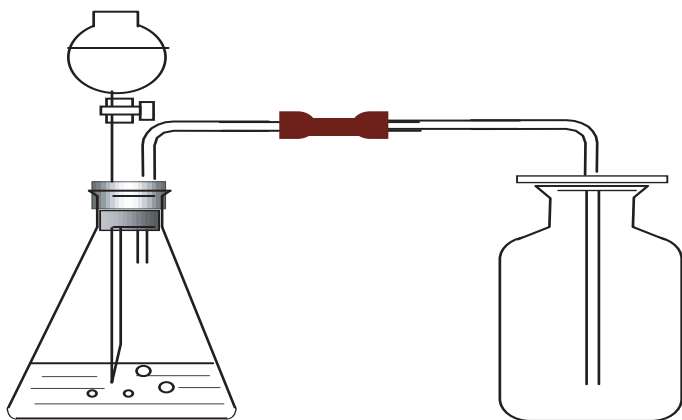


化学分析实验

张小玲 张慧敏 邵清龙 编著



北京理工大学出版社

BEIJING INSTITUTE OF TECHNOLOGY PRESS

内 容 简 介

全书共十三章,第一章介绍分析化学实验的基本知识;第二章介绍定量分析仪器及基本操作;第三章至第十三章为定量分析实验,内容包括定量分析基本操作训练、酸碱滴定、配位滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定、重量分析、分光光度法、常用分离方法、综合实验、设计实验及文献实验等,共 81 个实验,其中设计实验 36 个,英文文献实验 4 个。每类实验可供灵活选择。

本书可作为高等理工院校、高等师范院校有关专业的分析化学实验教材,也可作为有关专业分析人员及从事分析检验工作的技术人员的参考书。

版权专有 侵权必究

图书在版编目 (CIP) 数据

化学分析实验/张小玲, 张慧敏, 邵清龙编著. —北京: 北京理工大学出版社, 2007. 6

ISBN 978 - 7 - 5640 - 1253 - 3

I. 化… II. ①张…②张…③邵… III. 化学分析 - 实验 - 高等学校 - 教材 IV. 0652. 1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 058347 号

出版发行 / 北京理工大学出版社

社 址 / 北京市海淀区中关村南大街 5 号

邮 编 / 100081

电 话 / (010) 68914775(办公室) 68944990(批销中心) 68911084(读者服务部)

网 址 / [http: // www. bitpress. com. cn](http://www.bitpress.com.cn)

经 销 / 全国各地新华书店

印 刷 / 北京国马印刷厂

开 本 / 787 毫米 × 1092 毫米 1/16

印 张 / 11. 5

字 数 / 257 千字

版 次 / 2007 年 6 月第 1 版 2007 年 6 月第 1 次印刷

印 数 / 1 ~ 4000 册

定 价 / 22. 00 元

责任校对 / 张 宏

责任印制 / 李绍英

图书出现印装质量问题, 本社负责调换

前 言

分析化学包括化学分析和仪器分析两大类。尽管仪器分析已得到迅速的发展和普及，但常量组分的精确分析仍然主要依赖经典化学分析。传统的经典化学分析包括化学定性分析和定量分析，以硫化氢系统分析为基础的化学定性分析已逐渐淡出分析化学课堂和实践，故本书的主要内容是化学定量分析实验。

化学分析实验重在使学生掌握常量组分的定量分析的基本知识、基本理论和基本方法，掌握分析测量中的误差来源及实验数据的统计处理，了解常用的分离方法、吸光光度法的原理及应用，确立起严格的“量”的概念，培养认真细致的工作作风、实事求是的科学态度。更重要的是作为创新教育的平台，形成循序渐进的“基础训练实验→综合实验→设计研究实验”三层次实验教学新体系。其实验内容由浅入深，由简单到综合。学生通过基础训练实验教学，掌握分析化学实验基本理论、典型的分析方法和基本操作技能，并能够正确地使用仪器设备，正确地采集、记录、处理实验数据和表达实验结果，学会分析化学实验的基本方法，养成良好的科学研究习惯；通过综合实验，针对复杂实际样品将各个单一的分析内容联结起来，使已学过的单元知识与技能得到巩固、充实与提高，培养学生综合运用知识技能分析问题解决问题的能力，以及分析判断、逻辑推理、得出结论的能力，掌握化学研究的一般方法；在设计性实验阶段，学生通过查阅文献、自行设计实验方案并加以实现，培养创新能力、独立解决实际问题的能力、组织管理能力。在基础实验、综合实验和设计性（或研究）实验中，力求反映工科特色，努力联系工程、社会和生活实际，形成良性互动，实现基础与前沿、经典与现代的有机结合，以实验特有的应用性和创造性激发学生的想象力和创造力，培养学生从事科学研究的能力和综合实践能力。

本书实验教学内容主要包括：训练培养基本操作技能及与分析化学理论课教学内容有关的基础训练实验，学科间相互渗透的综合性实验，培养科学研究创新能力的设计性实验，还包括若干个英文文献实验。并加强了分离科学、生命科学、环境科学在分析化学中的应用实验，加大了环境试样、生物与药物试样、有机试样的实验比重。

本书包括定量分析实验 41 个，英文文献实验 4 个，设计实验选题 36 个。使用本教材时可根据专业要求和实验室条件取舍。

参加本书编写的有：张小玲（第一、二、三、四、七、八、九、十、十一、十二章及附录），张慧敏（第五、十三章），邵清龙（第六章）。全书由张小玲整理定稿。

由于编者水平有限，书中错误和不妥之处在所难免，诚恳希望读者批评指正，以便再版时修订。

编 者

目 录

第一章 分析化学实验基本知识	(1)
1.1 化学分析实验课的任务和要求	(1)
1.2 实验室注意事项	(2)
1.3 分析实验室用水	(3)
1.4 化学试剂的一般知识	(5)
1.5 玻璃器皿的洗涤与干燥	(8)
1.6 溶液的浓度及其配制	(9)
1.7 实验室数据的记录、处理和实验报告	(13)
第二章 定量分析仪器及基本操作	(15)
2.1 分析天平	(15)
2.2 滴定分析仪器及基本操作	(25)
2.3 重量分析基本操作	(36)
2.4 酸度计	(43)
2.5 分光光度计及基本操作	(51)
第三章 定量分析基本操作训练	(59)
实验 3.1 分析天平称量练习	(59)
实验 3.2 容量仪器的校准	(61)
实验 3.3 滴定分析基本操作练习	(63)
第四章 酸碱滴定实验	(68)
实验 4.1 酸碱标准溶液浓度的标定	(69)
实验 4.2 食醋中总酸量的测定	(71)
实验 4.3 工业纯碱中总碱度的测定	(72)
实验 4.4 混合碱的分析 (双指示剂法)	(73)
实验 4.5 硫酸铵中含氮量的测定 (甲醛法)	(76)
实验 4.6 有机酸摩尔质量的测定	(79)
实验 4.7 蛋壳中碳酸钙含量的测定	(80)
第五章 配位滴定实验	(82)
实验 5.1 水硬度测定	(82)
实验 5.2 铅、铋合金中铅和铋的连续配位滴定	(85)
实验 5.3 工业硫酸铝中铝含量的测定	(87)



实验 5.4 低熔点合金中 Bi、Pb、Cd、Sn 含量的测定	(88)
---------------------------------------	--------

第六章 氧化还原滴定实验

(92)

实验 6.1 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	(93)
实验 6.2 饲料中钙含量的测定 (高锰酸钾法)	(95)
实验 6.3 无汞盐法测定铁矿石中的全铁 (重铬酸钾法)	(97)
实验 6.4 水样中化学耗氧量 (COD) 的测定 (重铬酸钾法)	(99)
实验 6.5 硫代硫酸钠标准液的配制和标定	(101)
实验 6.6 硫酸铜中铜含量的测定 (间接碘量法)	(102)
实验 6.7 注射液中葡萄糖含量的测定 (碘量法)	(104)
实验 6.8 维生素 C 制剂中抗坏血酸含量的测定 (直接碘量法)	(105)
实验 6.9 工业苯酚纯度的测定 (溴酸钾法)	(106)

第七章 沉淀滴定实验

(109)

实验 7.1 可溶性氯化物中氯含量的测定 (莫尔法)	(109)
实验 7.2 酱油中氯化钠含量的测定 (佛尔哈德法)	(110)
实验 7.3 氯化物中氯含量的测定 (法扬司法)	(112)

第八章 重量分析实验

(114)

实验 8.1 钡盐中钡含量的测定 (沉淀重量法)	(114)
实验 8.2 钡盐中结晶水的测定 (气化法)	(116)
实验 8.3 合金钢中镍含量的测定 (丁二酮肟镍沉淀重量法)	(117)

第九章 分光光度法实验

(119)

实验 9.1 邻二氮菲分光光度法测定铁 (条件试验及试样中铁含量的测定)	(119)
实验 9.2 分光光度法测定邻二氮菲 - 铁 (II) 配合物的组成和稳定常数	(122)
实验 9.3 分光光度法测定甲基橙的离解常数	(123)

第十章 分离方法实验

(127)

实验 10.1 萃取光度法测定水中的表面活性剂	(127)
实验 10.2 离子交换树脂交换容量的测定	(130)
实验 10.3 钴、镍的离子交换分离及络合滴定法测定	(131)
实验 10.4 纸色谱法分离和鉴定氨基酸	(133)
实验 10.5 薄层层析法分离氨基酸	(136)

第十一章 综合实验

(139)

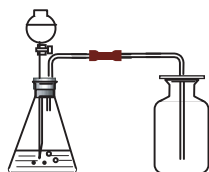
实验 11.1 硼镁矿中硼含量的测定 (离子交换分离——酸碱滴定法)	(139)
实验 11.2 谷物及谷物制品中钙的测定	(141)
实验 11.3 加碘食盐的质量检验	(142)



实验 11.4 食品中六六六、滴滴涕残留量的测定	(148)
第十二章 设计实验	(151)
第十三章 文献实验选编	(154)
附录	(164)
附录 1 市售酸碱试剂的浓度及密度	(164)
附录 2 常用指示剂	(164)
附录 3 元素的相对原子质量表 (1989)	(168)
附录 4 化合物的相对分子质量表 (1989)	(170)
主要参考文献	(174)

第一章

分析化学实验基本知识



1.1 化学分析实验课的任务和要求

分析化学包括化学分析和仪器分析两个部分。化学分析实验是与分析化学理论课中化学分析部分密切配合但又独立开设的一门实验课程，相对于理论课占有更多的学时和学分比例，主要包括滴定分析、重量分析、分光光度法和常用分离方法等，是高等学校化学类专业和涉及化学学科专业本科生的重要基础课之一。

本课程的任务和目的：

(1) 正确、熟练地掌握化学分析实验的基本操作技能，学习并掌握典型的化学分析方法和实验数据处理方法。充分运用所学的理论知识指导实验，培养手脑并用能力和统筹安排能力。

(2) 树立“量”、“误差”和“有效数字”的概念，学会正确合理地选择实验条件和实验仪器，正确记录、处理实验数据，以保证实验结果的准确可靠。

(3) 通过综合、设计实验训练，掌握科学研究方法，培养科学研究综合能力。如信息的获取与整理、实验方案的设计与实施、数据的记录与分析，问题的提出与证明，观点的表达与讨论；树立敢于质疑，勇于探究的创新意识。

(4) 培养实事求是的科学态度、严谨的科学作风、认真细致整洁的科学习惯、坚韧不拔的意志、与人合作的良好品格等科学工作者应有的基本素质。

为后续课程的学习和未来从事生产和科学研究打下良好的基础。

为达到上述目的，对学生提出如下要求：

(1) 实验前必须认真预习，做到心中有数，并拟定出实验计划：

① 认真阅读实验教材，并复习与实验有关的理论，理解实验原理，明确实验的目的与要求；

② 了解实验的内容、步骤、操作方法及实验过程的注意事项；

③ 写出预习报告，简明扼要地写出实验原理和步骤，做好实验前的必要计算（如算好试剂和试样的称取量，基准物的称量范围等）。

(2) 在实验过程中要注意：

① 自觉遵守实验室规则，保持室内整洁安静、台面清洁有序。树立节约、环保、公德



意识, 注意节约, 爱护仪器, 废液按规定处理或排放。

② 严格遵守操作规程及有关注意事项。在使用不熟悉的仪器和试剂之前, 应查阅有关书籍或请教指导教师, 以免损坏仪器或发生意外。

③ 实验时, 严格按照规范操作进行, 仔细观察, 及时记录, 手脑并用, 勤于思考, 勇于探索, 不能只是“照方配药”。

④ 实验中的现象及所有原始实验数据必须随时如实准确地记录在专用的记录本上, 不允许记在其他任何地方, 不得随意涂改数据。

(3) 实验完毕后: 及时洗涤、清理仪器, 切断(或关闭)电源、水阀和气路。对实验所得数据和结果, 应及时进行整理、计算和分析, 并重视总结实验中的经验教训, 认真写好实验报告, 按时交给指导教师批阅。

在作记录和报告时, 应注意以下几个问题:

(1) 一个实验报告包括以下的内容: 实验名称, 实验日期, 实验目的, 简要原理, 主要试剂和仪器, 实验主要步骤的简要描述(可用箭头流程式表示), 测量所得数据, 各种观察与注解, 计算和分析结果, 问题和讨论。

其中前六项及记录表格应在实验预习时写好, 其余内容则应在实验过程中以及实验结束后填写。

这几项内容的取舍、繁简, 应视各个实验的具体需要而定, 只要能符合实验报告的要求, 能简化的应当简化, 需保留的必须保留。报告示例见后。

(2) 记录和计算必须准确、简明(但必要的数据和现象应记全)、清楚、使别人容易看懂。

(3) 实验记录本的篇页不要随便撕去, 严禁在单页纸上记录实验数据和现象。

(4) 实验记录和计算若有错误, 应划掉重写, 不得涂改。每次实验结束时, 应将所得数据交教师审阅, 然后进行计算, 绝对不允许私自凑数据。

(5) 在记录或处理分析数据时, 一切数字的准确度都应做到与分析的准确度相适应, 即记录或计算到第一位可疑数字止。一般滴定分析的准确度是千分之一至千分之几的相对误差, 所以记录或计算到第四位有数数字即可。

学生实验成绩的评定:

(1) 预习(10%): 认真预习并书写预习报告。

(2) 实验操作及技能(30%): 实验基本操作正确(10%); 能够统筹安排实验, 讲究效率, 实验过程井然有序, 有良好的实验习惯(10%); 仔细观察实验现象, 思路清晰, 积极思考, 敢于质疑, 勇于探究, 努力以自己的行动带动实验室的学习气氛(10%)。

(3) 实验数据及结果(45%): 字迹清楚, 书写规范, 如实记录和修正实验数据(10%); 能够及时、认真地总结实验中的经验和教训(10%); 实验结果基本符合要求(在误差范围之内)(25%)。

(4) 其他(15%): 讲究公共道德, 乐于助人, 善于合作(10%); 纪律与卫生(5%)

1.2 实验室注意事项

(1) 遵守实验室各项制度。



- (2) 经常保持实验室的整洁和安静, 注意桌面和仪器的整洁。
- (3) 保持水槽清洁, 切勿把固体物品投入水槽中。废纸和废屑应投入废纸箱内, 废酸和废碱应小心倒入废液缸内, 切勿倒入水槽, 以免腐蚀下水道。
- (4) 爱护仪器, 节约试剂、水和电。
- (5) 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或袜子上。用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等溶样时, 操作应在通风橱内进行。通常应把浓酸加入水中, 而不要把水加入浓酸中。
- (6) 汞盐、氰化物、 As_2O_3 、钡盐、重铬酸盐等试剂有毒, 使用时要特别小心。氰化物与酸作用放出剧毒的 HCN ! 严禁在酸性介质中加入氰化物。
- (7) 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有毒或易燃的有机溶剂时, 要远离火源和热源。用过的试剂倒入回收瓶中, 不要倒入水槽中。
- (8) 一切化学试剂切勿入口。实验器皿切勿用作食具, 离开实验室时, 要仔细洗手, 如曾使用过毒品, 还应漱口。
- (9) 每个实验人员都必须知道实验室内电闸、水阀和煤气阀的位置, 实验完毕离开实验室时, 应把这些阀、闸关闭。

1.3 分析实验室用水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。根据分析任务和要求的不同, 对水的纯度要求也有所不同, 一般分析工作, 采用蒸馏水或去离子水即可, 而超纯物质的分析, 则需纯度较高的“高纯水”(一级水)。分析化学实验中的离子选择性电极法、配位滴定法和银量法要求用纯度较高的水。

1.3.1 纯水的规格

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 6682—1992], 表 1.3.1 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 1.3.1 分析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 ℃)/($\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$)	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
电阻率/($\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$)	10	1	0.2
可氧化物质 (以 O 计)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	—	< 0.08	< 0.4
蒸发残渣 (105 ℃ $\pm$ 2 ℃)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	—	≤ 1.0	≤ 2.0
吸光度 (254 nm, 1 cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
可溶性硅 (以 SiO_2 计)/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	< 0.01	< 0.02	—



1.3.2 纯水的制备

纯水常用以下三种方法制备。

(1) 蒸馏法 自来水在蒸馏器中加热汽化，水蒸气冷凝即得蒸馏水。蒸馏法能除去水中非挥发性杂质，而溶解在水中的气体并不能完全除去。同是蒸馏得到的纯水，由于蒸馏器的材料不同，所带的杂质也不同，目前使用的蒸馏器的材料有玻璃、铜和石英等，其中石英蒸馏器制备的蒸馏水含杂质最少。不同蒸馏器制备蒸馏水杂质含量如表 1.3.2。

表 1.3.2 不同蒸馏器制备蒸馏水杂质含量

蒸馏器材料名称	杂质含量/($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)				
	Mn^{2+}	Cu^{2+}	Zn^{2+}	Fe^{3+}	$\text{Mo}(\text{VI})$
铜	1	10	2	2	2
石英	0.1	0.5	0.04	0.02	0.001

(2) 离子交换法 通过离子交换树脂分离出水中杂质离子而制备的水称为离子交换水或“去离子水”。目前多采用阴、阳离子交换树脂的混合床来制备。该法制备水量大、成本低、去离子能力强，但不能除去非电解质杂质，而且会有微量树脂溶在水中，设备及操作也较复杂。去离子水中杂质含量如表 1.3.3。

表 1.3.3 去离子水中杂质含量

杂质项目	Cu^{2+}	Zn^{2+}	Mn^{2+}	Fe^{3+}	$\text{Mo}(\text{VI})$	Mg^{2+}	Ca^{2+}	Sr^{2+}
含量/($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	<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/($\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$)	0.006	0.02	0.02	<0.002	0.002	可检出		

(3) 电渗析法 此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使杂质离子自水中分离出来的方法。该法不能除去非离子型杂质，而且去离子效率不如离子交换法，仅适用于要求不高的分析工作。但再生处理比离子交换柱简单，使用周期也比离子交换柱长。好的电渗析器制备的纯水质量可达三级水的标准。

总之，纯水并不是绝对不含杂质，只是杂质的含量极微而已。随制备方法和所用仪器的材料不同，其杂质的种类和含量也有所不同。用玻璃蒸馏器蒸馏所得的水，含有较多的 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等离子，用铜蒸馏器制得的则含有较多的 Cu^{2+} 等。用离子交换法或电渗析法制备的水，则含有微生物和某些有机物等。

三级水是最常使用的纯水，可用上述三种方法制取。除用于一般的化学分析实验外，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阴、阳离子混合床处理后,再经 $0.2\ \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤制取。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。一级水应存放在聚乙烯瓶中,临用前制备。

1.3.3 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,检验项目很多,现仅结合一般分析实验室的要求,简略介绍主要的检查项目。

(1) 电阻率 利用电导仪或兆欧表测定水的电阻率是最简便而实用的方法。水的电阻率越高,表示水中所含杂质离子越少,水的纯度越高。室温 $25\ ^\circ\text{C}$ 时,电阻率为 $(1.0 \sim 10) \times 10^6\ \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为纯水,大于 $10 \times 10^6\ \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为高纯水。

(2) pH 要求 pH 为 6 或 7。取两支试管,各加被检查的水 10 mL,一管加甲基红(变色范围 pH4.2 ~ 6.2)指示剂 2 滴,不得显红色;另一管加 0.1% 溴麝香草酚蓝(溴百里酚蓝)(变色范围 pH6.0 ~ 7.6)指示剂 5 滴,不得显蓝色。更准确的方法是采用酸度计测定与大气相平衡的纯水的 pH。

(3) Cu^{2+} 、 Pb^{2+} 、 Zn^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等金属离子 取 25 mL 水样于一小烧杯中,加 pH ≈ 10 氨—氯化铵缓冲溶液 5 mL,加入 0.2% 铬黑 T 指示剂 1 滴,若呈现蓝色,说明上述离子含量甚微,水质合格;如呈红色,则说明水质不合格。

(4) 氯离子 取 10 mL 被检查的水于试管中,用 1 滴 $4\ \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\ \text{HNO}_3$ 酸化,加入 $0.1\ \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\ \text{AgNO}_3$ 溶液 1 或 2 滴,无白色浑浊为合格。

(5) 可溶性硅酸盐 取 30 mL 水样于一小烧杯中,加入 $4\ \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}\ \text{HNO}_3$ 5 mL,5% 钼酸铵 5 mL,室温放置 5 min 后,再加入 10% 亚硫酸钠 5 mL,观察是否出现蓝色,如显蓝色,则不合格。

分析用的纯水必须严格保持纯净,防止污染。聚乙烯容器是贮存纯水的理想容器之一。

1.4 化学试剂的一般知识

1.4.1 化学试剂的规格

化学试剂种类繁多,有无机试剂和有机试剂两大类,又可按用途分为一般试剂、标准试剂、高纯试剂、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(ZB)标准及企业标准(QB)等。国际标准化组织(International Organization for Standardization, ISO)和国际纯粹与应用化学联合会(International Union of Pure and Applied Chemistry, IUPAC)也都有许多相应的标准和规定。IUPAC 将化学标准物质依次分为 A ~ E 的五级,其中 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。

我国的化学试剂一般分为四个等级,其规格和适用范围见表 1.4.1。



表 1.4.1 试剂规格和适用范围

等级	中文名称	英文名称	符号	适用范围	标签标志
一级	优级纯（保证试剂）	Guarantee reagent	GR	精密分析	绿色
二级	分析纯（分析试剂）	Analytical reagent	AR	一般分析实验	红色
三级	化学纯	Chemical pure	CP	一般化学实验	蓝色
四级	实验试剂	Laboratory reagent	LR	纯度较低，适用做实验 辅助试剂	棕色或其他色
	生物试剂	Biological reagent	BR 或 CR	生物化学实验	黄色或其他色

化学试剂中，指示剂的纯度往往不太明确。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“生化染色素”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。

生物化学中使用的特殊试剂，纯度表示也和化学中一般试剂表示不同。如酶的量一般用酶活性单位（Activity Unit）或酶活力（Enzyme Activity）来表示，IUPAC 推荐的酶国际单位 IU（International Unit）的定义为：在特定条件下 1 min 内将 1 μmol 的底物转化为产物所需酶的量，叫 1 IU 的酶。酶制剂常用每毫升或每升溶液中酶的活性单位数（IU/mL；IU/L），或每毫克酶蛋白所具有的催化活性 IU/mg（蛋白质）来表示。

此外，还有一些特殊用途的高纯试剂，如色谱纯试剂、光谱纯试剂、基准试剂等。色谱纯试剂，是在仪器最高灵敏度（ 10^{-10} g）条件下进样分析无杂质峰出现；光谱纯试剂（符号 SP），则是以光谱分析时出现的干扰谱线的数目和强度大小来衡量，杂质含量低于某一限度但往往含有该试剂各种氧化物，这种试剂主要用作光谱分析中的标准物质，但不能作为化学分析中的基准试剂；基准试剂的纯度相当于或高于保证试剂，主要用作滴定分析中的基准物或直接法配制标准溶液；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”级试剂，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。

总之，一般试剂就是实验室中最普遍使用的试剂，包括表 1.4.1 所述一、二、三、四级及生物试剂；标准试剂也即基准试剂，是用于衡量其他待测物质化学量的标准物质，其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工作基准其主体含量分别为（ 100 ± 0.02 ）% 和（ 100 ± 0.05 ）%，相当于 IUPAC 的 C 级和 D 级；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多于同种的优级纯或基准试剂，它主要用于痕量分析中试样的分解与制备，如测定试样中的超痕量铅就须用高纯盐酸溶样，因为优级纯盐酸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，如上述色谱纯、光谱纯等仪器分析专用试剂，以及电子工业或食品工业专用试剂等，其特点是主体含量较高，针对于其特殊用途的干扰杂质含量很低。

分析工作者应该对化学试剂的等级有一明确的认识，做到科学合理使用化学试剂，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。



1.4.2 化学试剂的合理使用

1. 试剂的选用

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。要结合具体情况,根据分析对象的组成、含量,对分析结果准确度的要求和分析方法的灵敏度,合理的选用相应级别的试剂。在满足实验要求的前提下,坚持节约原则,就低不就高。化学分析实验通常使用分析纯试剂;仪器分析实验一般使用优级纯、分析纯或专用试剂。如实验对主体含量要求高,宜选用分析纯试剂;若对杂质含量要求高,则选用优级纯或专用试剂。

实验用水、操作器皿等要与试剂的等级相适应,若试剂都选用 GR 级的优级纯,则不宜使用普通蒸馏水或去离子水,而应使用经两次蒸馏制得的重蒸水。所用器皿的质地也要求较高,使用过程中不应有物质溶出,以免影响测定的准确度。

应当注意的是,优级纯和分析纯试剂,虽然是市售试剂中的纯品,但有时由于包装或取用不慎而混入杂质,或运输过程中可能发生变化,或贮存日久而变质,所以还应具体情况具体分析,对所用试剂的规格有所怀疑时应进行鉴定。在特殊情况下,市售试剂的纯度不能满足要求时,分析者应自己动手精制。

2. 试剂的取用

(1) 取用试剂时应注意保持清洁。瓶塞不许任意放置,取用后应立即盖好,以防试剂被其他物质玷污或变质。

(2) 固体试剂应用洁净干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净,以免腐蚀。

(3) 用吸管吸取试剂溶液时,决不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中吸取试剂。

(4) 所有盛装试剂的瓶上都应贴有明显的标签,写明试剂的名称、规格及配制日期。千万不能在试剂瓶中装入不是标签上所写的试剂。没有标签标明名称和规格的试剂,在未查明前不能随便使用。书写标签最好用绘图墨汁,以免日久褪色。

(5) 在分析工作中,试剂的浓度及用量应按要求适当使用,过浓过多不仅造成浪费,而且还可能产生副反应,甚至得不到正确的结果。

3. 试剂的保管

试剂的保管在实验室中也是一项十分重要的工作。有的试剂因保管不好而变质失效,这不仅是一种浪费,而且还会使分析工作失败,甚至会引起事故。一般的化学试剂应保存在通风良好、干净、干燥的房子里,防止水分、灰尘和其他物质玷污。同时,根据试剂性质应有不同的保管方法。

(1) 容易侵蚀玻璃而影响试剂纯度的,如氢氟酸、氟化物(氟化钾、氟化钠、氟化铵)、苛性碱(氢氧化钾、氢氧化钠)等,应保存在塑料瓶或涂有石蜡的玻璃瓶中。

(2) 见光会逐渐分解的试剂,如过氧化氢(双氧水)、硝酸银、焦性没食子酸、高锰酸钾、草酸、铋酸钠等,与空气接触易逐渐被氧化的试剂如氯化亚锡、硫酸亚铁、亚硫酸钠等,以及易挥发的试剂如溴、氨水及乙醇等,应放在棕色瓶内,置冷暗处。

(3) 吸水性强的试剂,如无水碳酸钠、氢氧化钠、过氧化钠等应严格密封(蜡封)。

(4) 易相互作用的试剂,如挥发性的酸与氨,氧化剂与还原剂,应分开存放。易燃的



试剂如乙醇、乙醚、苯、丙酮与易爆炸的试剂如高氯酸、过氧化氢、硝基化合物，应分开贮存于阴凉通风、不受阳光直接照射的地方。最好使用带通风设施的试剂柜，并定时通风，以防止挥发出的溶剂蒸气聚集而发生危险。

(5) 剧毒试剂如氰化钾、氰化钠、氢氟酸、二氯化汞、三氧化二砷（砒霜）等，应特别妥善保管，经一定手续取用，以免发生事故。

1.5 玻璃器皿的洗涤与干燥

玻璃器皿的洗涤是化学分析实验中一项极为重要的工作，这是因为器皿洁净与否直接关系到整个实验的成败。洗净的玻璃器皿应洁净透明，其内外壁能被水均匀地润湿而无水的条纹，且不挂水珠。

1.5.1 仪器的洗涤

分析化学实验室中常用的洁净剂有肥皂、肥皂液、洗洁精、洗衣粉、去污粉、各种洗涤液和有机溶剂等。

一般器皿如烧杯、锥形瓶、试剂瓶、表皿等，可用刷子蘸取去污粉或合成洗涤剂直接刷洗内外壁，再用自来水冲洗干净，然后用纯水润洗三次。

滴定管、移液管、容量瓶等具有精密刻度的量器则不能用刷子刷洗，以免容器内壁受机械磨损而影响容积的准确性，也不宜用强碱性洗涤剂洗涤。洗涤时需视其被污染的程度选择适宜的洗涤剂进行洗涤。如酸性（或碱性）污垢用碱性（或酸性）洗涤剂；氧化性（或还原性）污垢用还原性（或氧化性）洗涤剂；有机污垢用有机溶液洗涤。洗涤的方法是将少量配成的 0.1% ~ 0.5% 浓度的洗涤剂倒入容器中（必要时可用热的洗涤剂浸泡一段时间），摇动几分钟后，倾入原瓶，然后用自来水冲洗干净，再用纯水润洗三次。若此法仍不能洗净，可用铬酸洗液洗涤。铬酸洗液，因其具有很强的氧化能力且对玻璃的腐蚀作用极小，过去使用很广泛，但考虑到六价铬对人体有害，在可能情况下不宜多用。必须使用时，应尽量沥干容器内壁的水后再将洗液倒入（因经水稀释后去污能力降低），转动或摇动仪器，让洗液布满容器内壁淌洗，待与污物充分作用后，将用过的洗液仍倒回原瓶，淌洗过的器皿用自来水冲洗，第一次冲洗的废水应倒入废液缸中，以免腐蚀水槽和下水道，并减少环境污染。

称量瓶、容量瓶、碘量瓶、干燥器等具有磨口塞、盖的器皿，在洗涤时应注意各自的配套，切勿“张冠李戴”，破坏磨口处的密封性。

光度法的比色皿是光学玻璃制成，不能用毛刷刷洗，通常用合成洗涤剂或 HCl - 乙醇混合液浸泡内外壁数分钟后，依次用自来水和纯水洗净。

洗涤过程中，要注意节约，无论自来水还是纯水都应遵循少量多次的原则，每次用水量约为总容积的 10% ~ 20%；冲洗时应顺壁冲洗。

1.5.2 常用洗涤剂

分析化学实验室中常用的洗涤剂有以下几种：



1. 合成洗涤剂

这类洗涤剂主要是洗衣粉、洗洁精等，适合洗涤被油脂或某些有机物玷污的器皿。

2. 碱性高锰酸钾洗涤液

适用于洗涤油污及有机物。其配制方法是，将 4 g KMnO_4 溶于少量水中，慢慢加入 100 mL 10% NaOH 溶液。用此洗涤液洗涤后的器皿上若残留 $\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ 沉淀，可用 $\text{HCl} + \text{NaNO}_2$ 混合液洗涤。

3. 酸性草酸或盐酸羟胺洗涤液

适于洗涤氧化性物质，如沾有高锰酸钾、二氧化锰、铁锈斑等的器皿。其配制方法是，称取 10 g 草酸或 1 g 盐酸羟胺溶于 100 mL 20% 的 HCl 溶液中。一般用草酸较为经济。

4. 有机溶剂洗涤液

适于洗涤被油脂或某些有机物玷污的器皿。可直接取丙酮、乙醚、苯等使用，也可配成 NaOH 的饱和乙醇溶液使用。

5. 硝酸－乙醇溶液

适于洗涤被油脂或有机物玷污的酸式滴定管。使用时先在滴定管中加入 3 mL 乙醇，沿壁加入 4 mL 浓硝酸，用小滴帽盖住滴定管，让溶液在管中保留一段时间，即可除去油污。

6. 盐酸－乙醇溶液

将化学纯盐酸和乙醇按 1:2 体积比混合即可，适于洗涤被有色物玷污的比色皿、容量瓶和吸量管。

7. 铬酸洗液

铬酸洗液是含有饱和 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 的浓硫酸溶液，具有很强的氧化性，适合洗涤无机物、油污和部分有机物。其配制方法是，称取 10 g 工业级 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 于 400 mL 烧杯中，加入 30 mL 水加热溶解后，冷却，在不断搅拌下缓慢加入 170 mL 工业级浓硫酸，溶液呈棕褐色，冷却后转入玻璃瓶中备用。铬酸洗液可反复使用，当溶液呈绿色时，表明已失效，须重新配制，已失效洗液应当倒入废液桶另行处理。铬酸洗液腐蚀性很强，易烫伤皮肤，烧坏衣物，六价铬有毒，使用时要注意安全和环境保护。

1.5.3 仪器的干燥

当实验中需使用干燥的器皿时，应根据不同情况，采用下列方法将洗涤干净的器皿干燥：

(1) 晾干 将洗净的器皿置于实验柜或器皿架上晾干。

(2) 烘干 将洗净的器皿器壁上的水尽量沥干后，放入干燥箱中烘干；也可将器皿套在气流烘干机的杆上进行烘干，但容量瓶、量筒、移液管、滴定管等量器切不可采用烘干的方法。

(3) 吹干 用少量乙醇、丙酮润洗器皿内壁后，用电风吹干或用气流烘干机烘干。

1.6 溶液的浓度及其配制

分析工作所用的溶液可分为两类，一类溶液只具有大致的浓度，称为一般溶液，如一般的酸、碱、盐溶液，指示剂溶液，缓冲溶液，沉淀剂，洗涤剂和显色剂等；另一类溶液具有



准确的浓度，如各种标准溶液等。

1.6.1 溶液浓度的表示方法

在分析实验室中，溶液的浓度常用下列几种表示方法：

1. 物质的量浓度 c_B

其定义是物质 B 的物质的量 n_B 除以溶液的体积 V ，符号为 c_B ，即

$$c_B = \frac{n_B}{V}$$

分析化学中常用单位为： $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

2. 物质的质量浓度 ρ_B

其定义是物质 B 的质量 m_B 除以溶液的体积 V ，符号为 ρ_B ，即

$$\rho_B = \frac{m_B}{V}$$

单位为： $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 、 $\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 、 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 、 $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 、 $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 、 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 等，光度法中的标准溶液、滴定分析的一般试剂溶液常用这种表示方法。

3. 质量分数 w_B

符号为 w_B ，单位为%，习惯上常用 $(m/m_s)\%$ 表示，含意为 100 克溶液中所含溶质 B 的克数。各种原装酸或氨水以及元素的分析结果常以此形式表示，如 30% 的氨水等。

4. 体积分数 φ_B

符号为 φ_B ，单位为%，习惯上常用 $(V/V)\%$ 表示。溶质为液体时可用此形式来表示，含意为 100 mL 溶液中所含溶质 B 的毫升数。如 50% 的乙醇溶液表示 100 mL 乙醇溶液含 50 mL 乙醇。

5. 质量 - 体积百分浓度

习惯上常用 $(m/V)\%$ 表示。溶质为固体时可用此形式来表示，含意为 100 mL 溶液中所含溶质 B 的克数。如 1% 的硝酸银溶液，是以 1 g 硝酸盐溶于 100 mL 水中。

6. 体积比浓度

以 $(A+B)$ 或 $(A:B)$ 表示，是指 A 体积的液体试剂（溶质）与 B 体积的溶剂混合所得溶液的浓度。如 $(1+3)$ 或 $(1:3)$ 的盐酸，是指 1 体积的盐酸与 3 体积的水配制所得的盐酸溶液。

7. 滴定度

滴定度 T 是用每毫升标准溶液（滴定剂）相当的待测组分的质量 g 来表示的，单位： $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。如 $T_{\text{Fe}/\text{KMnO}_4} = 0.007590 \text{ g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ，表示 1 mL KMnO_4 标准溶液相当于 0.007590 g Fe，实际工作中，特别是在常规分析某一固定的组分时，采用滴定度表示标准溶液的浓度，对测定结果的计算极为方便。

1.6.2 溶液的配制

分析实验中所使用的试剂品种繁多，正确地配制和保存试剂溶液，是做好实验的关键。配制及保存溶液应注意以下原则：



首先要合理的选择试剂级别, 不许超规格使用试剂, 以免造成浪费。

其次, 配制溶液时, 要牢固树立“量”的观念, 应根据溶液浓度准确度的要求, 合理的选择适宜的称量方法、量器及记录数据应保留的有效数字位数, 并妥善的保存配好的溶液。做到“粗、细要分清, 严、松要有限”。

一些易水解的盐, 配制成溶液时需加入适量酸, 再用水或稀酸稀释。一些易氧化或还原的试剂, 常在使用前临时配制, 或采取措施防止氧化或分解。

易侵蚀或腐蚀玻璃的溶液, 如含氟的盐类及苛性碱等应保存在聚乙烯瓶中。

1. 一般溶液的配制

一般溶液的浓度不需要十分准确, 配制时固体试剂用台秤称量, 称量器皿通常用表面皿或烧杯; 液体试剂用量筒量取, 少量液体也可用吸量管量取。

配制溶液时, 称取或量取一定量固体或液体试剂, 用适量水或其他试剂溶解, 然后稀释至所需体积, 若溶解过程有放热现象或以加热促进溶解, 应待冷却后, 转入试剂瓶中, 贴好标签, 注明溶液名称、浓度和配制日期即可。

配制指示剂溶液时, 需称量的指示剂量往往很少, 这时可用分析天平称量, 但读取两位有效数字即可; 要根据指示剂的性质选择合适的溶剂, 必要时加入稳定剂, 并注意其保存期; 配好的指示剂一般贮存于棕色瓶中。

2. 标准溶液的配制

所谓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。分析化学中常用的标准溶液主要有三类, 即滴定分析用标准溶液、仪器分析用标准溶液和测量溶液 pH 用标准缓冲溶液。

(1) 滴定分析用标准溶液 滴定分析用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, 其不确定度为 $\pm 0.2\%$ 左右。配制方法主要有两种:

① 直接配制法 用分析天平准确称取一定量工作基准试剂或相当纯度的其他标准物质(如纯金属)于小烧杯中, 用适量水或其他试剂溶解, 然后定量转移至容量瓶中, 用水稀释至刻度定容, 摇匀。然后根据称取试剂的质量和容量瓶的体积计算其准确浓度。这种配制方法简单但成本高, 不宜大批量使用, 而且很多标准溶液无合适的标准物质(如 NaOH、HCl、KMnO₄、EDTA 等)。能用于直接配制标准溶液的物质(基准物质)应符合下列条件:

- 试剂的组成应与其化学式完全相符(若含结晶水, 其含量也应与化学式相符);
- 试剂的纯度应足够高(至少在 99.9% 以上), 而杂质的含量应少到不至于影响分析的准确度;
- 试剂在通常情况下应稳定(见光不分解, 不氧化, 不易吸湿);
- 试剂参加反应时应按反应式定量进行, 无副反应;
- 试剂最好具有较大摩尔质量。

滴定分析常用基准物质见表 1.6.1。

② 间接配制法(标定法) 即先用分析纯试剂配成接近所需浓度的溶液(用台秤和量筒), 然后用基准物质或另一种已知准确浓度的标准溶液来标定其准确浓度。

标准溶液应密闭保存, 避免阳光直接照射或完全避光, 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。如果溶液浓度有变化, 必须重新标定。对于不稳定的溶液应定期标定。