

国家精品在线开放课程配套实验教材

分析化学实验

Analytical Chemistry Experiments

主编 于永丽



国家精品在线开放课程配套实验教材

分析化学实验

主 编 于永丽
编 委 赵 爽 杨春光 刘梅英
陈明丽 杨 婷 徐 烨

东北大学出版社

· 沈 阳 ·

© 于永丽 2019

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验 / 于永丽主编. — 沈阳: 东北大学出版社, 2019. 3
ISBN 978-7-5517-2107-3

I. ①分… II. ①于… III. ①分析化学—化学实验
IV. ①O652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2019)第 035887 号

内容简介

为适应分析化学实验教学内容和教学手段的不断更新和丰富, 东北大学理学院分析化学学科教研组组织编写了这本《分析化学实验》教材。本书内容共分为 10 章, 第 1 章介绍了分析化学实验基础知识, 第 2 章介绍了定量分析仪器及其基本操作, 第 3~10 章分别介绍了酸碱滴定法、络合滴定法、氧化还原滴定法、沉淀滴定法、重量分析法、分光光度法、分离富集实验和综合实验的实验项目, 最后部分是参考文献和附录。另外, 为了满足读者线上学习和长期学习的需求, 我们在分析化学慕课中增加了分析化学实验基本操作及一些典型实验项目的实验视频, 读者可以通过扫描本书封底的二维码观看、学习。

本书可作为普通高等院校化学及其相关专业学生的分析化学实验课程教材, 也可作为从事分析化学实验教学的教师和工程技术人员的参考书。

出版者: 东北大学出版社

地址: 沈阳市和平区文化路三号巷 11 号

邮编: 110819

电话: 024-83683655(总编室) 83687331(营销部)

传真: 024-83687332(总编室) 83680180(营销部)

网址: <http://www.neupress.com>

E-mail: neuph@neupress.com

印刷者: 沈阳市第二市政建设工程公司印刷厂

发行者: 东北大学出版社

幅面尺寸: 185mm×260mm

印张: 10

字数: 231 千字

出版时间: 2019 年 3 月第 1 版

责任编辑: 牛连功

封面设计: 潘正一

印刷时间: 2019 年 3 月第 1 次印刷

责任校对: 朱虹

ISBN 978-7-5517-2107-3

定 价: 35.00 元

前 言

分析化学实验是分析化学课程教学的一个重要组成部分，是高等学校化学、材料科学、生命科学和环境科学等专业学生应学习的一门专业基础课。通过分析化学实验课程的学习，可以使学生受到规范系统的分析化学实验训练，加深学生对分析化学基本理论的理解，培养学生严谨细致的学习态度和实事求是的科研工作作风。

为适应分析化学学科的发展，分析化学实验的教学内容和教学手段也在不断地更新和丰富。为此，在借鉴其他同类教材的基础上，我们编写了这本《分析化学实验》教材。在实验项目的安排上，有基础实验、设计实验和综合实验。通过基础实验，要求学生学习和掌握分析化学实验的基本实验技能；在设计实验环节，要求学生通过独立思考，能够自主设计实验方案并完成分析测定；通过综合实验，训练学生完成对较为复杂的实际样品的分析测定，锻炼其解决实际问题的能力。实验项目的内容力求针对生产和生活中的实际样品进行分析测定，使学生体会到分析化学在食品分析、药物分析和冶金分析等领域的应用。

本书是在总结多年教学实践和教学改革经验的基础上编写而成的。参加本书编写的教师有陈明丽(第3、8章部分内容)、刘梅英(第2、3、5、6、10章部分内容)、徐焯(第2、4、8章部分内容)、杨春光(第4、5、9章部分内容)、杨婷(第4、10章部分内容)、于永丽(第2、3、7、10章部分内容)、赵爽(第1、2、5、7章和附录部分内容)，全书由于永丽统稿。本教材在编写过程中得到了东北大学分析化学实验室张秀娟、王乃芝和方芳老师的大力帮助，也得到了分析化学学科其他相关教师的大力支持，在此，我们一并表示感谢！

由于编者水平有限，书中难免存在缺点和错误，恳请同行专家及师生批评指正。

编 者
2018年7月

目 录

第 1 章 分析化学实验基础知识	1
1.1 实验室安全常识	1
1.2 实验室意外事故的急救措施	1
1.3 分析化学实验课的要求	2
1.4 实验报告示例	3
1.5 常用玻璃仪器的洗涤	5
1.6 化学试剂的一般知识	6
1.7 分析实验用纯水	8
第 2 章 定量分析仪器及其基本操作	10
2.1 分析天平	10
2.2 滴定分析仪器	14
2.3 重量分析法及仪器	22
2.4 高温电阻炉	27
2.5 可见分光光度计	28
第 3 章 酸碱滴定法	30
实验 3.1 天平称量练习	30
实验 3.2 滴定分析操作练习	32
实验 3.3 食用醋中总酸度的测定	34
实验 3.4 磷酸的分步滴定(指示剂法和电位滴定法)	37
实验 3.5 混合碱的分别测定	42
实验 3.6 阿司匹林肠溶片中乙酰水杨酸含量的测定	44
实验 3.7 硼酸含量的测定	48
实验 3.8 设计实验	50
第 4 章 络合滴定法	52
实验 4.1 EDTA 溶液的标定和自来水总硬度的测定	52
实验 4.2 连续滴定测定水样中 Bi^{3+} 和 Pb^{2+}	55

实验 4.3	焊锡中锡含量的测定	58
实验 4.4	复方氢氧化铝药片中镁和铝含量的测定	60
实验 4.5	间接滴定法测定食用盐中 SO_4^{2-} 含量	63
实验 4.6	设计实验	65
第 5 章	氧化还原滴定法	67
实验 5.1	直接碘量法测定果汁中维生素 C 含量	67
实验 5.2	铁矿石中全铁含量的测定	70
实验 5.3	软锰矿中二氧化锰含量的测定	73
实验 5.4	葡萄糖含量的测定	75
实验 5.5	间接碘量法测定铜合金中铜含量	78
实验 5.6	福尔马林中甲醛含量的测定	81
实验 5.7	设计实验	83
第 6 章	沉淀滴定法	85
实验 6.1	氯化物中氯离子含量的测定	85
实验 6.2	AgNO_3 试剂纯度的测定	87
实验 6.3	法扬司法测定氯离子含量	90
实验 6.4	NaCl 和 KI 混合溶液的分别测定	92
实验 6.5	设计实验	94
第 7 章	重量分析法	97
实验 7.1	可溶性钡盐中钡含量的测定	97
实验 7.2	钢铁中镍含量的测定	99
实验 7.3	花肥中钾含量的测定	103
第 8 章	分光光度法	106
实验 8.1	邻二氮菲吸光光度法测定微量铁	106
实验 8.2	分光光度法测定水样中六价铬	109
实验 8.3	维生素 C 片中维生素 C 含量的测定	111
实验 8.4	牛奶中蛋白质含量的测定	114
实验 8.5	设计实验	117
第 9 章	分离富集实验	119
实验 9.1	酸性镀液中硫酸根的分离与测定(沉淀分离法)	119
实验 9.2	食品中防腐剂的分离与测定(溶剂萃取分离法)	121
实验 9.3	环境水样中除草剂西玛津的分离与测定(固相萃取分离法)	123
实验 9.4	水样中钴和镍的分离与测定(离子交换分离法)	126

第 10 章 综合实验	129
实验 10.1 炉渣中 CaO、Al ₂ O ₃ 和 SiO ₂ 含量的测定	129
实验 10.2 高钙酸奶中钙铁含量的测定	133
实验 10.3 工业循环水总硬度及其中溶解氧的测定	136
参考文献	140
附 录	142
附录 1 常见市售酸碱的浓度	142
附录 2 常用指示剂	143
附录 3 常用基准物质的干燥条件与应用	147
附录 4 常用缓冲溶液的配制	148
附录 5 相对原子质量表	149

第1章 分析化学实验基础知识

1.1 实验室安全常识

① 保持实验室整洁和地面干燥，试剂和仪器摆放合理、有序。

② 进入实验室的人员必须穿实验服，必要时佩戴防护眼镜及手套。需将长发束起，松散衣服妥善固定。需穿能够保护脚面的鞋子。实验室内禁止穿短裙、短裤、拖鞋或凉鞋。

③ 禁止在实验室内吸烟、进食(包括口香糖)。储有化学药品的冰箱或冷柜内禁止存放食物和饮品。进入实验室后保持安静，不得喧哗、打闹。禁止在实验室内听音乐、看视频、打游戏。

④ 认识实验室内各类防护用品和灭火器材，确认其使用范围、有效期及完好性等，熟悉其使用、维护和保养方法。

⑤ 使用电器设备时，谨防触电，切不可用湿手去开启电闸或电器开关。凡是漏电的仪器应立即停止使用，并上报实验室工作人员妥善处理。实验完毕，及时切断电器电源。

⑥ 使用高压气体钢瓶时，要严格按照操作规程进行操作。

⑦ 实验前，应熟知所用药品的安全性及仪器的安全操作规程，做好安全防护工作。实验进行时，不得随便离开岗位，要密切观察实验现象，如遇问题及时请教教师。实验结束后，应及时清理和打扫。

⑧ 实验所产生的化学废液或废弃药品应按照有机、无机等分类存放于指定的、贴有标签的废品容器内。

⑨ 离开实验室前，应彻底洗净双手。最后离开实验室的人员应确认水、电、气、门、窗关闭。实验室内的药品、仪器设备和实验污染物不得私自带出实验室。

⑩ 发现安全隐患或发生实验室事故，应及时采取措施，并向实验室负责人报告。

1.2 实验室意外事故的急救措施

分析化学实验中需要使用玻璃仪器，以及酸、碱等腐蚀性或易燃、易爆的危险品，有可能发生烫伤、割伤、腐蚀或药品中毒等危害人身安全的意外事故。当发生这类意外事故时，不要惊慌，应冷静思考并果断地采取应对措施。实验室常见意外事故的紧急处

理方法如下:

① 被玻璃等利器割伤后,如伤口内有玻璃碎片或污物,应先取出伤口内的异物,再用硼酸溶液或双氧水清洗伤口。若伤口不太严重,贴“创可贴”即可;若伤口太深,流血不止,可在伤口上方约 10 cm 处用止血带扎紧止血,并立即送医院处理。

② 发生烫伤后,应立即用自来水冲洗降温,如烫伤处皮肤微红,可涂抹烫伤膏或苦味酸溶液。烫伤处起泡不能弄破,以防感染;若伤势严重,不能涂烫伤膏等油脂类药物,应立即送医院治疗。

③ 强酸灼伤皮肤:首先用大量水冲洗,防止灼伤面积进一步扩大,再用饱和碳酸氢钠溶液或肥皂液进行洗涤。但是,当皮肤被草酸灼伤时,不宜使用饱和碳酸氢钠溶液进行中和,这是因为碳酸氢钠的碱性较强,会产生刺激。应当使用镁盐或钙盐进行中和。

④ 强碱灼伤皮肤:首先用水冲洗至皮肤不滑为止。再用 2% 稀醋酸进行中和。但是,当皮肤被生石灰灼伤时,则应先用油脂类物质除去生石灰,再用水进行冲洗。

⑤ 当不慎吸入刺激性气体时,应立即到室外呼吸新鲜空气。严重者应尽快到医院治疗。

⑥ 实验过程中万一不慎起火,不要慌张,应停止加热,切断电源气源,移走一切可燃物。一般的小火可用湿布、石棉布或沙土覆盖在着火的物体上;能与水发生剧烈作用的化学药品(如金属钠)或比水轻的有机溶剂着火,不能用水扑救。当火势相对较大时,用灭火器灭火。衣物着火时,切不可慌张乱跑,应迅速脱衣,用湿布或石棉布压灭火焰;如燃烧面积较大,可在地上打滚压灭火焰。

1.3 分析化学实验课的要求

分析化学是化学学科的一个重要分支。分析化学实验是化学及相关专业学生应学习的核心课程。通过本课程的学习,可以加深学生对分析化学基础理论、基本知识的理解;使学生接受系统、规范的分析化学实验技能和基本操作训练;培养学生认真观察实验现象,准确记录并科学处理实验数据的能力;培养学生实事求是的科学态度和勤俭节约的优良作风;使学生初步具备正确设计实验(选择实验方法、实验条件、仪器和试剂等)的能力,以及解决实际问题的能力和创新能力。

为了达到上述目的,要求学生做到:

① 认真学习“实验室安全制度”,遵守实验室的各项规章制度。了解消防设施、安全通道和洗眼器的位置。树立环保意识,尽量减少化学物质(特别是有毒有害试剂及洗液、洗涤剂等的消耗)。

② 实验前,认真预习,阅读实验教材,观看实验慕课。理解实验原理,熟知实验步骤及注意事项,完成预习报告。预习报告应写在印有页码的专用实验记录本上,包含实验名称、日期、简要原理、简洁而准确的实验步骤或分析流程图,以及实验数据记录表格。预习时,应认真思考每一步操作的目的,明确哪些步骤要“精”,不可马虎;哪

些步骤可“粗”，不必过多计较。思考如何统筹安排可保证实验时既不慌乱也不耽搁。未完成预习的学生不得进行实验。

③ 每次实验课应提前 10 min 进入实验室，做好实验前的准备工作。实验时，应严格遵守操作规程，保持实验室整洁、安静。进行每一步实验操作时，应明确这一步操作的目的和作用，以及应该出现的实验现象等。实验时，所有原始数据必须随时记录在预习报告的相应表格内，不得记录在其他任何地方，不得随意涂改原始数据，不可用铅笔记录数据。记录实验数据时，应注意其有效数字位数，要实事求是，切忌掺杂主观因素，严禁随意拼凑或伪造数据。重复实验时，即使数据完全相同，也应记录下来。所记录的数据若因读错或写错需要改动时，可将该数据用一横线划去，然后在其上方写上正确的数据。实验过程中涉及的标准溶液浓度等，也应及时准确记录下来。

④ 实验完毕后，将实验的原始记录交给教师审阅，指导教师许可后，清洗实验仪器，将实验台面整理干净后，方能离开实验室。应重视总结实验中的经验教训，及时对实验所得数据进行计算和分析，并用专用实验报告单认真书写实验报告。实验报告一般包括实验名称、日期、目的、原理、试剂和仪器、步骤、数据记录与处理(附计算公式)、思考题和讨论。

1.4 实验报告示例

实验中，记录实验数据时，必须根据实验操作正确记录数据有效数字的位数，数字的位数不得随意加减。撰写实验报告时，实验结果是将原始实验数据按照有效数字的计算规则进行计算而得到的(实验结果有效数字的位数不得随意确定)，同时，需写出计算实验结果所用的计算公式。偏差和误差有效数字的位数保留为一位或两位。以下为实验报告示例：

NaOH 标准溶液浓度的测定

姓名：_____ 班级：_____ 学号：_____ 实验日期：_____年_____月_____日

(1) 实验目的

简要地用文字说明。如 NaOH 标准溶液浓度的测定，要求学生基本掌握碱式滴定管的滴定操作和滴定终点的判断。

(2) 实验原理

简要地用文字和化学反应方程式说明。如滴定分析，应有标定和滴定反应方程式，基准物质和指示剂的选择等。

(3) 试剂和仪器

列出实验中所使用的主要试剂和仪器。

(4) 实验步骤

应简明扼要地写出实验步骤。

(5) 实验数据记录与处理

表 1.4.1 NaOH 标准溶液浓度的测定

编号	1	2	3
$m_{\text{邻苯二甲酸氢钾}}/\text{g}$	0.5380	0.5176	0.5209
消耗 NaOH 溶液的体积/mL	24.49	23.40	23.69
NaOH 溶液的浓度/ $(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	0.1076	0.1083	0.1077
NaOH 溶液浓度的平均值/ $(\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	0.1079		
相对偏差/%	-0.3	0.4	-0.2
相对平均偏差/%	0.3		

计算公式：

$$\text{NaOH 溶液的浓度} = \frac{m_{\text{邻苯二甲酸氢钾}} \times 1000}{M_{\text{邻苯二甲酸氢钾}} \times V_{\text{NaOH}}}$$

$$\text{相对偏差} = \frac{c_i - \bar{c}}{\bar{c}} \times 100\%$$

$$\text{相对平均偏差} = \frac{|c_1 - \bar{c}| + |c_2 - \bar{c}| + |c_3 - \bar{c}|}{3 \times \bar{c}} \times 100\%$$

(6) 思考题

针对实验现象、产生误差的原因等设置问题。

(7) 讨论

结合分析化学的相关理论对实验现象、产生误差的原因等进行讨论与分析。

1.5 常用玻璃仪器的洗涤

洗涤玻璃仪器是实验前必须进行的一项准备工作。使用洁净的玻璃仪器是保证实验结果准确的前提条件。洗涤前,应根据实验的要求、污物的性质和仪器污染的程度等选择合适的洗涤剂 and 洗涤方法。玻璃仪器用过之后应立即清洗,避免残留物质固化,造成洗涤困难。

(1) 一般洗涤

分析实验中常用的烧杯、锥形瓶、量筒等玻璃仪器,可先用自来水洗去污物,再选用大小、形状合适的毛刷蘸去污粉或合成洗涤剂刷洗,然后用自来水冲洗干净,最后用装有去离子水的洗瓶淋洗仪器3次。

(2) 洗液浸泡

对于前述方法仍洗不干净的仪器,可采用相应的洗液先浸泡一定时间后再清洗。对一些形状特殊、容积精确的容量仪器,如滴定管、移液管、容量瓶等,不适宜用刷子刷洗,也可采用此方法洗涤。

① 铬酸洗液:它是实验室中经常使用的一种强氧化性洗液。配制时,首先将5g重铬酸钾置于烧杯中,加10mL水,小心加热使其溶解,冷却后,在搅拌下慢慢加入80mL浓硫酸,溶液呈红棕色,储存于磨口玻璃瓶中备用。用铬酸洗液清洗时,先用洗液将仪器浸泡一段时间,对口径小的仪器可先往仪器内注入约1/5容积的洗液,然后慢慢地转动仪器,让洗液充分地浸润仪器内壁,转动几次后,将洗液倒回原瓶,最后依次用自来水、去离子水将仪器冲洗干净。铬酸洗液可反复多次使用,当洗液变成绿色时,说明洗液已不具有强氧化性,不能再继续使用。

使用铬酸洗液时应注意:铬酸洗液具有强烈的腐蚀性,使用时要小心,避免溅到身上或衣物上。六价铬的毒性较大,应尽可能减少使用该洗液。用过的洗液不能随意倒掉,应统一处理。

② 盐酸-乙醇洗液:将化学纯的盐酸与乙醇以1:2的体积比混合。此洗液主要用于洗涤被染色的比色皿、比色管、吸量管等。

③ 稀盐酸溶液:化学纯盐酸与水以1:1的体积比混合。此洗液可用于去除碱性物

质和无机物残渣。

④ 10%氢氧化钠水溶液或乙醇溶液：此洗液主要用于洗去油污及某些有机物。用它洗涤精密玻璃量器时，不可长时间浸泡，避免腐蚀玻璃，影响精度。

(3) 特殊污垢的洗涤

对于某些无法用常规洗涤方法去除的污垢，则可通过化学反应将粘附在器壁上的污垢转化为水溶性的物质。如高锰酸钾污垢可用草酸溶液进行处理；沾有碘迹的仪器可用碘化钾溶液进行浸泡等。

比色皿等光学仪器不能用毛刷刷洗。已洗净的玻璃仪器在倒置时，器壁应不挂水珠，内壁应形成一层薄而均匀的水膜。使用自来水或去离子水洗涤时，应本着“少量多次”的原则，且每次都应将水沥干，以提高洗涤效率。

1.6 化学试剂的一般知识

(1) 化学试剂的分类

化学试剂门类众多、品种繁杂，随着科技的发展，化学试剂的新品种层出不穷。目前，世界各国对化学试剂的分类和分级还没有统一的标准。国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)对化学标准物质的分级如表 1.6.1 所示。

表 1.6.1 IUPAC 对化学标准物质的分级

分级	标准
A 级	原子量标准
B 级	和 A 级最接近的基准物质
C 级	含量为 $100 \pm 0.02\%$ 的标准试剂
D 级	含量为 $100 \pm 0.05\%$ 的标准试剂
E 级	以 C 级或 D 级试剂为标准进行的对比测定得到的纯度的试剂

化学试剂按照用途通常可分为四大类：一般试剂、标准试剂、高纯试剂和专用试剂。实验室普遍使用的是一般试剂，包括化学试剂和生化试剂，指示剂也属于一般试剂。化学试剂按照纯度可分为一至四级(四级试剂已很少见)。一般试剂的分级、标志、标签颜色及主要用途列于表 1.6.2。表中所列标签颜色为国家标准《化学试剂包装及标志》(GB 15346—2012)中所规定，此国家标准还规定基准试剂的标签为深绿色。基准试剂的纯度相当于或高于优级纯，基准试剂用作滴定分析中的基准物质是非常方便的，可用于直接配制标准溶液。

表 1.6.2 一般试剂相关指标及分级

级别	中文名称	英文名称	标签颜色	主要用途
一级	优级纯 (保证试剂)	Guarantee Reagent (GR)	深绿色	纯度很高,适用于精密分析和科学研究工作,有的可作为基准物质
二级	分析纯 (分析试剂)	Analytical Reagent (AR)	金光红色	纯度仅次于优级纯,适用于一般化学分析
三级	化学纯	Chemical Pure (CP)	中蓝色	纯度比分析纯低,适用于一般化学实验
四级	实验试剂	Laboratory Reagent (LR)	黄色	纯度相对较低,适用做实验辅助试剂
生化试剂	生物试剂	Biological Reagent (BR)	玫红色	生化实验
	生物染色剂	Biological Stain (BS)		

我国习惯将相当于 IUPAC 的 C 级、D 级的试剂称为标准试剂。标准试剂具有主体含量高且准确可靠的特点,一般由大型试剂厂生产,并严格按照国家标准进行检验,是用于衡量其他待测物质化学量的标准物质。

高纯试剂杂质含量极低(比优级纯或基准试剂都低),其主体含量一般与优级纯试剂相当,而且规定检测的杂质项目比同种优级纯或基准试剂多 1~2 倍。主要用于微量或痕量分析中试样的分解及试液的制备,可明显地降低试剂的空白值。

专用试剂是指具有专门用途的试剂,如气相色谱载体及固定液、液相色谱填料、核磁共振试剂、色谱纯试剂、光谱纯试剂等。如色谱纯试剂是指在最高灵敏度下以 10^{-10} g 下无杂质峰来表示的;光谱纯试剂是以在光谱分析中出现的干扰谱线的数目和强度来衡量的,即用光谱分析法已测不出杂质含量或杂质含量低于某一限度。

(2) 化学试剂的选用

化学试剂的选用应本着节约和适量的原则,不要盲目追求纯度高的化学试剂,在能满足实验要求的前提下,选用试剂的级别应就低不就高。要根据所用分析方法的灵敏度、选择性、分析对象的含量及对分析结果准确度的要求等,合理选用相应级别的试剂。滴定分析中常用的标准溶液,一般应先用分析纯试剂进行粗略配制,再用基准试剂进行标定。如果实验所用标准溶液的量较少,也可使用基准试剂直接配制。滴定分析中所用的其他试剂一般为分析纯。此外,实验用水、操作器皿洗净程度等也要与试剂的等级相适应。若试剂均为优级纯,则不宜使用普通的去离子水,而应使用超纯水。所用器皿的品质也要求较高,在使用过程中,器皿上不应有物质溶解,以免影响测定的准确度。如果现有试剂的纯度不能满足实验的要求,可自己动手对试剂进行一次乃至多次提纯后再使用。如果对试剂的质量有怀疑,应进行鉴定。

1.7 分析实验用纯水

纯水是分析化学实验最常用的溶剂和洗涤用水，根据分析对象和要求的不同，对水的要求也有所不同。根据制备方法的不同，纯水通常有以下几种。

(1) 蒸馏水

通过蒸馏的方法除去水中非挥发性杂质而得到的纯水称为蒸馏水。蒸馏水的纯度和所选蒸馏器的材质有关，常用的材质有玻璃、铜和石英等。用玻璃蒸馏器制备的纯水中含有少量的 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等离子，用铜蒸馏器制备的纯水则可能含有 Cu^{2+} 离子。新鲜的蒸馏水是无菌的，但后期储存过程中可能有细菌产生。蒸馏法不能除去易溶于水的气体。

如果经一次蒸馏的蒸馏水不能满足一些特殊实验的需求，需要二次蒸馏或三次蒸馏。

(2) 去离子水

利用离子交换树脂除去水中的阳离子和阴离子杂质，所得的纯水称为离子交换水或去离子水。去离子水中含有微生物和有机物杂质，存放后也可能引起细菌繁殖。去离子水的电阻率通常在 $1.0 \sim 10.0 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

(3) 反渗透水

反渗透是水分子在压力作用下，通过反渗透膜而得到的。在制备反渗透水的过程中，水中的杂质被反渗透膜截留除去，利用反渗透技术可以有效地去除水中的离子、胶体、细菌病毒和大部分有机物等杂质。反渗透水克服了蒸馏水和去离子水的一些缺点，但不同厂家生产的反渗透膜对反渗透水的质量有很大的影响。

一般分析化学实验用水是蒸馏水或去离子水，在化学分析中，络合滴定法和沉淀滴定法对用水的纯度的要求较高。

我国已颁布了分析实验室用水规格和试验方法的国家标准(GB/T 6682—2008)，分析化学实验室用水的级别及主要技术指标见表 1.7.1。

表 1.7.1 分析化学实验室用水的级别及主要技术指标

指标名称	一级	二级	三级
pH 值范围(25 ℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25 ℃)/($\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$)	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
比电阻(25 ℃)/($\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$)	≥ 10	≥ 1	≥ 0.2
可氧化物质(以 O 计)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	—	≤ 0.08	≤ 0.40
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
蒸发残渣(105 ℃ \pm 2 ℃)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	—	≤ 1.0	≤ 2.0
可溶性硅(以 SiO_2 计)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	≤ 0.01	≤ 0.02	—

引自 GB/T 6682—2008。

注：由于在一级水和二级水中，难以测定真实的 pH 值，因此对一级水和二级水的 pH 值范围不做规定；由于在一级水的纯度下，难以测定可氧化物质和蒸发残渣，因此对其限量不做规定，可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

按照表 1.7.1 中水的分类，在分析实验中，高效液相色谱分析通常应使用一级水、二级水进行痕量分析等，三级水进行一般化学分析。

对于实验室所用纯水的质量可通过以下方法检验。

① 电阻率：选用适合测定纯水的电导率仪(最小量程为 $0.02 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$)测定。

② 酸碱度：要求 pH 值为 6~7。取 2 支试管，各加待测水样 10 mL，其中一支试管加入 2 滴甲基红指示剂不显红色、另一支试管加入 5 滴 0.1% 溴麝香草酚蓝(溴百里酚蓝)不显蓝色为符合要求。也可使用酸度计测量与大气相平衡的纯水的 pH 值。

③ 钙镁离子含量：取 50 mL 待测水样，加入 pH 值为 10 的氨-氯化铵缓冲液 1 mL，加入 1 滴铬黑 T 指示剂，溶液不显红色为符合要求(溶液应为纯蓝色)。

④ 氯离子：取 10 mL 待测水样，用 2 滴 $1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 的 HNO_3 溶液酸化，然后加入 2 滴 1% 的 AgNO_3 溶液，摇匀后溶液不浑浊为符合要求。

为避免纯水在存放过程中被污染，通常用聚乙烯材质的容器盛装实验用纯水。

第2章 定量分析仪器及其基本操作

2.1 分析天平

分析天平是分析化学实验中最重要和最常用的精密称量仪器。常用的分析天平有等臂(双盘)分析天平、不等臂(单盘)分析天平和电子分析天平三类。前两者是基于杠杆原理,属于机械式天平;后者是基于电磁力平衡原理。近些年来,基于杠杆原理的分析天平已逐渐被淘汰,取而代之的是电子分析天平。电子分析天平有即时称量、不需砝码、达到平衡快、直显读数、性能稳定、操作简单等特点。此外,电子分析天平还具有自动校正、自动去皮、超载显示、故障报警、信号输出及数据处理等功能。因此,电子分析天平具有机械天平无法比拟的优点。

一般电子分析天平的分度值为 0.1 mg ,即可称出 0.1 mg 质量或分辨出 0.1 mg 的差别。半微量电子分析天平的分度值为 0.01 mg ,微量电子分析天平的分度值为 0.001 mg ,超微量电子分析天平的分度值为 0.0001 mg 。电子分析天平的最大载荷一般为 $100\sim 200\text{ g}$ 。以下对电子分析天平的构造、工作原理及其使用方法进行介绍。

2.1.1 电子分析天平介绍

(1) 电子分析天平的构造

电子分析天平的型号繁多,但其基本构造相似,主要由以下几部分组成。

① 秤盘。秤盘多为金属材料制成,安装在天平的传感器上,是天平进行称量的承受装置。它具有一定的几何形状和厚度,以圆形和方形的居多。使用过程中应注意秤盘的卫生清洁,并且不要随意调换秤盘。

② 传感器。它是电子分析天平的关键部件之一,由外壳、磁钢、极靴和线圈等组成,装在秤盘的下方。它的精度很高也很灵敏,切忌称样时撒落物品而影响传感器的正常工作。

③ 位置检测器。它由高灵敏度的远红外发光管 and 对称式光敏电池组成,它的作用是将秤盘上的载荷转变成电信号输出。

④ PID(比例、积分、微分)调节器。PID调节器的作用是保证传感器快速而稳定地工作。

⑤ 功率放大器。其作用是将微弱的电信号放大,以保证天平的精度达到工作要求。

⑥ 低通滤波器。它的作用是排除外界和某些电器元件产生的高频信号的干扰,以