



全国高等院校药学专业课程改革实验系列规划教材

# 分析化学实验

FENXI HUAXUE SHIYAN

主编 敬永升



郑州大学出版社

43  
9  
28



全国高等院校药学专业课程改革实验系列规划教材

附赠(CIP)目录附录

主编 敬永升

9.8005

(全国高等院校药学专业课程改革实验系列规划教材)

ISBN 978-7-81106-7-9

# 分析化学实验

FENXI HUAXUE SHIYAN

主编 敬永升



郑州大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/敬永升主编. —郑州:郑州大学出版社,  
2008.9

(全国高等院校药学专业课程改革实验系列规划教材)

ISBN 978-7-81106-909-9

I. 分… II. 敬… III. 分析化学-化学实验-高等  
学校-教材 IV. 0652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 117136 号

郑州大学出版社出版发行

郑州市大学路 40 号

出版人:邓世平

全国新华书店经销

新乡市凤泉印务有限公司印制

开本:787 mm × 1 092 mm

印张:14.75

字数:361 千字

版次:2008 年 9 月第 1 版

邮政编码:450052

发行部电话:0371-66966070

印次:2008 年 9 月第 1 次印刷

---

书号:ISBN 978-7-81106-909-9 定价:29.00 元

本书如有印装质量问题,由本社负责调换

## 编委会名单

主 任 许启泰

副主任 (以姓氏笔画为序)

王 玮 宋丽丽 陈洪轩 胡国强

委 员 (以姓氏笔画为序)

严 琳 李昌勤 张忠泉 陈松林

徐 玫 凌春生 韩 光 敬永升

## 编者名单

主 编 敬永升  
副主编 胡海廷 王先友  
编 委 (按姓氏笔画为序)  
王先发 李占灵 张 昀  
张春丽 胡海廷 姚新建  
敬永升

## 内容提要

本书内容主要包括分析化学实验基本知识、滴定分析基本操作实验、非水溶液中的酸碱滴定法、沉淀滴定法、紫外-可见分光光度法、原子吸收分光光度法、气相色谱法、毛细管电泳法、综合性和设计性实验等,根据理论教材的需要,按顺序共编写 80 个实验,每个实验包括实验目的、仪器和试剂、实验原理、操作步骤、注意事项和思考题等。

本书适合普通高等学校药学专业分析化学课程的实验教材,也可作为从事化学、医学及相关专业的技术人员参考用书。

## 序 言

实验教学是高等药学院校最基本的教学形式之一,对培养学生科学的思维方法、创新意识与能力,全面推进素质教育有着重要的作用。高等药学院校必须不断更新教学内容,以学科发展的前沿知识充实实验课程内容。高等药学实验教育,是一个多学科多方位的教育体系,为保证整个实验教育体系的完整性和连续性,建立一套自成体系、符合培养高等应用型人才要求的实验教材是十分必要的。

根据多年来的高等药学教育教学经验,结合社会医药领域对药学应用型人才的需求状况,我们组织编写了本套实验教材。本套教材共计 8 种:《物理化学实验》(陈松林主编)、《分析化学实验》(敬永升主编)、《药理学实验》(张忠泉主编)、《药物分析实验》(徐玫主编)、《药物化学实验》(严琳主编)、《药剂学实验》(陈洪轩主编)、《药用植物学实验》(李昌勤主编)、《天然药物化学实验》(韩光主编)。

本套教材编写以普通高等教育“十一五”国家级规划教材为基础,以着重培养学生基本理论的应用及实际操作能力为宗旨,本着“简单明了、重点突出、深入浅出、新颖实用”的编写原则,在内容安排上做到与理论教材相配套、与实际应用相结合,将药学专业多个学科相关交叉教学内容进行了融会贯通,以适应不同办学形式的教学要求。本套教材在编写上突出了以下特点:

1. 本着重视基础、突出重点,以学科发展的前沿知识充实实验课程内容的原则,精选了各学科的实验内容。

2. 根据目前全国正在进行的“全国普通高等本科教学水平评估”工作“A 级”指标的要求,有“综合性”、“设计性”实验的课程应占有实验课程总数的比例不少于 80%,因此,本套教材合理地安排了一定比例的“验证性”、“综合性”、“设计性”实验,有助于学生通过“综合性”、“设计性”实验对课堂理论的综合、概括,有助

于学生主动在实践中验证理论,体验如何将理论与实践相结合,培养了学生分析问题、解决问题的能力。

3. 为了适应现代药学英语教学,提高学生的科技英语水平,为国家培养出一大批既懂专业又懂英语的高素质复合型人才,以适应国际竞争的需要,我们还在本套教材中编写了部分英文实验作为双语教学实验。

本套教材可供高等药学及相关专业教学使用。

**全国高等院校药学专业课程改革实验系列教材编委会**

**2008 年 3 月**

## 前 言

分析化学是一门实践性很强的学科,实验教学在分析化学课程教学中占据非常重要的地位。本教材参照全国普通高等学校药学专业分析化学课程的基本要求,结合我国高等教育改革的发展方向,针对目前部分实验用书脱离实际,内容参差不齐的情况,我们专门组织一批长期从事分析化学理论和实践教学工作的教师,本着注重实际、严谨细致的指导原则,参考李发美主编的《分析化学实验指导》、孙毓庆主编的《分析化学实验》等内容,联系理论和实验教学的情况,并吸收一些兄弟院校实验讲义的相关内容编写了此书。

本书共分 23 章,其中第一、二两章是分析化学实验课的基础,学生在进入实验室前应该先学习这两章的内容。全书共编写 80 个实验,按照理论教材出现的先后顺序连续编号。由于各个院校所开实验不完全相同,因此所编写的实验比实际课时所允许的要多些,各院校可根据实际情况选用。每个实验包括实验目的、仪器和试剂、实验原理、操作步骤、注意事项和思考题 6 个部分。酸碱滴定分析的第一个实验(实验六)附有实验记录和实验报告示例,其余实验均可参照使用。仪器分析实验部分常用仪器的构造及其使用方法简介均附在相关的实验之后。本书特别编写了第二十三章的综合性和设计性实验,目的在于培养学生独立进行实验的能力,学生可以选择适当的题目,自行查阅资料,拟订实验方案和操作步骤,在课堂或在开放实验室中独立完成实验,并写出实验报告。书中个别章节编有示教内容,实验中所用的化合物可根据情况另行选择。书末附录部分共收录了常用式量表等 12 个常用附表。

由于时间和经验所限,书中难免存在错误和不妥之处,恳请各位读者批评指正。

编 者

2008 年 3 月

# 目 录

|                                                      |    |
|------------------------------------------------------|----|
| <b>第一章 分析化学实验基本知识</b>                                | 1  |
| 第一节 分析化学实验的目的和要求                                     | 1  |
| 第二节 分析化学实验的一般知识                                      | 2  |
| <b>第二章 实验数据记录、处理和实验报告</b>                            | 7  |
| <b>第三章 分析天平实验</b>                                    | 11 |
| 实验一 天平性能的检查                                          | 11 |
| 实验二 天平的砝码校正                                          | 23 |
| 实验三 称量练习                                             | 25 |
| <b>第四章 滴定分析基本操作实验</b>                                | 32 |
| 实验四 滴定分析操作练习                                         | 32 |
| 实验五 容量仪器的校正                                          | 42 |
| <b>第五章 酸碱滴定法</b>                                     | 45 |
| 实验六 氢氧化钠标准溶液的配制与标定                                   | 45 |
| 实验六 氢氧化钠标准溶液的配制与标定                                   | 46 |
| 实验七 苯甲酸的含量测定                                         | 48 |
| 实验八 醋酸的含量测定                                          | 48 |
| 实验九 混合酸( $\text{HCl} + \text{H}_3\text{PO}_4$ )的含量测定 | 49 |
| 实验十 盐酸标准溶液的配制与标定                                     | 50 |
| 实验十一 药用硼砂的含量测定                                       | 51 |
| 实验十二 双指示剂法测定混合碱的含量                                   | 52 |
| <b>第六章 非水溶液中的酸碱滴定法</b>                               | 54 |
| 实验十三 高氯酸标准溶液的配制与标定                                   | 54 |
| 实验十四 水杨酸钠的含量测定                                       | 55 |
| 实验十五 盐酸麻黄碱的含量测定                                      | 56 |
| 实验十六 盐酸苯海拉明的测定                                       | 57 |
| <b>第七章 配位滴定法</b>                                     | 59 |
| 实验十七 EDTA 标准溶液的配制与标定                                 | 59 |
| 实验十八 水的硬度测定                                          | 60 |

|                                                                       |            |
|-----------------------------------------------------------------------|------------|
| 实验十九 明矾的含量测定 .....                                                    | 61         |
| 实验二十 混合物中钙和镁的测定 .....                                                 | 63         |
| <b>第八章 氧化还原滴定法 .....</b>                                              | <b>65</b>  |
| 实验二十一 碘标准溶液 (0.05 mol/L) 的配制与标定 .....                                 | 65         |
| 实验二十二 直接碘量法测定维生素 C 的含量 .....                                          | 66         |
| 实验二十三 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液 (0.1 mol/L) 的配制与标定 ..... | 67         |
| 实验二十四 间接碘量法测定铜盐的含量 .....                                              | 69         |
| 实验二十五 高锰酸钾标准溶液的配制与标定 .....                                            | 71         |
| 实验二十六 过氧化氢的含量测定 .....                                                 | 72         |
| 实验二十七 间接碘量法测定葡萄糖的含量 .....                                             | 74         |
| <b>第九章 沉淀滴定法 .....</b>                                                | <b>76</b>  |
| 实验二十八 硝酸银标准溶液的配制与标定 .....                                             | 76         |
| 实验二十九 氯化铵的含量测定 .....                                                  | 77         |
| <b>第十章 重量分析法 .....</b>                                                | <b>80</b>  |
| 实验三十 氯化钡结晶水的测定 .....                                                  | 80         |
| 实验三十一 沉淀重量法测定硫酸钠的含量 .....                                             | 81         |
| <b>第十一章 电化学分析法 .....</b>                                              | <b>90</b>  |
| 实验三十二 直接电位法测定溶液的 pH 值 .....                                           | 90         |
| 实验三十三 氟离子选择电极测定水样中氟离子浓度 .....                                         | 92         |
| 实验三十四 磷酸的电位滴定 .....                                                   | 94         |
| 实验三十五 亚硝酸钠标准溶液的配制与标定 .....                                            | 95         |
| 实验三十六 永停滴定法测定磺胺嘧啶的含量 .....                                            | 97         |
| 实验三十七 卡尔费休法测定水分(永停滴定法) .....                                          | 98         |
| <b>第十二章 紫外-可见分光光度法 .....</b>                                          | <b>101</b> |
| 实验三十八 邻二氮菲比色法测定水样中铁的含量 .....                                          | 101        |
| 实验三十九 维生素 $\text{B}_{12}$ 注射液的定性鉴别及含量测定 .....                         | 103        |
| 实验四十 双波长分光光度法测定安钠咖注射液的含量 .....                                        | 110        |
| <b>第十三章 荧光分析法 .....</b>                                               | <b>114</b> |
| 实验四十一 荧光法测定硫酸奎尼丁的含量 .....                                             | 114        |
| 实验四十二 奎宁的荧光特性和含量测定 .....                                              | 116        |
| 实验四十三 荧光法测定乙酰水杨酸和水杨酸 .....                                            | 117        |
| <b>第十四章 红外分光光度法 .....</b>                                             | <b>121</b> |
| 实验四十四 红外分光光度计的性能检查 .....                                              | 121        |
| 实验四十五 红外吸收光谱的测定 .....                                                 | 123        |

|                                         |            |
|-----------------------------------------|------------|
| <b>第十五章 原子吸收分光光度法 .....</b>             | <b>126</b> |
| 实验四十六 原子吸收测定最佳实验条件的选择 .....             | 126        |
| 实验四十七 原子吸收测定的干扰及其消除 .....               | 128        |
| 实验四十八 原子吸收分光光度法测定饮用水中镁的含量 .....         | 130        |
| 实验四十九 原子吸收分光光度法检查肝素钠中杂质钾盐的限量 .....      | 131        |
| <b>第十六章 核磁共振波谱法 .....</b>               | <b>134</b> |
| 实验五十 核磁共振波谱仪性能检查 .....                  | 134        |
| 实验五十一 人参皂甙 $R_{g1}$ 的核磁共振图谱测定 .....     | 137        |
| <b>第十七章 质谱法 .....</b>                   | <b>144</b> |
| 实验五十二 质谱仪的性能检查 .....                    | 144        |
| 实验五十三 有机化合物的质谱测定 .....                  | 145        |
| <b>第十八章 平面色谱法 .....</b>                 | <b>146</b> |
| 实验五十四 薄层色谱法测定氧化铝的活度 .....               | 146        |
| 实验五十五 硅胶粘合薄层的活度测定 .....                 | 149        |
| 实验五十六 混合磺胺类药物的薄层分离与鉴定 .....             | 150        |
| 实验五十七 薄层扫描法测定复方新诺明中 SMZ 和 TMP 的含量 ..... | 151        |
| 实验五十八 纸色谱法分离鉴定混合氨基酸 .....               | 155        |
| <b>第十九章 气相色谱法 .....</b>                 | <b>157</b> |
| 实验五十九 固定液的涂渍与色谱柱的填充 .....               | 157        |
| 实验六十 气相色谱仪性能检查 .....                    | 159        |
| 实验六十一 最佳流速的测定 .....                     | 163        |
| 实验六十二 归一化法测定混合烷烃的含量 .....               | 166        |
| 实验六十三 内标法测定无水乙醇中微量水分的含量 .....           | 169        |
| 实验六十四 内标对比法测定酊剂中乙醇的含量 .....             | 171        |
| 实验六十五 毛细管气相色谱法测定药物中有机溶剂残留量 .....        | 172        |
| <b>第二十章 高效液相色谱法 .....</b>               | <b>174</b> |
| 实验六十六 高效液相色谱仪的性能检查 .....                | 174        |
| 实验六十七 高效液相色谱柱的柱效测定 .....                | 177        |
| 实验六十八 内标法测定喃氟啉的含量 .....                 | 181        |
| 实验六十九 高效液相色谱法测定 APC 片剂的含量 .....         | 182        |
| 实验七十 HPLC 法测定炔诺酮片的含量(外标法) .....         | 184        |
| <b>第二十一章 毛细管电泳法 .....</b>               | <b>186</b> |
| 实验七十一 毛细管区带电泳法分离手性药物的对映异构体 .....        | 186        |
| <b>第二十二章 色谱联用技术 .....</b>               | <b>188</b> |

|                                     |            |
|-------------------------------------|------------|
| 实验七十二 气相色谱-质谱联用分析混合物中甲苯、氯苯和溴苯 ..... | 188        |
| 实验七十三 高效液相色谱-质谱联用鉴定药物的体内代谢产物 .....  | 190        |
| <b>第二十三章 综合性和设计性实验 .....</b>        | <b>194</b> |
| 实验七十四 化学定量分析综合实验 .....              | 194        |
| 实验七十五 苯酚红的定量分析 .....                | 194        |
| 实验七十六 盐酸安他唑啉的含量测定 .....             | 195        |
| 实验七十七 呋喃妥因的定性鉴别和含量测定 .....          | 195        |
| 实验七十八 依达拉丰的定量分析 .....               | 196        |
| 实验七十九 盐酸奥布卡因的定量分析 .....             | 196        |
| 实验八十 三氯化六钴(Ⅲ)组成的测定 .....            | 197        |
| <b>附录 .....</b>                     | <b>198</b> |
| <b>参考文献 .....</b>                   | <b>221</b> |

# 第一章 分析化学实验基本知识

## 第一节 分析化学实验的目的和要求

分析化学是一门实践性很强的学科,分析化学实验与分析化学理论课一样,是化学和药学类专业的主要基础课程之一。分析化学实验包括化学分析实验和仪器分析实验两大部分。

分析化学实验课的目的是:巩固和加深学生对分析化学基本概念和基本理论的理解;使学生正确熟练地掌握化学分析和仪器分析的基本操作和技能,学会正确合理地选择实验条件和实验仪器,善于观察实验现象和进行实验记录,正确处理数据和表达实验结果;培养学生良好的实验习惯、实事求是的科学态度和严谨细致的工作作风,以及独立思考、分析问题、解决问题的能力;使学生逐步地掌握科学研究的技能和方法,为学习后续课程和将来工作奠定良好的实践基础。

为了达到上述目的,对分析化学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,理解分析方法和分析仪器工作的基本原理,熟悉实验内容和操作程序及注意事项,提出不清楚的问题,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,要严格按照操作规范进行操作。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于实验记录本上,不得随意涂改;同时要勤于思考、分析问题,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、实验原理、主要试剂和仪器及其工作条件、实验步骤、实验数据(或图谱)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、煤气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。

## 第二节 分析化学实验的一般知识

### 一、化学试剂和分析用水

#### (一) 化学试剂的级别

试剂的纯度对分析结果准确度的影响很大,不同的分析工作对试剂纯度的要求也不相同。因此,必须了解试剂的分类标准,以便正确使用试剂。

常用化学试剂种类繁多,分析化学实验中常用的有一般试剂、基准试剂和专用试剂。

一般试剂是实验室中最普遍使用的试剂,以其所含杂质的多少可划分为优级纯、分析纯、化学纯和生物试剂等,其规格和适用范围等列于表 1-1。

表 1-1 化学试剂等级对照表

| 质量次序 | 1    | 2    | 3    | 4           |
|------|------|------|------|-------------|
| 中文标志 | 保证试剂 | 分析试剂 | 化学用  | 生物试剂        |
|      | 优级纯  | 分析纯  | 化学纯  |             |
| 符号   | G. R | A. R | C. P | B. R 或 C. R |
| 瓶签颜色 | 绿    | 红    | 蓝    | 黄色等         |

分析化学实验中的基准试剂(又称标准试剂)常用于配制标准溶液。标准试剂的特点是主体含量高而且准确可靠。我国规定容量分析的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  $100\% \pm 0.05\%$ 。

专用试剂是指具有专门用途的试剂。例如色谱分析标准试剂、核磁共振分析用试剂、光谱纯试剂等。专用试剂主体含量较高,杂质含量很低。但不能作为分析化学中的基准试剂。

G. R 试剂适用于作基准物质和精密分析工作。A. R 试剂的纯度略低于 G. R 试剂,适用于大多数分析工作。C. P 试剂适用于一般分析工作和分析化学教学工作。

指示剂纯度往往不太明确,除少数标明“分析纯”、“试剂四级”外,经常只写明“化学试剂”、“企业标准”或“部颁暂行标准”等。常用的有机溶剂也常等级不明,一般只可作“化学纯”试剂使用,必要时进行提纯。

生物化学中使用的特殊试剂,纯度表示和化学中一般试剂表示不相同。例如,蛋白质类试剂,经常以含量表示,或以某种方法(如电泳法等)测定杂质含量来表示。再如,酶是以每单位时间能酶解多少物质来表示其纯度,即它是以活力来表示的。

## (二) 试剂的保管和使用

试剂保管不善或使用不当,极易变质和玷污,在分析实验中往往是引起误差甚至造成失败的主要原因之一。因此,必须按一定的要求保管和使用试剂。

1. 使用前,要认明标签;取用时,不可将瓶盖随意乱放,应将盖子反放在干净的地方。取用固体试剂时,用干净的骨匙,用毕立即洗净,晾干备用。取用液体试剂时,一般用量筒。倒试剂时,标签朝上,不要将试剂泼洒在外,多余的试剂不应倒回试剂瓶内,取完试剂随手将瓶盖盖好,切不可“张冠李戴”,以防玷污。

2. 装盛试剂的试剂瓶都应贴上标签,写明试剂的名称、规格、日期等,不可在试剂瓶中装入与标签不符的试剂,以免造成差错。标签脱落的试剂,在未查明前不可使用。标签最好用碳素墨水书写,以保存字迹长久,标签的四周要剪齐,并贴在试剂瓶的2/3处,以使整齐美观。

3. 使用标准溶液前,应把试剂充分摇匀。

4. 易腐蚀玻璃的试剂,如氟化物、苛性碱等,应保存在塑料瓶或涂有石蜡的玻璃瓶中。

5. 易氧化的试剂(如氯化亚锡、低价铁盐)和易风化或潮解的试剂(如 $\text{AlCl}_3$ ,无水 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , $\text{NaOH}$ 等)应用石蜡密封瓶口。

6. 易受光分解的试剂,如 $\text{KMnO}_4$ 、 $\text{AgNO}_3$ 等应用棕色瓶装盛,并保存在暗处。

7. 易受热分解的试剂、低沸点的液体和易挥发的试剂,应保存在阴凉处。

8. 剧毒试剂如氰化物、三氧化二砷、二氯化汞等,必须特别妥善保管和安全使用。

## (三) 分析用水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。根据实验的任务和要求不同,对水的纯度要求也不同。一般的分析实验采用蒸馏水或去离子水即可,而对于超纯物质的分析,则要使用高纯水(一级水)。

纯水质量指标是电导率。我国将分析实验用水分为三级。一、二、三级水的电导率分别小于或等于 $0.01 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 、 $0.10 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 、 $0.50 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$ 。化学分析实验常用三级水(一般蒸馏水或去离子水),仪器分析实验多用二级水(多次蒸馏水或离子交换水)。本书中所指“水”均指符合上述各自要求的水。纯水在贮存和与空气接触中都会引起电导率的改变。水越纯,其影响越显著。一级水必须临用前制备,不宜存放。

## 二、分析试样的准备和保存

### (一) 分析试样的准备

送到实验室分析的试样,对一整批物料应具有代表性。在制备分析试样的过程中,不使其失去足够的代表性,与分析结果的准确性同等重要。下面介绍各种类型试样的采取方法。

#### 1. 气体试样的采取

(1) 常压下取样 用一般吸气装置,如吸筒、抽气泵,使盛气瓶产生真空,自由吸入气

体试样。

(2) 气体压力高于常压取样 可用球胆、盛气瓶直接盛取试样。

(3) 气体压力低于常压取样 先将取样器抽成真空,再用取样管接通进行取样。

## 2. 液体样品的采取

(1) 装在大容器中的液体试样的采取 采用搅拌器搅拌或用无油污、水等杂质的空气,深入到容器底部充分搅拌,然后用内径约 1 cm、长 80 ~ 100 cm 的玻璃管,在容器的各个不同深度和不同部位取样,经混匀后供分析。

(2) 密封式容器的采样 先放出前面一部分弃去,再接取供分析的试样。

(3) 一批中分几个小容器分装的液体试样的采取 先分别将各容器中试样混匀,然后按该产品规定取样量,从各容器中取近等量试样于一个试样瓶中,混匀供分析。

(4) 炉水按密封式取样。

(5) 水管中样品的采取 应先放去管内静水,取一根橡皮管,其一端套在水管上,另一端插入取样瓶底部,在瓶中装满水后,让其溢出瓶口少许时间即可。

(6) 河、池等水源中采样 在尽可能背阴的地方,离水面以下 0.5 m 深度,离岸 1 ~ 2 m 采取。

## 3. 固体样品的采取

(1) 粉状或松散样品的采取 如精矿、石英砂、化工产品等其组成较均匀,可用探料钻插入包内钻取。

(2) 金属锭块或制件样品的采取 一般可用钻、刨、切削、击碎等方法,按锭块或制件的采样规定采取试样。如无明确规定,则从锭块或制件的纵横各部位采取。如送检单位有特殊要求,可协商采取。

## (二) 试样的保存

采集的样品保存时间越短,分析结果越可靠。能够在现场进行测定的项目,应在现场完成分析,以免在样品的运送过程中,待测组分由于挥发、分解和被污染等原因造成损失。若样品必须保存,则应根据样品的物理性质、化学性质和分析要求,采取合适的方法保存样品。采用低温、冷冻、真空、冷冻真空干燥、加稳定剂、防腐剂或保存剂、通过化学反应使不稳定成分转化为稳定成分等措施,可延长保存期。普通玻璃瓶、棕色玻璃瓶、石英试剂瓶、聚乙烯瓶、袋或桶等常用于保存样品。

## 三、溶液的配制

分析化学中需要配制滴定分析用标准溶液、仪器分析中制备校正曲线用的标准溶液和测量溶液 pH 用标准缓冲溶液及其他一般溶液。

滴定分析的标准溶液用基准物质(基准试剂和某些纯金属)配制,基准物质的性质等已在教材中介绍。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。配制 pH 标准缓冲溶液的纯水电导率应不大于  $0.02 \text{ mS} \cdot \text{m}^{-1}$ ,配制碱性溶液所用纯水应预先煮沸 15 min 以上,以除去其中的  $\text{CO}_2$ 。

配制溶液时,要牢固树立“量”的概念,要根据溶液浓度的准确度要求,合理选择称量