

分析化学实验课的要求

分析化学是化学的重要分支学科之一。分析化学理论课和分析化学实验课是大学化学专业及有关专业的重要基础课。两者皆单独设课，且后者占有更多的学时和学分比例。

学生通过本课程的学习，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，培养学生严谨的工作作风和实事求是的科学态度，树立严格的“量”的概念，为学习后继课程和未来的科学研究及实际工作打下良好的基础。

为了达到上述目的，要求学生做到：

实验前认真预习，领会实验原理，了解实验步骤和注意事项，做到心中有数。实验前可以先写好实验报告的部分内容，列好表格，查好有关数据，以便实验时及时、准确地记录和进行数据处理。

实验时要严格按照规范操作进行，仔细观察实验现象，并及时记录。要善于思考，学会运用所学理论知识解释实验现象，研究实验中的问题。要保持实验台和整个实验室的整洁。

要认真写好实验报告。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。上述各项内容的繁简取舍，应根据各个实验的具体情况而定，以清楚、简练、整齐为原则。实验报告中的有些内容，如原理、表格、计算公式等，要求在实验预习时准备好，其它内容则可在实验过程中以及实验完成后记录、计算和撰写。

实验指导教师在学生实验过程中起着主导作用。为此，要求

教师做到：上好几次实验课（例如开学初实验之前，强调实验的重要性，整个实验安排，注意事项和评分标准等。另外，可在方案设计、综合实验之前集中讲授设计方案的原则和示例等）；认真做好指导实验的准备工作，如指出学生前次实验和实验报告中存在的问题，做好本次实验的关键，对学生预习实验的检查，实验基本知识的传授，实验操作的演示，通知下次实验的内容等；指导实验时，应坚守工作岗位，“眼观六路”，及时发现和指出学生的操作错误与不良学风；集中精力指导实验，不批改作业和做其它杂事；应仔细批改学生的实验报告，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。

学生实验成绩的评定，应包括以下几项内容：（1）预习与否及实验态度；（2）实验操作技能；（3）实验报告的撰写是否认真和符合要求，实验结果的精密度、准确度和有效数字的表达等。

第 一 章

分析化学实验的基础知识

§ 1-1 纯水的制备及其检定

1. 纯水的规格

在分析化学实验中，应根据所做实验对水质量的要求，合理地选用不同规格的纯水。

随着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。在实际工作中，有些实验对水还有特殊的要求，有时还要对 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Cl^{-} 离子及细菌等进行检验。

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(254 nm, 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	—

2. 纯水的制备

蒸馏法：目前使用的蒸馏器有玻璃、铜、石英等。蒸馏法只能除去水中非挥发性的杂质，溶解在水中的气体杂质并不能完全除

去。蒸馏法的设备成本低，操作简单，但消耗能量大。为节约能源和减少污染，可采用离子交换法、电渗析等方法制备。

离子交换法：用离子交换法制备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。其去离子效果好，成本低，但设备及操作较复杂，不能除去水中非离子型杂质，故去离子水中常含有微量的有机物。

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。它是在直流电场的作用下，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，仅适用于要求不很高的分析工作。

3. 纯水的检验及合理选用

纯水的检验有物理方法（如测定水的电导率或电阻率）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如 Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等。

纯水制备不易，也较难以保存。应根据不同情况选用适当级别的纯水，并在保证实验要求的前提下，注意尽量节约用水，养成良好的习惯。

§ 1-2 玻璃器皿的洗涤

分析化学实验中所使用的器皿应洁净，其内外壁应能被水均匀地润湿，且不挂水珠。

实验中常用的烧杯、锥形瓶、量筒、量杯等一般的玻璃器皿可用毛刷蘸去污粉或合成洗涤剂刷洗，再用自来水冲洗干净，然后用蒸馏水或去离子水润洗三次。

滴定管、移液管、吸量管、容量瓶等具有精确刻度的仪器可采用合成洗涤剂洗涤。其洗涤方法常将配成 0.1%~0.5% 的洗涤液倒入容器中，摇动几分钟，弃去，用自来水冲洗干净后，再用蒸馏

水或去离子水润洗三次。如果未洗干净,可用铬酸洗液^①洗涤。

光度分析用的比色皿,是用光学玻璃制成,不能用毛刷刷洗,应根据不同情况采用不同的洗涤方法。常用的洗涤方法是将被有色物质沾污的容量瓶等用此法洗涤往往是很有效的。此外,分析化学实验室常用洗涤剂还有稀 HCl 溶液、NaOH - KMnO₄ 溶液、乙醇及其与盐酸或氢氧化钠的混合液等。

§ 1-3 化学试剂规格

化学试剂产品很多,门类很多,有无机试剂和有机试剂两大类,又可按用途分为标准试剂、一般试剂、高纯试剂、特效试剂、仪器分析专用试剂、指示剂、生化试剂、临床试剂、电子工业或食品工业专用试剂等。世界各国对化学试剂的分类和分级及标准不尽相同。我国化学试剂产品有国家标准(GB)和专业(行业)ZB标准及企业标准(QB)等。国际标准化组织(ISO)和国际纯粹化学与应用化学联合会(IUPAC)也都有很多相应的标准和规定。例如,IUPAC对化学标准物质的分级有A级、B级、C级、D级和E级。A级为原子量标准,B级为与A级最接近的基准物质,C级和D级为滴定分析标准试剂,含量分别为 $100 \pm 0.02\%$ 和 $100 \pm 0.05\%$,而E级为以C级或D级试剂为标准进行对比测定所得的纯度或相当于这种纯度的试剂。

我国的主要国产标准试剂和一般试剂的等级及用途见表1-2。

^① 铬酸洗液(K₂Cr₂O₇ - 浓 H₂SO₄ 溶液)的配制:称取 10 g 工业用 K₂Cr₂O₇ 固体于烧杯中,加入 20 mL 水,加热溶解后,冷却,在搅拌下慢慢加入 200 mL 粗浓 H₂SO₄,溶液呈暗红色,贮存于玻璃瓶中备用。因浓硫酸易吸水,应用磨口玻璃塞子塞好。由于铬酸洗液是一种酸性很强的强氧化剂,腐蚀性很强,易烫伤皮肤,烧坏衣物,且铬有毒,所以使用时要注意安全和环境保护。

表 1-2 主要国产化学试剂的级别与用途

标准试剂类别(级别)		主要用途			相当于 IUPAC 的级别
容量分析第一基准		容量分析工作基准试剂的定值			C
容量分析工作基准		容量分析标准溶液的定值			D
容量分析标准溶液		容量分析测定物质的含量			E
杂质分析标准溶液		仪器及化学分析中用作杂质分析的标准			
一级 pH 基准试剂		pH 基准试剂的定值和精密 pH 计的校准			C
pH 基准试剂		pH 计的定位(校准)			D
有机元素分析标准		有机物的元素分析			E
热值分析标准		热值分析仪的标定			
农药分析标准		农药分析的标准			
临床分析标准		临床分析化验标准			
气相色谱分析标准		气相色谱法进行定性和定量分析的标准			
一般试剂级别	中文名称	英文符号	标签颜色	主要用途	
一级	优级纯(保证试剂)	GR	深绿色	精密分析实验	
二级	分析纯(分析试剂)	AR	红色	一般分析实验	
三级	化学纯	CP	蓝色	一般化学实验	
生化试剂	生化试剂	BR	咖啡色	生物化学实验	
	生物染色剂				

化学试剂中,指示剂纯度往往不太明确。除少数标明“分析纯”、“试剂四级”外,经常遇到只写明“化学试剂”、“企业标准”或“生物染色素”等。常用的有机溶剂、掩蔽剂等,也经常见到级别不明的情况,平常只可作为“化学纯”试剂使用,必要时需进行提纯。例如,三乙醇胺中铁含量较大,而又常用来掩蔽铁,因此使用该试剂时,必须注意。

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也不相同。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,就是说,它是以其活力来表示的。

此外,还有一些特殊用途的所谓高纯试剂。例如,“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;“光谱纯”试剂,它是以光谱分析时出现的干扰谱线的数目强度大小来衡量的,往往含有该试剂各种氧化物,它不能认为是化学分析的基准试剂,这点须特别注意;“放射化学纯”试剂,它是以放射性测定时出现干扰的核辐射强度来衡量的;“MOS”级试剂,它是“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 A R 级的分析纯试剂。

常用化学试剂的检验,除经典的湿法化学方法之外,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,无疑地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,做到科学地存放和合理地使用化学试剂,既不超规格造成浪费,又不随意降低规格而影响分析结果的准确度。

§ 1-4 溶液的浓度、溶液的配制 和分析化学中的计算式

溶液的浓度、溶液的配制和分析化学中的计算式三者之间是互相联系的。首先来讨论其计算式。

一、溶液浓度表示方法及其计算式

1. 摩尔质量 M

其意义是质量 m 除以物质的量 n

$$M = \frac{m}{n} \quad (1)$$

单位为 $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ 。利用此单位作为摩尔质量的单位时,任何物质的摩尔质量,在数值上是等于该物质的相对原子质量或相对分子质量。

2. 摩尔体积 V_m

其意义是体积 V 除以物质的量 n

$$V_m = \frac{V}{n} \quad (2)$$

单位为 $\text{L} \cdot \text{mol}^{-1}$.

3. 物质的量浓度 c

分析化学中常简称为浓度。其意义是物质的量 n 除以溶液的体积 V

$$c = \frac{n}{V} \quad (3)$$

单位为 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。某物质 B 的浓度可写为 c_B 。

4. 质量 m 、摩尔质量 M 、物质的量 n 和浓度 c 的关系
将 (1) 式代入 (3) 式得

$$c = \frac{n}{V} = \frac{m}{MV} \quad (4)$$

5. 用固体物质配制溶液的计算式

由 (4) 式得

$$m = cMV \quad (5)$$

单位为 g 。欲配制某物质 (其摩尔质量为 M) 溶液的浓度为 c 、须配制体积为 V 以 L 为单位时其质量 m 应用 (5) 式是很容易计算的。

6. 物质的质量浓度 ρ_B

其意义是质量 m 除以溶液体积 V

$$\rho_B = \frac{m}{V} \quad (6)$$

单位为 $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。在吸光光度法的标准溶液系列中, 滴定分析的一

般试剂,如指示剂浓度为 $20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ (即以往的 0.2%)、 $50 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 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 5% 等表示方法。

7. 质量摩尔浓度 b_B

其意义是物质的量 n 除以质量 m

$$b_B = \frac{n}{m} \quad (7)$$

单位为 $\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$, 它多在标准缓冲溶液的配制中使用。

根据 SI 单位,各门学科都有自己的特殊的、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 1-3 所示

表 1-3 分析化学中常用的量及其单位的名称和符号

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
质量摩尔浓度	b_B	摩每千克	$\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$	
质量浓度	ρ_B	千克每立方米	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	$\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 等
质量分数	w	(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	千克每立方米	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	$\text{g} \cdot \text{cm}^{-3}$ 等
相对密度	d	(量纲为 1)		
压力、压强	p	帕(斯卡)	Pa	1atm = 101325 Pa 1mmHg = 133.322Pa
体 积	V	立方米	m^3	L, mL
试样质量	m_s	千克	kg	g 等

对分析化学中习惯使用的 (1+2)HCl 溶液^① 的表示方法，本教材将继续沿用，但不作为一种浓度单位使用。

8. 滴定分析的计算式

对一个化学反应：

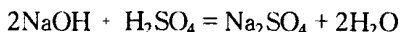


A 物质和 B 物质在反应达到化学计量点时，其间物质的量的关系为

$$n_A = \frac{a}{b} n_B \quad \text{或} \quad n_B = \frac{b}{a} n_A \quad (9)$$

(9) 式中 $\frac{a}{b}$ 或 $\frac{b}{a}$ 称为 A 物质与 B 物质间的化学计量数比。

(1) 两种溶液间的计量关系 例如用 NaOH 标准溶液 (A) 滴定 H_2SO_4 (B) 溶液时 反应式为



其计量关系式是

$$c_A V_A = \frac{a}{b} c_B V_B \left(\frac{a}{b} = \frac{2}{1} \right) \quad (10)$$

(10) 式 如果用于配制稀酸 (盐酸等) 或稀碱 (氨水等) 时, $\frac{a}{b} = 1$ 。

(2) 固体物质 A 与溶液间的计量关系 例如用基准物质标定溶液浓度时，其计算式为

$$\frac{m_A}{M_A} = \frac{a}{b} c_B V_B \quad (11)$$

(11) 式亦可很方便地用于计算所需待测物质或所需基准物质的质量，即

^① 此处为体积比： $V_{HCl} : V_{H_2O} = 1 : 2$

$$m_A = \frac{a}{b} c V M_A$$

例如，用草酸标定约 $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ NaOH 溶液，欲使滴定消耗 NaOH 25mL 左右，则草酸所需质量约为

$$m = \frac{1}{2} \times 0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \times 25 \times 10^{-3} \text{ L} \times 126 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1} \approx 0.16 \text{ g}$$

$$[M_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 126.07 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}]$$

(3) 质量分数计算式 当用物质 B 标准溶液测定物质 A 的含量时，其间关系式为

$$w_A = \frac{\frac{a}{b} c_B V_B M_A}{m_s} \quad (12)$$

物质 A 的含量，根据 SI 单位是用质量分数 $0.\times\times\times\times$ 表示。分析化学中可以乘 100% 用百分数表示。

(4) 滴定度的计算式 用物质 A 的标准溶液滴定物质 B 时，A 物质对 B 物质的滴定度 $T_{A/B}$ 的计算式为

$$T_{A/B} = \frac{\frac{b}{a} c_A M_B}{1\ 000} \quad (13)$$

在 (10)~(13) 式中， c 为物质的量浓度（单位为 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ）， V 为溶液的体积（单位为 L）， M 为物质的摩尔质量（单位为 $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ）， w 为物质的质量分数， T 为滴定度（单位为 $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ）， m_s 为试样的质量（单位为 g）。

9. 基本单元的表述及其计算式

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、离子和它们的特定的组合。例如， 1 mol CaO ， $1 \text{ mol } \frac{1}{2} \text{ CaO}$ ，

1 mol H_2SO_4 , 1 mol $\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4$, c_{KMnO_4} , $c_{\frac{1}{5}\text{KMnO}_4}$, $c_{\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$, $M_{\text{H}_2\text{SO}_4}$, $M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$ 等等 这里, 1 mol $\frac{1}{2} \text{CaO}$ 中, “ $\frac{1}{2}$ ”称为基本单元系数 b 而 “ $\frac{1}{2}\text{CaO}$ ”称为 CaO 的基本单元。余类推。

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 有下面三个重要的计算式:

(1) 摩尔质量的计算式为

$$Mb_A = b \times M_A \quad (14)$$

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

$$nb_A = \frac{1}{b} \times n_A \quad (15)$$

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

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

(3) 物质的量浓度 c 的计算式为

$$cb_A = \frac{1}{b} \times c_A \quad (16)$$

例如, 已知 $c_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} = 0.1000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 时, 若以 “ $\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ” 为基本单元 则 $c_{\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} = \frac{1}{\left(\frac{1}{2}\right)} \times 0.1000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} = 0.2000 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 它相当于以往教材中说的 $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 的 0.2000 N 与 0.1000 M 的关

系。同理，以往教材中 $0.1000 \text{ N}_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$ ，可写为 $c_{\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = 0.1000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ； $0.1000 \text{ N}_{\text{KMnO}_4}$ ，可写为 $c_{\frac{1}{5}\text{KMnO}_4} = 0.1000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 间接碘量法中的 $0.1000 \text{ N}_{\text{KIO}_3}$ 可写为 $c_{\frac{1}{6}\text{KIO}_3} = 0.1000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 或 $c_{\frac{1}{5}\text{KIO}_3} = 0.1000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 等等。

二、溶液的配制方法

(一) 一般溶液的配制方法

(5) 式 $m = cVM$ 是用固体物质配制溶液最基本的公式。摩尔质量 M 与所配溶液浓度 c 的基本单元必须相对应。

例如 当欲配制 $500.0 \text{ mL } c_{\frac{1}{5}\text{KMnO}_4} = 0.100 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 溶液时，须称取 KMnO_4 物质的质量为

$$m = c \times V \times M_{\text{KMnO}_4} = 0.100 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \times 0.500 \text{ L} \times \frac{1}{5} \times 158.03 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1} \approx 1.58 \text{ g}$$

当欲配制 $250.0 \text{ mL } c_{\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = 0.1000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 溶液时 须称取 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 物质的质量为

$$m = c \times V \times M_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = 0.1000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \times 0.2500 \text{ L} \times \frac{1}{6} \times 294.18 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1} = 1.226 \text{ g}$$

当用 As_2O_3 配制 $250.0 \text{ mL } c_{\frac{1}{2}\text{H}_3\text{AsO}_3} = 0.1000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 溶液时 须称取 As_2O_3 物质的质量为

$$\begin{aligned} m &= c \times V \times M_{\text{As}_2\text{O}_3} = c \times V \times \frac{1}{4} M_{\text{As}_2\text{O}_3} \\ &= 0.1000 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \times 0.2500 \text{ L} \times \frac{1}{4} \times 197.84 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1} = 1.236 \text{ g} \end{aligned}$$

余类推。

总之，用固体试剂配制溶液时，必须正确运用 (5) 式和 (14)，

(15),(16)各式,主要是掌握基本单元的应用。

在台秤或分析天平上称出所需量固体试剂,于烧杯中先用适量水溶解,再稀释至所需的体积。试剂溶解时若有放热现象,或以加热促使溶解,应待冷却后,再转入试剂瓶中或定量转入容量瓶中。配好的溶液,应马上贴好标签,注明溶液的名称、浓度和配制日期。

有一些易水解的盐,配制溶液时,需加入适量酸,再用水或稀酸稀释。有些易被氧化或还原的试剂,常在使用前临时配制,或采取措施,防止氧化或还原。

易侵蚀或腐蚀玻璃的溶液,不能盛放在玻璃瓶内,如氟化物应保存在聚乙烯瓶中,装苛性碱的玻璃瓶应换成橡皮塞,最好也盛于聚乙烯瓶中。

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,并注意其保存期;配好的指示剂一般贮存于棕色瓶中。

配制溶液时,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。

经常并大量使用的溶液,可先配制成使用浓度的 10 倍的储备液,需要用时取储备液稀释 10 倍即可。

(二) 标准溶液的配制和标定

标准溶液通常有两种配制方法。

1. 直接法

用分析天平准确称取一定量的基准试剂,溶于适量的水中,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,计算它的准确浓度。

基准物质是纯度很高、组成一定、性质稳定的试剂,它是相当于或高于优级纯试剂的纯度。基准物质可用于直接配制标准溶液或用于标定溶液浓度的物质。作为基准试剂应具备下列条件:

(1) 试剂的组成与其化学式完全相符；

(2) 试剂的纯度应足够高（一般要求纯度在 99.9% 以上），而杂质的含量应少到不至于影响分析的准确度；

(3) 试剂在通常条件下应该稳定；

(4) 试剂参加反应时，应按反应式定量进行，没有副反应。

常用的基准物质见附录 5。

2. 标定法

实际上只有少数试剂符合基准试剂的要求。很多试剂不宜用直接法配制标准溶液，而要用间接的方法，即标定法。在这种情况下，先配成接近所需浓度的溶液，然后用基准试剂或另一种已知准确浓度的标准溶液来标定它的准确浓度。

在实际工作中，特别是在工厂实验室，还常采用“标准试样”来标定标准溶液的浓度。“标准试样”含量是已知的，它的组成与被测物质相近。这样标定标准溶液浓度与测定被测物质的条件相同，分析过程中的系统误差可以抵消，结果准确度较高。

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。如果溶液浓度有了改变，必须重新标定。对于不稳定的溶液应定期标定。

必须指出，使用不同温度下配制的标准溶液，若从玻璃的膨胀系数考虑，即使温度相差 30℃，造成的误差也不大。但是，水的膨胀系数约为玻璃的 10 倍，当使用温度与标定温度相差 10℃ 以上时，则应注意这个问题。

§ 1-5 滤纸及滤器

1. 滤纸

分析化学实验中常用的有定量分析滤纸和定性分析滤纸两种。按过滤速度和分离性能的不同又可分为快速、中速和慢速三类。我国国家标准 (GB/T 1914-93) 对定量滤纸和定性滤纸产品

规定的主要技术指标包括质量 (单位 $\text{g}\cdot\text{m}^{-2}$)、分离性能 (过滤沉淀物示例)、过滤速度、湿耐程度 (对于定量滤纸)、灰分、标志 (盒外纸条)、圆形纸直径等。

定量滤纸又称为无灰滤纸, 即其灰分很低。例如每张直径为 125 mm 的定量滤纸的质量约 1 g, 但灼烧后其灰分的质量不超过 0.1 mg, 在重量分析实验中, 可以忽略不计。定性滤纸的质量不及定量滤纸, 其他杂质的含量也比定量滤纸高, 但价格比定量滤纸低。在分析化学实验中应根据实际需要, 合理地选用滤纸。

2. 烧结 (多孔) 滤器

这是一类通过高温烧结玻璃、石英、陶瓷、金属或塑料等材料的颗粒使之粘接在一起的方法所制造的微孔滤器, 其中以玻璃滤器最为常用。

我国从 1990 年起对这类滤器开始执行新的国家标准 (GB 11415-89)。这类滤器的分级和牌号见表 1-4。其牌号的规定以每级孔径的上限值前加以字母 “P” 表示。而过去使用多年的玻璃滤器的旧型号应注意与新型号的对照。例如分析化学实验中常用 P40(G3) 和 P16(G4) 号玻璃滤器, 在过滤金属汞时用 G3 号, 过滤 KMnO_4 溶液时用 G4 号漏斗式, 重量法测定镍时用 G4 号坩埚式过滤器。

表 1-4 实验用滤器的牌号和分级

牌 号	孔径分级/ μm	
	>	$\leq$
P1.6	—	1.6
P4	1.6	4
P10	4	10
P16	10	16
P40	16	40
P100	40	100
P160	100	160
P250	160	250

对新的滤器在使用前要经酸洗、抽滤，水洗、抽滤，晾干或烘干等处理。使用后的滤器也应及时清洗，因为滤器的滤片容易吸附沉淀物和杂质。清洗的原则是选用能分解或溶解残留物的洗涤液进行浸泡、抽滤，再用水洗净。表 1-5 列出某些沉淀物的常用化学清洗方法。

表 1-5 某些沉淀物的常用化学洗涤方法

沉 淀 物	洗 涤 液
脂肪等	CCl_4 或适当的有机溶剂
各种有机物	铬酸洗液浸泡
氯化亚铜、铁斑	含 KClO_4 的热浓盐酸
硫酸钡	100 的浓硫酸
汞渣	浓热硝酸
氯化银	氨水或硫代硫酸钠溶液
铝质、硅质残渣	先用 $20 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1} \text{HF}$ 洗，继用浓 H_2SO_4 洗，立即用蒸馏水、丙酮漂洗 反复几次

3. 滤膜

滤膜是海水分析中的重要滤器，也是环境化学分析中的重要工具。海水分析中，通常用 $0.45 \mu\text{m}$ 滤器过滤的方法来区分海水中的溶解物和颗粒物。通过这种滤器的海水试样中的全部组分（包括溶解的和分散的），都认为是溶解组分。

§ 1-6 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。绝不允许将数据记在单页纸或小纸片上，或记在书上、手掌上等。实验记录本可与实验报告本共用，实验后即在实验记录本上写出实验报告。

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