于空气中的 CO_2 可溶于水中，故纯水的 pH 值常小于 7.0，一般约为 6。

由于制备纯水的方法不同，带来杂质的情况也不同。制备纯水有以下几种方法：

(1) 蒸馏法

目前使用的蒸馏器有玻璃的、铜的、石英的等。蒸馏法只能除去水中非挥发性的杂质，而溶解在水中气体并不能除去。蒸馏水中杂质含量约如表七所示。

表七 蒸馏水中杂质含量

蒸馏器名称	杂质含量(mg/ml)				
	Mn^{2+}	Cu^{2+}	Zn^{2+}	Fe^{3+}	Mo(VI)
铜蒸馏器	1	10	2	2	2
石英蒸馏器	0.1	0.5	0.04	0.02	0.001

(2) 离子交换法

用离子交换法制取的纯水称为去离子水，目前多采用阴、阳离子交换树脂的混合床装置来制备。此法的优点是制备的水量大，成本低，除去离子的能力强；缺点是设备及操作较复杂，不能除去非电解质杂质，而且有微量树脂溶在水中，去离子水杂质含量如表八。

表八 去离子水杂质含量

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

(3) 电渗析法

电渗析法是在离子交换技术的基础上发展起来的一种方法。它是在外电场作用下，利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使溶液中溶质和溶剂分开，从而达到净化水的目的。此法除去杂质的效果较低，水质质量较差，只适用于一些要求不太高的分析工作。

2. 纯水的检验

纯水的检验有物理方法(测定水的电阻率)和化学方法两类。根据一般分析实验室要求，现将检验纯水的主要项目介绍如下：

(1) 电阻率

水的电阻率越高，表示水中的离子越少，水的纯度越高。25℃时，电阻率为 $1.0 \times 10^6 \sim 10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水称为纯水，电阻率大于 $10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水称为高纯水。高纯水应保存在石英或塑料容器中。

表九 各级水的电阻率

水的类型	电阻率(25℃), $\Omega \cdot \text{cm}$
自来水	~1900
一次蒸馏水(玻璃)	~ 3.5×10^6
三次蒸馏水(石英)	~ 1.5×10^6
混合床离子交换水	~ 12.5×10^6
28次蒸馏水(石英)	~ 16×10^6
绝对水(理论最大电阻率)	18.3×10^6

(2) pH 值

用酸度计测定与大气相平衡的纯水的 pH 值，一般应为 6 左右。采用简易化学方法测定时，取两支试管，在其中各加 10ml 水，于甲试管中滴加 0.2% 甲基红(变色范围 pH4.2~6.2)2 滴，不得显红，于乙试管中滴加 0.2% 溴百里酚蓝(变色范围 pH6.0~9.6)5 滴，不得显蓝色。

(3) 硅酸盐

取 10ml 水于一小烧杯中，加入 4mol/L HNO_3 5ml，5% 钼酸

铵溶液 5ml, 室温下放置 5min 后, 加入 10%Na₂SO₃ 溶液 5ml, 观察是否出现蓝色, 如呈现蓝色则不合格.

(4) 氯化物

取 20ml 水于试管中, 用 4mol/L HNO₃ 一滴酸化, 加入 0.1mol/L AgNO₃ 溶液 1~2 滴, 如出现白色乳状物, 则不合格.

(5) Cu²⁺、Pb²⁺、Zn²⁺、Fe³⁺、Ca²⁺、Mg²⁺ 等金属离子

取 25ml 水, 加 0.2% 铬黑 T 指示剂一滴, pH 为 10 的氨性缓冲溶液 5ml, 如呈现蓝色, 说明 Cu²⁺、Pb²⁺、Zn²⁺、Fe³⁺、Ca²⁺、Mg²⁺ 等阳离子含量甚微, 水合格. 如呈现紫红色, 则说明水不合格.

九、溶液的配制方法

1. 标准溶液的配制方法

在滴定分析实验及吸光光度分析中绘制标准曲线时, 标准溶液常用 mol/L 表示. 配制方法主要分两种:

(1) 直接法

准确称取基准物质, 定容后即成为准确浓度的标准溶液. 例如, 需配制 0.01000mol/L K₂Cr₂O₇ 溶液 500ml 时, 应在分析天平上准确称取基准物质 K₂Cr₂O₇ 1.4709g, 加少量水使之溶解, 定量转入 500ml 容量瓶, 加水稀释至刻度.

例如, 吸光光度分析中, 需用 1.79×10^{-3} mol/L 标准铁溶液. 计算得知须准确称取 10mg 纯金属铁, 但在一般分析天平上无法称准, 因量太小、称量误差大. 因此常常采用先配制储备标液, 然后再稀释至所要求的标液的方法. 可在分析天平上准确称取高纯(99.99%)金属铁 1.0000g, 然后在小烧杯中加入约 30ml 浓盐酸使之溶解, 定量转入 1L 容量瓶中, 用 1mol/L 盐酸稀释至刻度. 此标液含铁 1.79×10^{-2} mol/L. 移取此标液 10.0ml 于 100ml 容量瓶中, 用 1.0mol/L 盐酸稀释至刻度, 摇匀, 此标液含铁 1.79×10^{-3} mol/L. 由储备液配制成操作溶液时, 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

不能直接配制成准确浓度的标准溶液，可先近似地配制成大约浓度的溶液，然后选择基准物质标定。常用的酸碱溶液做滴定剂时，先近似地配制成 0.1mol/L 浓度。由原装的酸碱配制近似浓度的溶液时，因一般只要求准确到 1~2 位有效数字，故可在台秤上称取固体试剂，加入的溶剂(如水)用量筒或量杯量取即可。但是在标定溶液的整个过程中，一切操作要求严格、准确。称量基准物质要求使用分析天平，称准至小数点后四位有效数字。所要标定溶液的体积，如要参加计算的均要用容量瓶、移液管、滴定管准确操作，不能马虎。

2. 一般溶液的配制及保存方法

近年来，国内外文献资料中采用(1+1)、(1+2)等体积比表示浓度。例如(1+1) H_2SO_4 溶液，即量取 1 份体积原装 H_2SO_4 与 1 份体积的水混合均匀。又如(1+3) HCl ，即量取 1 份体积原装盐酸与三份体积的水混匀。

配制溶液时，应根据对溶液浓度的准确度的要求，确定在那一级天平上称量，记录时应记准至几位有效数字；配制好的溶液选择什么样的容器等。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 0.1mol/L $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液需在台秤上称 25g，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，需要用时取储备液稀释 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(如 NaF 、 NH_4F 、 NH_4HF_2)、苛性碱等应保存在聚乙烯塑料瓶中。

(3)易挥发、易分解的试剂及溶液，如 I_2 、 KMnO_4 、 H_2O_2 、