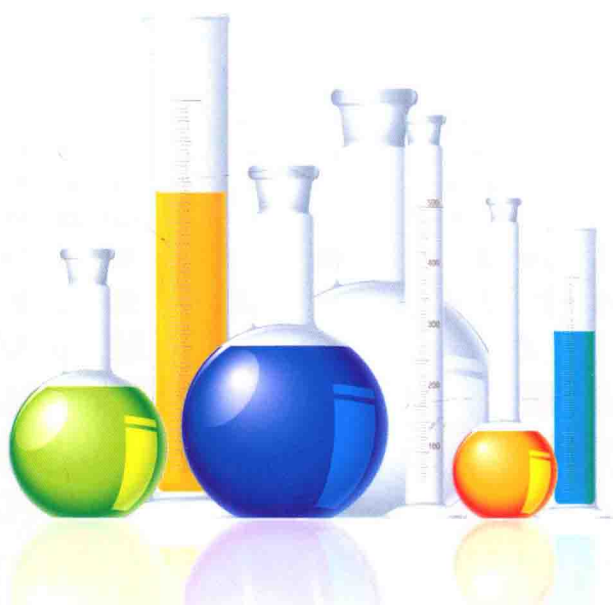




普通高等学校“十二五”规划教材

分析化学实验

彭晓文 程玉红 主编



中国铁道出版社
CHINA RAILWAY PUBLISHING HOUSE

普通高等学校“十二五”规划教材

分析化学实验

主 编 彭晓文 程玉红

副主编 苏 壮 刘晶静 张 玲

中国铁道出版社
CHINA RAILWAY PUBLISHING HOUSE

内 容 简 介

作为基础类的分析化学实验教材，大而全的教材遍地都是。而本书针对的是非化学化工类、较少课时量学生，主要适用于冶金、材料、选矿、环境工程等专业方向，具有针对性和一定的特色。

全书共分为六个部分，分别是：分析化学实验室一般知识、分析天平与称量、滴定分析仪器及基本操作、重量分析法的仪器及基本操作、实验部分和附录。

图书在版编目（CIP）数据

分析化学实验 / 彭晓文，程玉红主编. —北京：
中国铁道出版社，2014.2
普通高等学校“十二五”规划教材
ISBN 978-7-113-17800-0
I. ①分… II. ①彭… ②程… III. ①分析化学-化
学实验-高等学校-教材 IV. ①O652.1
中国版本图书馆 CIP 数据核字（2014）第 007492 号

书 名：分析化学实验

作 者：彭晓文 程玉红 主编

策 划：潘星泉

读者热线：400-668-0820

责任编辑：潘星泉 鲍 闻

封面设计：付 巍

封面制作：白 雪

责任校对：汤淑梅

责任印制：李 佳

出版发行：中国铁道出版社（100054，北京市西城区右安门西街 8 号）

网 址：[http:// www.51eds.com](http://www.51eds.com)

印 刷：三河市华业印装厂

版 次：2014 年 2 月第 1 版 2014 年 2 月第 1 次印刷

开 本：787 mm×1092 mm 1/16 印张：6 字数：140 千

书 号：ISBN 978-7-113-17800-0

定 价：15.00 元

版权所有 侵权必究

凡购买铁道版图书，如有印制质量问题，请与本社教材图书营销部联系调换。电话：（010）63550836

打击盗版举报电话：（010）51873659

前 言

分析化学是高等学校冶金、材料、轻工、环境、医药、石油等工科专业学生一门重要的专业基础课程。分析化学实验是分析化学教学体系的重要组成部分。其教学目的和任务是使学生通过实验加深对分析化学理论的理解,并使生熟练掌握定量分析的基本操作和技能。通过实验教学,培养学生进行科学实验的方法和技能,学会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,培养良好的实验习惯,建立起准确的“量”的概念,树立实事求是的科学态度和严谨认真的工作作风,以及分析问题、解决问题的能力,为后续课程的学习及科学研究打下良好的实践基础。

编者从高等工科院校非化学类专业的特点出发,结合教学实践经验,在参考大量同类优秀教材的基础上,编写了本教材。编写中特别注意了教材内容上的实用性和适用性,精心选择了部分实际样品的分析,涵盖了工业、食品、矿石、药物、合金,以及环境等类型的试样,使学生在实际应用中获得进一步的提高。本书主要内容包括两部分:分析化学实验的基础知识和基本操作,分析化学实验。实验部分主要涉及滴定分析基本操作、酸碱滴定、配位滴定、氧化还原滴定、沉淀滴定、重量分析和分光光度分析等内容。

本书由彭晓文、程玉红任主编,苏壮、刘晶静、张玲任副主编。编写成员均是长期从事高校化学教学和科研的一线教师,具有较高的学术水平和丰富的教学实践经验。具体分工如下:张玲(第一章),彭晓文(第二章,实验一至实验八),刘晶静(第三章,实验九至实验十四),程玉红(实验十五至实验二十,附录),苏壮(第四章)。全书由彭晓文统稿、修改和定稿。

在本书的编写过程中,编者参阅了大量相关书籍和资料,在此向有关作者表达深深的谢意。

由于编者水平有限,书中难免存在不足和疏漏之处,敬请广大师生和读者批评指正。

编 者

2013 年 11 月

目 录

第一章 分析化学实验室一般知识	1
第一节 分析化学实验要求及实验室安全知识	1
第二节 常用试剂的规格、使用和保存	2
第三节 实验数据的记录、处理和实验报告的填写	5
第二章 分析天平与称量	9
第一节 分析天平	9
第二节 称量方法	12
第三章 滴定分析仪器及基本操作	14
第四章 重量分析法的仪器及基本操作	21
第一节 重量分析的仪器	21
第二节 重量分析的基本操作	25
第五章 实验部分	31
实验一 分析天平的称量练习	31
实验二 滴定分析的基本操作练习	32
实验三 酸碱标准溶液的配制与标定	34
实验四 食醋中总酸度的测定	36
实验五 工业纯碱中总碱度的测定	37
实验六 混合碱中氢氧化钠和碳酸钠含量的测定	38
实验七 EDTA 标准溶液的配制与标定	39
实验八 水的总硬度的测定	41
实验九 铅、铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续滴定	43
实验十 高锰酸钾标准溶液的配制和标定	44
实验十一 过氧化氢含量的测定	46
实验十二 水样中化学耗氧量 (COD) 的测定	48
实验十三 重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量 (无汞定铁法)	50
实验十四 硫代硫酸钠溶液的配制和标定	52
实验十五 维生素 C 含量的测定	54
实验十六 铜合金中铜含量的测定	56
实验十七 氯化物中氯含量的测定 (莫尔法)	58
实验十八 氯化钡中钡含量的测定 (沉淀重量法)	59
实验十九 邻二氮菲分光光度法测定铁的含量	61
实验二十 污水中总磷的测定——钼酸铵分光光度法 GB 11893—1989	63

附录	67
附录 A 常用酸碱的密度和浓度	67
附录 B 常用缓冲溶液的配制	67
附录 C 常用基准物质的干燥条件和应用	68
附录 D 常用指示剂	69
附录 E 化合物式量表	71
附录 F 弱酸弱碱在水溶液中的解离常数 (25℃)	75
附录 G 标准电极电位 (25℃)	81
附录 H 难溶化合物的溶度积常数 (25℃)	85
附录 I 国际单位制的基本单位	89
附录 J 国家选定的非国际单位制的法定计量单位	89
参考文献	90

第一章

分析化学实验室一般知识

第一节 分析化学实验要求及实验室安全知识

一、分析化学实验目的及要求

分析化学实验是分析化学教学过程中十分重要的教学环节,是分析化学理论课程的实践课。通过分析化学实验的实际操作,可以让学生正确、熟练地掌握分析化学实验的基本操作原理和操作技能,加深对分析化学基本理论和基本概念的理解,树立“量、误差、有效数字”等的概念,培养观察问题、分析问题和解决问题的能力,养成严谨、认真和实事求是的科学态度,激发学生的实验兴趣和探索精神,为后续课程的学习打下良好的基础。

学生在做实验之前,要认真预习,了解实验步骤,理解实验原理,做到心中有数;同时写好实验报告的部分内容(原理、仪器设备、实验内容、步骤),按照实验要求列好记录实验数据的表格,并对实验思考题做出自己的分析。

在实验过程中,要严格按照要求,规范操作;要仔细观察实验现象,善于思考,及时记录实验数据;要自觉遵守实验室规则,保持实验室整洁,有条不紊,注意安全。

实验完毕后要记录实验数据给老师检查,经老师确认后,进行仪器的洗涤和清理并做好实验台面的卫生;随后协助实验管理员打扫实验室卫生,关闭电源,关好门窗。实验完成后应及时完成实验报告,并运用所学的理论知识解释实验现象,分析实验中的问题。

二、实验室安全常识

在分析化学实验中,经常会使用腐蚀性的、易燃的、易爆炸的或有毒的化学试剂,大量使用易损的玻璃仪器和某些精密分析仪器及煤气、水、电等。为确保实验的正常进行和人身安全,必须严格遵守实验室的安全规则。

(1) 实验室内严禁饮食、吸烟,一切化学药品禁止入口。实验完毕须洗手。水、电、煤气灯使用完毕后,应立即关闭。离开实验室时,应仔细检查水、电、煤气、门、窗是否均已关好。

(2) 使用煤气灯时,应先将空气孔调小,再点燃火柴,然后一边打开煤气开关,一边点火。不允许先开煤气灯,再点燃火柴。点燃煤气灯后,应调节好火焰。用后立即关闭。

(3) 使用电器设备时,应特别细心,切不可用湿润的手去开启电闸和电器开关。凡是

2 | 分析化学实验

漏电的仪器不要使用，以免触电。

(4) 浓酸、浓碱具有强烈的腐蚀性，切勿溅在皮肤或衣服上。使用浓 HNO_3 、浓 HCl 、浓 H_2SO_4 、浓 HClO_4 、浓氨水时，均应在通风橱中操作。夏天，打开浓氨水瓶盖之前，应先将氨水瓶放在自来水流水下冷却后，再行开启。如不小心将酸或碱溅到皮肤或眼内，应立即用水冲洗，然后用 $50\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 碳酸氢钠溶液（酸腐蚀时采用）或 $50\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 硼酸溶液（碱腐蚀时采用）冲洗，最后用水冲洗。

(5) 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有机溶剂时，一定要远离火焰和热源。使用完后将试剂瓶塞严，放在阴凉处保存。低沸点的有机溶剂不能直接在火焰或热源（煤气灯或电炉）上加热，而应在水浴上加热。

(6) 热、浓的 HClO_4 遇有机物常易发生爆炸。如果试样为有机物，应先用浓硝酸加热，使之与有机物发生反应，有机物被破坏后再加入 HClO_4 。蒸发 HClO_4 所产生的烟雾易在通风橱中凝聚，如经常使用 HClO_4 ，通风橱应定期用水冲洗，以免 HClO_4 的凝聚物与尘埃、有机物作用，引起燃烧或爆炸，造成事故。

(7) 使用汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品时应特别小心。氰化物不能接触酸、因作用时产生剧毒的 HCN 。氰化物废液应倒入碱性亚铁盐溶液中，使其转化为亚铁氰化铁盐，然后作废液处理，严禁直接倒入下水道或废液缸中。

硫化氢气体有毒，涉及有关硫化氢气体的操作时，一定要在通风橱中进行。

(8) 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，应根据起火的原因进行针对性灭火。汽油、乙醚等有机溶剂着火时，用砂土扑灭，此时绝对不能用水，否则反而会扩大燃烧面；导线或电器着火时，不能用水或 CO_2 灭火器，而应首先切断电源，用 CCl_4 灭火器灭火，并根据火情决定是否要向消防部门报告。

(9) 实验室应保持整齐、干净。不能将毛刷、抹布扔在水槽中。禁止将固体物、玻璃碎片等扔入水槽内，以免造成下水道堵塞，此类物质以及废纸、废屑应放入废纸箱或实验室规定存放的地方。废酸、废碱应小心倒入废液缸，切勿倒入水槽内，以免腐蚀下水管。

第二节 常用试剂的规格、使用和保存

一、分析化学实验用水

分析化学实验中应根据分析任务和要求的不同，一般是采用蒸馏水或去离子水。有的实验要求用二次蒸馏水或更高规格的纯水（如电分析化学、液相色谱等实验）。纯水并非绝对不含杂质，只是杂质含量极微而已。分析化学实验用水的级别及主要技术指标，见表 1-1。

表 1-1 分析化学实验室用水的级别及主要技术指标 (GB/T 6682—2008)

指 标 名 称	一 级	二 级	三 级
pH 值范围 (25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率 (25℃) / (ms · m ⁻¹)	0.01	0.10	0.50
最大耗氧量 [以 (O) 计] / (mg · L ⁻¹)	—	0.08	0.4
最大蒸发残渣 (105±2℃) / (mg · L ⁻¹)	—	1.0	2.0
最大吸光度 (254 nm, 1 cm 光程)	0.001	0.01	—
SiO ₂ 的最大含量 / (mg · L ⁻¹)	0.01	0.02	—

注：由于在一级、二级纯度的水中，难于测定真实的 pH 值，因此，对一级水、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，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。

1. 蒸馏水

通过蒸馏方法、除去水中非挥发性杂质而得到的纯水称为蒸馏水。同是蒸馏所得纯水，其中含有的杂质种类和含量也不同。用玻璃蒸馏器蒸馏所得的水含有 Na⁺和 SiO₃²⁻等离子；而用铜蒸馏器所得的纯水则可能含有 Cu²⁺离子。

2. 去离子水

利用离子交换剂去除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”。未进行处理的去离子水可能含有微生物和有机物杂质，使用时应注意。

3. 纯水质量的检验

纯水的质量检验指标很多，分析化学实验室主要对实验用水的电阻率、酸碱度、钙镁离子、氯离子的含量等进行检测。

(1) 电阻率：选用适合测定纯水的电导率仪（最小量程为 0.02 μs · cm⁻¹）测定。

(2) 酸碱度：要求 pH=6~7。检验方法如下：

① 简易法：取 2 支试管，各加待测水样 10 mL，其中一支加入 2 滴甲基红指示剂应不显红色；另一支试管加 5 滴 0.1% 溴百里酚蓝不显蓝色为符合要求。

② 仪器法：用酸度计测量与大气相平衡的纯水的 pH 值，在 6~7 为合格。

(3) 钙镁离子：取 50 mL 待测水样，加入 pH=10 的氨水-氯化铵缓冲液 1 mL 和少许铬黑 T (EBT) 指示剂，不显红色（应显纯蓝色）。

(4) 氯离子：取 10 mL 待测水样，用 2 滴 1 mol · L⁻¹ HNO₃ 酸化，然后加入 2 滴 10 g · L⁻¹ AgNO₃ 溶液，摇匀后不浑浊为符合要求。

化学分析法中，除络合滴定必须用去离子水外，其他方法均可采用蒸馏水。分析实验用的纯水必须注意保持纯净、避免污染。通常采用以聚乙烯为材料制成的容器盛载实验用纯水。

二、常用试剂的规格及试剂的使用和保存

分析化学实验中所用试剂的质量，直接影响分析结果的准确性，因此应根据所做试验的具体情况，如分析方法的灵敏度与选择性，分析对象的含量及对分析结果准确度的要求

等，合理选择相应级别的试剂，在既能保证实验正常进行的同时，又可避免不必要的浪费。另外试剂应合理保存，避免沾污和变质。

1. 化学试剂的分类

化学试剂产品已有数千种，而且随着科学技术和生产的发展，新的试剂种类还将不断产生，现在还没有统一的分类标准，本书只简要地介绍标准试剂、一般试剂、高纯试剂和专用试剂。

(1) 标准试剂。标准试剂是用于衡量其他（欲测）物质化学量的标准物质，习惯称为基准试剂，其特点是主体含量高，使用可靠。我国规定滴定分析第一基准和滴定分析工作基准的其主体含量分别为 $100\times(1\pm0.02\%)$ 和 $100\times(1\pm0.05\%)$ 。主要国产标准试剂的种类及用途见表 1-2。

表 1-2 主要国产标准试剂的规格与用途

类 别	主 要 用 途
滴定分析第一基准试剂	工作基准试剂的定值
滴定分析工作基准试剂	滴定分析标准溶液的定值
滴定分析标准溶液	滴定分析法测定物质的含量
杂质分析标准溶液	仪器及化学分析中作为微量杂质分析的标准
一级 pH 基准试剂	pH 基准试剂的定值和高精密度 pH 计的校准
pH 基准试剂	pH 计的校准（定位）
热值分析试剂	热值分析仪的标定
气相色谱分析标准试剂	气相色谱法进行定性和定量分析的标准
有机元素分析标准试剂	有机物元素分析

(2) 一般试剂。一般试剂是实验室最普遍使用的试剂，其规格是以其中所含杂质的多少来划分，包括通用的一、二、三、四级试剂和生化试剂等。一般试剂的分级、标志、标签颜色和主要用途见表 1-3。

表 1-3 一般化学试剂的规格及选用

级别	中 文 名 称	英文符号	适 用 范 围	标 签 颜 色
一级	优级纯（保证试剂）	GR	精密分析实验	绿色
二级	分析纯（分析试剂）	AR	一般分析实验	红色
三级	化学纯	CP	一般化学实验	蓝色
四级	实验试剂	LR	一般化学实验辅助试剂	棕色或其他颜色
生化试剂	生化试剂、生物染色剂	BR	生物化学及医用化学实验	咖啡色、玫瑰色

(3) 高纯试剂。高纯试剂最大的特点是其杂质含量比优级或基准试剂都低，用于微量或痕量分析中试样的分解和试液的制备，可最大限度地减少空白值带来的干扰，提高测定结果的可靠性。同时，高纯试剂的技术指标中，其主体成分与优级或基准试剂相当，但标明杂质含量的项目则多 1~2 倍。

(4) 专用试剂。专用试剂，顾名思义是指专门用途的试剂。例如：在色谱分析法中用的色谱纯试剂、色谱分析专用载体、填料、固定液和薄层分析试剂，光学分析法中使用的光谱纯试剂和其他分析法中的专用试剂。专用试剂除了符合高纯试剂的要求外，更重要的是在特定的用途中、其干扰的杂质成分不产生明显干扰的限度之下。

2. 使用试剂注意事项

(1) 打开瓶盖（塞）取出试剂后，应立即将瓶（塞）盖好，以免试剂吸潮、沾污或变质。

(2) 瓶盖（塞）不许随意放置，以免被其他物质沾污，影响原瓶试剂质量。

(3) 试剂应直接从原试剂瓶取用，多取试剂不允许倒回原试剂瓶。

(4) 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。

(5) 用吸管取用液态试剂时，决不许用同一吸管同时吸取两种试剂。

(6) 盛装试剂的瓶上，应贴有标明试剂名称、规格及出厂日期的标签，没有标签或标签字迹难以辨认的试剂，在未确定其成分前，不能随便使用。

3. 试剂的保存

试剂放置不当可能引起质量和组分的变化，因此，正确保存试剂非常重要。一般化学试剂应保存在通风良好、干净的风子里，避免水分、灰尘及其他物质的沾污，并根据试剂的性质采取相应的保存方法和措施。

(1) 容易腐蚀玻璃影响试剂纯度的试剂，应保存在塑料或涂有石蜡的玻璃瓶中。例如：氢氟酸、氟化物（氟化钠、氟化钾、氟化铵）、苛性碱（氢氧化钾、氢氧化钠）等。

(2) 见光易分解，遇空气易被氧化和易挥发的试剂应保存在棕色瓶里，放置在冷暗处。如过氧化氢（双氧水）、硝酸银、焦性没食子酸、高锰酸钾、草酸、铋酸钠等属见光易分解物质；氯化亚锡、硫酸亚铁、亚硫酸钠等属易被空气逐渐氧化的物质；溴、氨水及大多数有机溶剂属易挥发的物质。

(3) 吸水性强的试剂应严格密封保存。例如：无水碳酸钠、苛性钠、过氧化物等。

(4) 易相互作用、易燃、易爆炸的试剂，应分开贮存在阴凉通风的地方。例如：酸与氨水、氧化剂与还原剂属易相互作用物质；有机溶剂属易燃试剂；氯酸、过氧化氢、硝基化合物属易爆炸试剂等。

(5) 剧毒试剂应专门保管，严格取用手续，以免发生中毒事故。例如：氰化物（氰化钾、氰化钠）、氢氟酸、二氯化汞、三氧化二砷（砒霜）等属剧毒试剂。

第三节 实验数据的记录、处理和实验报告的填写

一、实验数据的记录

分析实验中经常需要记录一些测量数据，比如称量试样的质量、滴定过程中试剂的体

积、溶液的 pH 值等。实验数据记录的最基本原则是如实、客观地记录所看到的实验现象和数据。

(1) 学生必须备有专门的实验记录本, 标上页码, 不得撕去任何一页。不能将实验数据记录在单页纸或小纸片上, 更不能随意记在任意地方。

(2) 在实验过程中要养成及时、准确而清楚地记录相关测量数据和现象的习惯。所有的测量数据与结果, 包括涉及的测量仪器型号和标准溶液浓度等, 都应及时、准确地记录下来。记录实验数据时, 要实事求是, 切忌夹杂主观因素, 决不能凭主观臆断拼凑或伪造数据。

(3) 在记录测量数据时, 应注意其有效数字的位数。用分析天平称重时, 应记录至 0.0001 g; 滴定管、移液管及吸量管的读数, 均应记录至 0.01 mL。总之, 记录的有效数字位数应能正确反映仪器测量的准确度。

(4) 实验记录上的每一个数据, 都是测量结果, 都应该记录下来, 即使在重复测量时出现完全相同的数据也应完整地记录下来。

(5) 分析实验中的数据记录都应整齐、清楚、明了, 一般采用表格形式。如果发现数据算错、测错或读错而需要改动时, 应将其用横线画去, 并在旁边重新写上正确的数字, 不得涂黑或擦去。

二、实验数据的处理

(一) 实验测量结果的表示

定量分析实验中一般平行测定 3~5 次, 通常是 3 次, 常用平均值来表示测量结果, 用相对平均偏差 (或标准偏差) 来衡量分析结果的精密度。相关的计算公式如下:

设一组测量数据为 $x_1, x_2, \dots, x_n$, 其算术平均值 $\bar{x}$ 为

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (1-1)$$

各单个偏差绝对值的平均值称为平均偏差, 用 $\bar{d}$ 表示。即

$$\bar{d} = \frac{|d_1| + |d_2| + \dots + |d_n|}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}| \quad (1-2)$$

而测定结果的相对平均偏差 ($\bar{d}_r$) 为

$$\bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1-3)$$

测定结果的标准偏差 S 为

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n d_i^2}{n-1}} \quad (1-4)$$

(二) 实验数据之可疑值的取舍

在分析测定过程中, 有时所测得的一组数据中有个别数据与其他数据相差较远, 这一数据称为可疑值或离群值。如果确定知道此数据是由于过失引起的, 可以舍弃, 否则, 应

根据一定的统计学方法决定其取舍。

1. $4\bar{d}$ 法

步骤如下：

- (1) 求出除可疑值之外的其余数据的平均值 $\bar{x}_{n-1}$ 和平均偏差 $\bar{d}_{n-1}$ ；
- (2) 求出可疑值 x 与平均值 $\bar{x}_{n-1}$ 之间的差的绝对值 $|x - \bar{x}_{n-1}|$ ；
- (3) 判断：若 $|x - \bar{x}_{n-1}| > 4\bar{d}_{n-1}$ ，则舍弃可疑值，反之保留。

2. Q 检验法

步骤如下：

- x_n ；
- (1) 将一组数据从小到大依次排列为 $x_1, x_2, \dots, x_{n-1}, x_n$ ，其中可疑值可能为 x_1 、
 - (2) 根据统计量 Q 进行判断。 Q 的定义为

$$Q = \frac{|x_{\text{可疑}} - x_{\text{相邻}}|}{x_{\text{最大}} - x_{\text{最小}}} \tag{1-5}$$

- (3) 根据置信度和测定次数，从表 1-4 中查出 $Q_{\text{表}}$ ；
- (4) 比较计算所得 Q 与 $Q_{\text{表}}$ ，若 $Q > Q_{\text{表}}$ ，可疑值应舍弃，否则应保留。

表 1-4 Q 值表（置信度 90%和 95%）

测定次数 n	3	4	5	6	7	8	9	10
$Q_{0.90}$	0.94	0.76	0.64	0.56	0.51	0.47	0.44	0.41
$Q_{0.95}$	1.53	1.05	0.86	0.76	0.69	0.64	0.60	0.58

3. 格鲁布斯（Grubbs）法

步骤如下：

- x_n ；
- (1) 将一组数据从小到大依次排列为 $x_1, x_2, \dots, x_{n-1}, x_n$ ，其中可疑值可能为 x_1 、
 - (2) 根据统计量 G 进行判断。先求出数据的平均值和标准偏差，再求 G 值。 G 的定义为

$$G_{\text{计}} = \frac{\bar{x} - x_1}{S} \quad (\text{若 } x_1 \text{ 为可疑值}) \tag{1-6}$$

$$G_{\text{计}} = \frac{x_n - \bar{x}}{S} \quad (\text{若 } x_n \text{ 为可疑值}) \tag{1-7}$$

- (3) 根据测定次数和置信度，从表 1-5 中查出 $G_{\text{表}}$ ；
- (4) 比较 $G_{\text{计}}$ 与 $G_{\text{表}}$ ，若 $G_{\text{计}} \geq G_{\text{表}}$ ，可疑值应舍弃，反之应保留。

对同一问题，如果用上述三种检验法得出不同的结论时，一般以格鲁布斯法的结论为准，因为此法将正态分布中的两个最重要的样本参数 $\bar{x}$ 及 S 引入进来，故方法的准确性较好。

表 1-5 G 值 表

测定次数 n	置 信 度 P		
	95%	97.5%	99%
3	1.15	1.15	1.15
4	1.46	1.48	1.49
5	1.67	1.71	1.75
6	1.82	1.89	1.94
7	1.94	2.02	2.10
8	2.03	2.13	2.22
9	2.11	2.21	2.32
10	2.18	2.29	2.41
11	2.23	2.36	2.48
12	2.29	2.41	2.55
13	2.33	2.46	2.61
14	2.37	2.51	2.66
15	2.41	2.55	2.71
20	2.56	2.71	2.88

最后需要指出的是，在实验过程中获得一组数据后，如果不能确定个别异常值确系由于过失引起的，就不能轻易地去掉这些数据，而是要用上述的统计检验方法进行判断之后，才能确定其取舍。

三、实验报告

实验完成后，应对实验现象和实验数据进行解释并作出结论，根据实验数据进行处理和计算，及时认真地写出实验报告，交给指导老师审阅。实验报告应字迹端正，简明扼要，不乱涂乱画。分析化学的实验报告一般包括以下内容。

- (1) 实验名称、日期。
- (2) 实验目的。
- (3) 实验原理。一般简要地用文字和化学反应说明。对特殊仪器的实验装置，应画出实验装置图。
- (4) 实验的主要仪器和试剂。写出主要的仪器（包含规格、型号），试剂应标明浓度。
- (5) 实验步骤。应简明扼要写出。可以采用流程图的形式，也可以分步列出。
- (6) 实验数据的记录与处理。定量分析实验数据的记录与处理通常采用表格形式，同时应列出相应的计算公式。根据实验要求计算出分析结果、实验误差大小。
- (7) 讨论与分析。包括实验教材上的思考题和实验中观察到的现象，进行讨论和分析，以提高自己分析问题和解决问题的能力。

第二章

分析天平与称量

第一节 分析天平

分析天平是分析化学中最重要的仪器之一，也是化学实验室中最常用的精密称量仪器。其称量的准确度对分析的结果影响很大，熟练地使用分析天平进行称量是化学工作者应掌握的一项基本实验技能。因此，了解分析天平的工作原理、计量性能、结构组成、安装维护及正确使用等是十分重要的。

一、分析天平的分类

分析天平有机械天平和电子天平两种，以杠杆原理构成的为机械天平，使用电磁力平衡原理，直接显示质量读数的为电子天平。机械天平按其结构特点可以分为等臂和不等臂两大类。等臂天平有阻尼天平和电光天平，电光天平又有半机械加码和全机械加码之分。不等臂天平有单盘减码式电光天平。应该说在分析化学的发展过程中，机械天平起到了重要的作用。但是随着科学技术的发展，机械天平必将逐步退出历史的舞台。

电磁力平衡式电子分析天平是把待测物的质量通过电磁力平衡原理变换为电流检测，再经电流电压变换、模数转换和数字化运算处理，用数字显示待测物的质量值。相对于机械天平而言，电子分析天平具有以下优点：①待测物的质量用数字显示，而且从称量到显示出结果的整个过程非常迅速，为 2~3 s，避免了烦琐的操作程序，且质量测量的准确度较高，这是它便于使用的最大优点；②有数据输出功能，可与计算机连接，利于计算机在线测量的实现；③维修、校准非常简单。

常见的几种分析天平的主要技术数据见表 2-1。

表 2-1 实验室常见分析天平的主要技术数据

名 称	最大载荷/g	分度值/mg
半机械加码电光天平	200	0.1
全机械加码电光天平	200	0.1
电子分析天平	200	0.1
微量天平	20	0.01
超微量天平	5	0.001

二、天平的精度与级别

天平的精度是指天平的名义分度值（天平的最小称出量）与最大载荷之比。这是因为天平的精度不仅与它能称准的最小质量有关，还与它能称量的最大质量有关。天平的名义分度值愈小，最大载荷愈大，则天平的精度愈高。国家计量部门按照精度的大小，把天平分为十个级别，见表 2-2。其中 1 级最好，10 级最差。

表 2-2 天平的精度与级别

级别	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
精度	1×10^{-7}	2×10^{-7}	5×10^{-7}	1×10^{-6}	2×10^{-6}	5×10^{-6}	1×10^{-5}	2×10^{-5}	5×10^{-5}	1×10^{-4}

比如，定量分析中常用的分析天平最大载荷为 200 g，分度值为 0.1 mg，则其精度大小为： $0.0001\text{g}/200\text{g}=5\times10^{-7}$ ，属于第 3 级。

天平的级别只与精度有关。实际上，同一级别的天平有很多种。比如同样是 3 级天平，最大载荷可以是 50 kg、1 kg、200 g 等，它们的分度值分别为 25 mg、0.5 mg、0.1 mg 等。因此在选用天平时，不能片面地追求精度级别，而要考虑到实际工作中要求的最大称量范围和称量的准确程度。

三、天平的结构

1. 电光天平

电光天平是在阻尼天平的基础上发展起来的，主要是增加了两个装置：一个是机械加码装置；另一个是光学读数装置。机械加码装置是通过转动指数盘加减圈状砝码（即圈码）的装置。大小砝码全部是由指数盘操纵自动加减的，称为全机械加码电光天平（又称全自动电光天平）。实物如图 2-1 所示，结构如图 2-2 所示。1 g 以下的砝码是由指数盘操纵自动加减的，称为半机械加码电光天平。

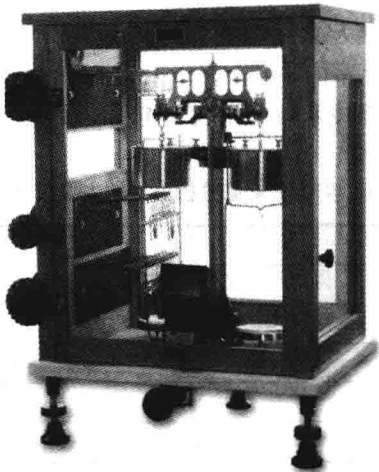


图 2-1 全机械加码电光天平

光学读数装置是：光源发出的光线经聚光后，照射到天平指针下端的刻度尺上，再经过放大，由反射镜反射到投影屏上，由于天平指针的偏移程度被放大在投影屏上，所以能准确读出 10 mg 以下的质量。

电光天平一般可以称量至 0.1 mg，最大载荷为 100 g 或 200 g。

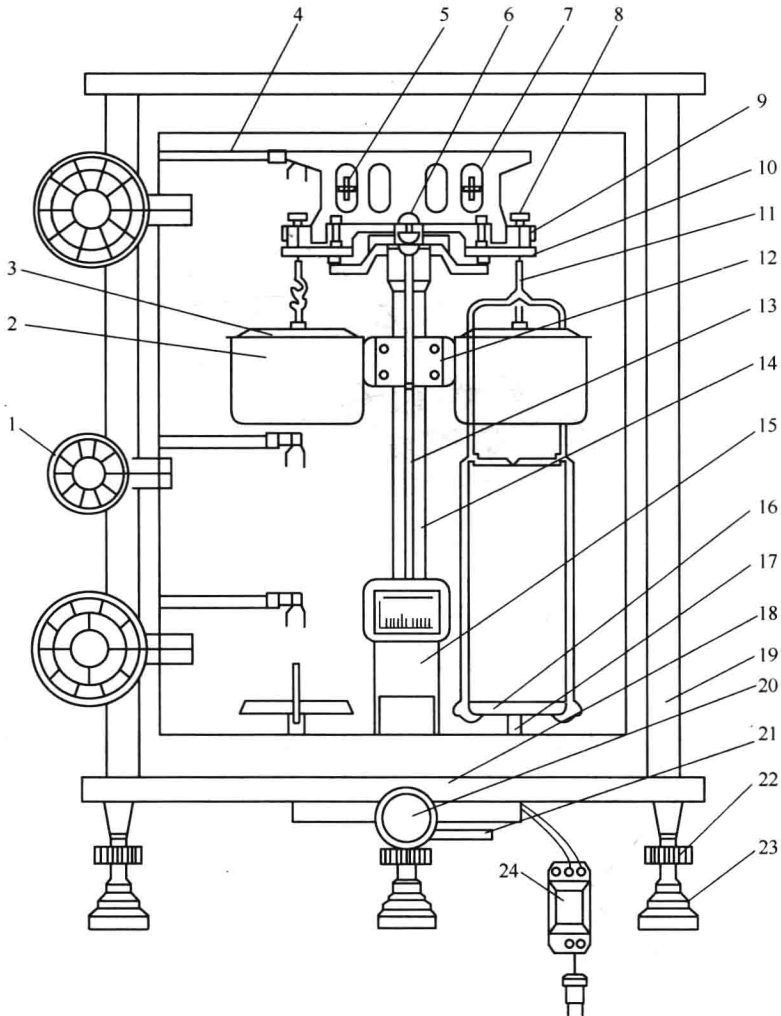


图 2-2 TG-328A 型全机械加码电光天平

- 1—指数盘；2—阻尼器外筒；3—阻尼器内筒；4—加码杆；5—平衡螺钉；
6—中刀；7—横梁；8—吊耳；9—边刀盒；10—托翼；11—挂钩；12—阻尼架；
13—指针；14—立柱；15—投影屏座；16—天平盘；17—盘托；18—底座；19—框罩；
20—开关旋钮；21—调零杆；22—调水平底座；23—脚垫；24—变压器

2. 电子分析天平

电子分析天平（见图 2-3）是根据电磁力平衡原理设计制造的，也是新一代的天平。

电子分析天平用弹簧片取代电光分析天平的玛瑙刀口作为支撑点，用差动变压器取代