

省级实验教学示范中心系列教材

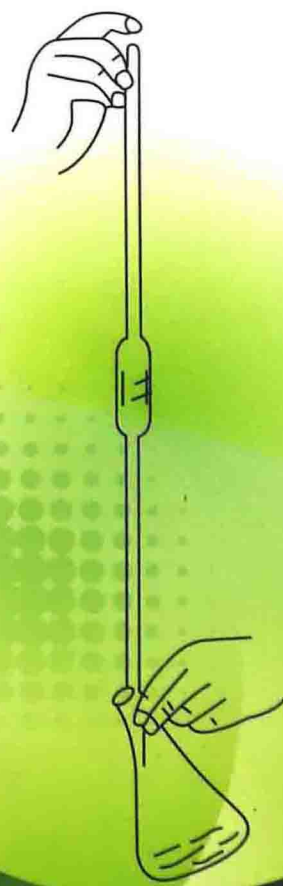
# 大学化学实验(Ⅱ)

## ——分析化学实验

史小琴 主编

高淑云 董黎明 刘青 副主编

DA XUE  
HUAXUE  
SHIYAN (Ⅱ)  
FENXI HUAXUE  
SHIYAN



化学工业出版社

# 大学化学实验(II)

## ——分析化学实验

主编 王 强 副主编 王 强 王 强 王 强 王 强

省级实验教学示范中心系列教材

# 大学化学实验(Ⅲ)——分析化学实验

史小琴 主编

高淑云 董黎明 刘青 副主编



化学工业出版社

·北京·

本书包括分析化学实验基础知识、滴定分析基本操作练习、酸碱滴定实验、配位滴定实验、氧化还原滴定实验、沉淀滴定实验、重量分析实验、吸光光度法实验、综合性实验共9章及附录,主要阐述了分析化学实验的基本知识、基础实验、设计性实验、综合性实验,精选了44个实验,每类实验可供灵活选择使用,全书内容精炼、信息量大。

本书可作为化学、化工、材料、环境、制药等专业的本科生分析化学实验用教材,也可供从事分析化学实验和科研的相关人员参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验(Ⅲ)——分析化学实验/史小琴主编.  
—北京:化学工业出版社,2014.8  
省级实验教学示范中心系列教材  
ISBN 978-7-122-21103-3

I. ①大… II. ①史… III. ①化学实验-高等学校-  
教材②分析化学-化学实验-高等学校-教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆CIP数据核字(2014)第141189号

---

责任编辑:宋林青

文字编辑:颜克俭

责任校对:宋玮 王静

装帧设计:史利平

---

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印刷:北京市振南印刷有限责任公司

装订:三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张9¼ 字数221千字 2014年10月北京第1版第1次印刷

---

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686)

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

---

定 价:21.00元

版权所有 违者必究

# 《大学化学实验》系列教材编委会

主 编：堵锡华

副主编：陈 艳

编 委：（以姓名笔画为序）

石春玲

冯 惠

刘 青

陈 艳

堵锡华

田 林

朱 捷

李鸣建

周颖梅

董黎明

史小琴

庄文昌

李 靖

宫贵贞

蔡可迎

冯长君

刘 彤

吴 琼

高淑云

《大学化学实验》系列教材共分五册，是根据目前大学基础化学实验改革的新趋势，在多年实践教学经验的基础上编写而成的。本教材自成体系，力求实验内容的规范性、新颖性和科学性，编入的实验项目既强化了基础，又兼顾了综合性、创新性和应用性。教材将四大化学的基本操作实验综合为一册，这样就避免了各门课程实验内容的重复；其他四册从实验(I)~实验(IV)，涵盖了无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验、物理化学实验的专门操作技能和基本理论，增加了相关学科领域的新知识、新方法和新技术，并适当增加了综合性、设计性和创新性实验内容项目，以进一步培养学生的实际操作能力和创新能力。

本书为《大学化学实验(III)——分析化学实验》分册，主要包括分析化学实验基础知识、滴定分析基本操作练习、酸碱滴定实验、配位滴定实验、氧化还原滴定实验、沉淀滴定实验、重量分析实验、吸光光度法实验、综合性实验共9章及附录，主要阐述了分析化学实验的基本知识、基础实验、设计性实验、综合性实验，从相关参考文献和实验研究中精选了44个实验项目，每类实验可灵活选择使用。

本册由史小琴任主编，高淑云、董黎明、刘青任副主编。其中，刘青编写1.3，实验8、34、35、36、37、44；堵锡华编写实验9、10、19、40、41；高淑云编写实验13、14、15、16、18、29、30、31、32、33；董黎明编写实验1、2、3、4、5、6、7、11、12及附录1、2、3、4、5、6；史小琴编写1.1、1.2、和实验17、20、21、22、23、24、25、26、27、28、38、39、42、43及附录7、8、9、10、11、12、13、14、15、16。

本书可作为化学、化工、材料、环境、制药等专业本科生的分析化学实验用教材，也可供从事分析化学实验和科研的相关人员参考。

由于编者水平有限，时间仓促，疏漏、不足之处在所难免，恳请有关专家和广大读者批评指正。

编者  
2014年4月

<b>第1章</b>	<b>分析化学实验基础知识</b>	<b>1</b>
1.1	分析化学实验的基本要求	1
1.1.1	实验目的	1
1.1.2	对实验指导教师的要求	1
1.1.3	对学生的要求	1
1.2	实验室安全常识	2
1.3	定量分析实验概述	3
1.3.1	试样的采取和制备	3
1.3.2	试样的分解	4
1.3.3	分离和富集	4
1.3.4	分析测定方法的选择	5
1.3.5	分析结果的计算和评价	6
<b>第2章</b>	<b>滴定分析基本操作练习</b>	<b>7</b>
实验 1	电子天平称量练习	7
实验 2	容量器皿的校准	8
实验 3	酸碱标准溶液的配制与浓度的比较	12
<b>第3章</b>	<b>酸碱滴定实验</b>	<b>16</b>
实验 4	NaOH 标准溶液的配制与标定	16
实验 5	有机酸含量的测定	18
实验 6	盐酸标准溶液的配制与标定	20
实验 7	混合碱含量的测定	23
实验 8	工业纯碱中总碱度的测定	26
实验 9	食用醋中总酸度的测定	28
实验 10	铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	30
实验 11	食品添加剂中硼酸含量的测定	33
实验 12	酸碱滴定自主设计实验	34
<b>第4章</b>	<b>配位滴定实验</b>	<b>36</b>
实验 13	EDTA 标准溶液的配制和标定	36

实验 14	自来水硬度测定 .....	38
实验 15	混合物中钙盐及镁盐的含量测定 .....	40
实验 16	明矾的含量测定 .....	42
实验 17	铅铋混合溶液中铅铋含量的连续测定 .....	44
实验 18	配位滴定法自拟实验 .....	47
<b>第5章</b>	<b>氧化还原滴定实验 .....</b>	<b>49</b>
实验 19	高锰酸钾标准溶液的配制和标定 .....	49
实验 20	过氧化氢含量的测定 .....	52
实验 21	水中化学需氧量的测定 .....	53
实验 22	硫代硫酸钠溶液的配制与标定 .....	56
实验 23	间接碘量法测定胆矾中铜的含量 .....	58
实验 24	碘标准溶液的配制与标定 .....	60
实验 25	维生素 C 药片中维生素 C 含量的测定 .....	62
实验 26	铁矿石中全铁含量的测定 .....	64
实验 27	溴酸钾法测定苯酚含量 .....	66
实验 28	氧化还原滴定自主设计实验 .....	69
<b>第6章</b>	<b>沉淀滴定实验 .....</b>	<b>71</b>
实验 29	硝酸银标准溶液的配制和标定(吸附指示剂法) .....	71
实验 30	氯化物中氯含量的测定(铬酸钾指示剂法) .....	73
实验 31	氯化铵中氯含量的测定(铬酸钾指示剂法) .....	75
实验 32	溴化钾的含量测定(铁铵矾指示剂法) .....	77
实验 33	沉淀滴定法自拟实验 .....	78
<b>第7章</b>	<b>重量分析实验 .....</b>	<b>80</b>
实验 34	可溶性钡盐中钡含量的测定 .....	80
实验 35	合金钢中镍含量的测定 .....	82
<b>第8章</b>	<b>吸光光度法实验 .....</b>	<b>85</b>
实验 36	邻二氮菲吸光光度法测定铁 .....	85
实验 37	水样中六价铬的测定 .....	88
实验 38	光度法测定甲基橙的离解常数 .....	89
实验 39	分光光度计设计实验 .....	91
<b>第9章</b>	<b>综合性实验 .....</b>	<b>92</b>
实验 40	食品用硅藻土中硅含量的测定 .....	92
实验 41	水泥熟料中 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$ 和 $\text{MgO}$ 含量的测定 .....	94
实验 42	洗衣粉中活性组分、含磷量与碱度的测定 .....	100
实验 43	饲料中钙和磷含量的测定 .....	103



实验 44 蛋壳中 Ca、Mg 含量的测定 .....	106
-----------------------------	-----

**附录** ..... **113**

附录 1 洗涤液的配制及使用 .....	113
附录 2 我国化学试剂纯度与试剂规格 .....	113
附录 3 市售酸碱试剂的浓度及相对密度 .....	114
附录 4 常用缓冲溶液及其配制方法 .....	115
附录 5 常用基准物质的干燥条件和应用 .....	115
附录 6 常用数据检验 Q 值表 .....	116
附录 7 弱酸及其共轭碱在水中的解离常数 ( $25^{\circ}\text{C}$ , $I=0$ ) .....	116
附录 8 酸碱指示剂 .....	118
附录 9 混合指示剂 .....	119
附录 10 配位滴定指示剂 .....	119
附录 11 氧化还原指示剂 .....	121
附录 12 吸附指示剂 .....	121
附录 13 氨羧络合剂类络合物的稳定常数 .....	122
附录 14 标准电极电势 .....	123
附录 15 元素的相对原子质量 .....	133
附录 16 常见化合物的相对分子质量 .....	134

**参考文献** ..... **138**

## 第 1 章

# 分析化学实验基础知识

## 1.1 分析化学实验的基本要求

### 1.1.1 实验目的

分析化学实验是高等院校化学化工各专业人才培养的一门重要基础课程，它既是一门独立的课程又需要与分析化学理论课紧密结合。通过对分析化学实验课程的学习，要求学生做到以下几点。

① 学习并掌握定量化学分析实验的基本知识、基本操作及技能。

② 确立“量”、“误差”和“偏差”、以及“有效数字”的概念，了解并能掌握影响分析结果的主要因素和关键操作环节，合理选择实验条件及实验仪器，仪器的选择要能做到该精确就精确、该粗略就粗略。

③ 正确地记录与处理实验数据，要实事求是，有条理，以确保定量分析结果的可靠性。

④ 通过实验加深对有关理论的理解并能灵活运用所学理论知识和实验知识，培养学生自拟实验方案并实际进行实验操作的能力，提高分析问题和解决实际问题的能力，培养创新意识和科学探索的兴趣，为将来的独立科研工作打下坚实的基础。

⑤ 培养严谨和实事求是的实验态度、良好的科学作风和实验素养。

### 1.1.2 对实验指导教师的要求

实验指导是在学生独立实践活动中进行教学工作的。实验教学工作的重点不是一般的讲解和说明，而是有计划、有针对性的个别指导。实验指导教师要遵循实验教学规律，发挥教师的主导作用。作为实验指导教师必须做到以下几点。

① 必须仔细阅读有关的实验教材，认真备课，做好板书内容。

② 必须做好预习实验，及时记录实验中可能出现的问题和做好本次实验的关键步骤。

③ 每次实验提前 15min 进入实验室，检查有关试剂、试样、实验设施和仪器是否准备好。

④ 指导实验过程中，必须关闭手机、穿实验服，不得离岗。对学生要认真负责，严格要求，态度和蔼，热情关心，为人师表。对于学生难以自我发现实验操作中所存在的习惯性毛病，或不能及时总结的实验操作的优点和经验，要及时给予耐心、细致的指导。

⑤ 实验后检查值日情况，关好水、电、门窗。然后告之实验室值班人员。

⑥ 认真批改学生实验报告。

### 1.1.3 对学生的要求

(1) 做好充分的实验预习

学生必须按教师要求准时进入实验室，不得无故迟到或缺勤。不得穿拖鞋、背心，女生的长头发要扎起来。在进入实验室之前必须仔细阅读实验教材中有关的实验及基础知识，明确本次实验的实验原理，熟悉实验步骤及注意事项。

进入实验室后不要急于动手做实验，首先要对照预习报告检查仪器是否齐全或完好，发现问题应及时向指导教师汇报，然后对照仪器进一步预习，并接受教师的提问、讲解，在教师指导下做好实验准备工作。

### (2) 认真进行实验操作

实验时严格按照规范操作进行，要仔细观察，及时记录，勤于思考，学会运用所学分析化学理论知识解释实验现象，研究实验中出现的问题。仪器的使用要严格按照《大学化学实验——基础操作》中规定的操作规程进行，不可盲动；对于实验操作步骤，通过预习应心中有数，严禁在不了解实验原理和步骤的情况下，机械照搬书上的操作步骤，看一下书，动一动手。实验过程中要仔细观察实验现象，发现异常现象应仔细查明原因，或请教指导教师帮助分析处理。实验结果必须经教师检查，数据不合格的应及时返工重做，直至获得满意结果；实验数据应随时记录在预习报告本预先画好的表格内，不得随意记录在实验书的空白处或草稿纸或手上。实验数据应采用蓝色或黑色水笔记录，严禁使用铅笔记录数据。记录数据要实事求是，详细准确，且注意整洁清楚。如有实验数据记录错误需要改正，必须按要求划去原数据后重新记录，不得使用橡皮、涂改液、胶带纸或用笔反复涂抹覆盖原数据，以修改后仍能看清原数据为准，养成良好的记录习惯。实验完毕，经指导教师签字同意后，方可离开实验室。

### (3) 认真撰写实验报告

学生应独立完成实验报告，并在下次实验前及时送指导教师批阅。实验报告的内容包括实验目的与要求、实验原理、仪器与试剂、实验步骤、数据处理、结果讨论和思考题。结果讨论应包括对实验现象的分析解释，查阅文献的情况，对实验结果误差的定性分析或定量计算，对实验的改进意见和做实验的心得体会等，这是锻炼学生分析问题的重要一环，可以锻炼学生分析问题与解决问题的能力。

实验报告撰写包括七部分内容：

实验目的；

实验原理；

仪器与试剂；

实验步骤（采用流程方框图简单明了地表示）；

实验数据记录 and 数据处理（采用表格形式表示）；

思考题；

实验结果讨论（对实验结果的可靠性与合理性进行评价，并解释所观察到的实验现象，针对本实验中遇到的疑难问题，提出自己的见解和收获，也可对实验方法和实验内容提出自己的见解，对训练创新思维 and 创新能力有何帮助）。

## 1.2 实验室安全常识

在分析化学实验中，经常使用腐蚀性的、易燃、易爆炸的或有毒的化学试剂，大量使用易破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，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，切勿溅在皮肤和衣服上。使用浓  $\text{HNO}_3$ 、 $\text{HCl}$ 、 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{HClO}_4$ 、氨水时，均应在通风橱中操作，绝不允许在实验室加热。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上或热源（煤气灯或电炉）上加热，而应在水浴上加热。

⑥ 热、浓的  $\text{HClO}_4$  遇有机物容易发生爆炸。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  $\text{HClO}_4$ 。蒸发  $\text{HClO}_4$  所产生的烟雾易在通风橱中凝聚，如经常使用  $\text{HClO}_4$  的通风橱应定期用水冲洗，以免  $\text{HClO}_4$  的凝聚物与尘埃、有机物作用，引起燃烧或爆炸，造成事故。

⑦ 汞盐、砷化物、氰化物等剧毒物品，使用时应特别小心。氰化物不能接触酸，因为氰化物与酸作用时会产生剧毒的  $\text{HCN}$ ！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。酒精及其他可溶于水的液体着火时，可用水灭火；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，否则反而扩大燃烧面；导线或电器着火时，不能用水及  $\text{CO}_2$  灭火器灭火，而应首先切断电源，用  $\text{CCl}_4$  灭火器灭火，并根据火情决定是否要向消防部门报告。

⑨ 实验室应保持室内整齐、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。

## 1.3 定量分析实验概述

### 1.3.1 试样的采取和制备

在分析工作中，一般只称取几克或十分之几克试样，而它所代表的则是吨级或更多的物料。因此，要求采集的试样必须能代表全部物料的平均组成，否则分析结果是毫无意义的。

#### (1) 组成分布比较均匀的试样

对于气体、液体以及某些较均匀的固体（如化肥、化学药品等），可以采集任意部分或

稍加混匀后取一部分,即可作为分析试样。即便如此,也应当根据物料的性质,力求避免可能产生不均匀的某些因素。

### (2) 组成分布不均匀的试样

对于那些颗粒大小不一、成分混杂不齐、组成不均匀的固体物料(如矿石、土壤、煤炭等),选取具有代表性的均匀试样,是一项较为复杂的操作。为了使采集的试样具有代表性,必须按一定的程序,自物料的各个不同部位,取出一定数量、大小不同的颗粒。取出的分数越多,则试样的组成与被分析物料的平均组成越接近。

试样的采集量可按下述经验公式计算:

$$Q \geq Kd^2$$

式中,  $Q$  为采集试样的最低质量, kg;  $d$  为试样中最大颗粒的直径, mm;  $K$  为经验常数, 可由实验求得。一般矿石的  $K$  在 0.05~1 之间。样品越不均匀, 其  $K$  值就越大。

按上述方法采集的试样其量很大且不均匀, 需要通过多次的粉碎、过筛、混匀、缩分等步骤, 以制得少量、均匀并有代表性的分析试样。

## 1.3.2 试样的分解

在一般分析工作中(干法分析除外), 需要先将试样分解, 使被测组分定量转入溶液中, 才能进行分析。在试样分解过程中要防止被测组分的损失, 同时还要避免引入干扰测定的杂质。应当根据试样性质和测定方法的不同, 选择合适的分解方法。常用的方法有溶解法、熔融法和半熔法(烧结法)。

### (1) 溶解法

采用酸或碱溶解试样是常用的方法。常用的溶剂有:  $\text{HCl}$ 、 $\text{HNO}_3$ 、 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 、 $\text{H}_3\text{PO}_4$ 、 $\text{HClO}_4$ 、 $\text{HF}$ 、 $\text{NaOH}$  以及混合溶剂(如王水)。

### (2) 熔融法

将试样与固体熔剂混合后, 在高温条件下熔融分解, 再用水或酸浸取, 使其转入溶液中。

① 酸熔法 常用的酸性熔剂有  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$  和  $\text{KHSO}_4$ 。

② 碱熔法 常用的碱性熔剂有  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 、 $\text{NaOH}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}_2$  等。 $\text{NaOH}$  和  $\text{Na}_2\text{O}_2$  的腐蚀性强, 只能在铁、银、刚玉坩埚中熔融。

### (3) 半熔法(烧结法)

在高温下熔融分解试样的同时造成对坩埚的浸蚀, 浸蚀下来的杂质会给分析测定带来困难。半熔法是在低于熔点的条件下, 让试样与熔剂作用。由于温度低, 对坩埚浸蚀小, 可在瓷坩埚中进行。

## 1.3.3 分离和富集

在定量分析中, 常遇到比较复杂的试样。在测定其中某一组分时, 共存的组分便会产生干扰, 可以通过控制分析条件或采用掩蔽法来消除干扰。若仍无法解决问题, 就需要将待测组分与干扰组分分离。在有些试样中, 待测组分的含量较低, 而现有测定方法的灵敏度又不够高, 这时必须先对待测组分进行富集, 然后进行测定。富集过程也就是分离过程。

在分析化学中, 常用的分离和富集方法有沉淀分离法、挥发和蒸馏分离法、溶剂萃取分

离法、离子交换分离法、色谱分离法等。新兴的分离和富集方法有固相微萃取、超临界流体萃取分离法、微波萃取分离法等。

#### (1) 沉淀分离法

沉淀分离是一种经典的分离方法，它利用沉淀反应把被测组分和干扰组分分开。此方法主要依据溶度积原理。根据沉淀剂的不同，沉淀分离可以分成无机沉淀剂分离法、有机沉淀剂分离法和共沉淀分离法。

#### (2) 挥发和蒸馏分离法

挥发和蒸馏分离法是利用化合物挥发性的差异进行分离的方法。可用于除去干扰，也可以使待测组分定量地挥发出来后再测定。

#### (3) 溶剂萃取分离法

溶剂萃取是指利用与水不相混溶的有机溶剂与试液一起振荡，试液中一些组分进入有机相而与其他组分分离的方法。溶剂萃取又叫液-液萃取，它是最常用的分离方法之一，在化学研究和工业生产中都有着广泛的应用。本法所需的仪器简单，操作方便，分离和富集效果好，使用的浓度范围很宽。如果被萃取的组分对可见光有强烈的吸收，则萃取后的有机相可直接用于比色测定。但缺点是费时，工作量较大；萃取溶剂常是易挥发、易燃和有毒物质，所以应用上受到限制。

#### (4) 离子交换分离法

离子交换分离法是一种利用离子交换树脂与试液中的离子发生交换作用而使离子分离的方法。各种离子与离子交换树脂交换能力不同，被交换到树脂上的离子可选用适当的洗脱剂依次洗脱，从而达到彼此之间的分离。本方法分离效率高，既能用于带相反电荷的离子间的分离，也能实现带相同电荷的离子间的分离，某些性质极其相近的物质，如 Nb 和 Ta、Zr 和 Hf 的分离，稀土元素之间的相互分离都可以用离子交换法来完成。离子交换法还可以用于微量元素、痕量物质的富集和提取，蛋白质、核酸、酶等生物活性物质的纯化等。离子交换法所用设备简单，交换容量可大可小，树脂还可反复再生使用。这种方法的缺点是操作较麻烦，周期长。分析化学中一般只用它来解决某些比较困难的分离问题。

#### (5) 色谱分离法

色谱法又称层析法或色层法，这类分离方法的分离效率高，能将各种性质及相似的组分彼此分离。这是一种物理化学分离方法，利用各组分的物理化学性质的差异，而使各组分不同程度地分配在两相中。一相是固定相，另一相是流动相。由于各组分受到的两相作用力的不同，从而使各组分以不同的速度移动，达到分离的目的。根据流动相的状态，色谱法可分为液相色谱法和气相色谱法。

色谱分离操作简便，不需要很复杂的设备，样品用量可大可小，既能用于实验室的分离分析，也适用于产品的制备和提纯。如果与有关仪器结合，可组成各种自动的分离分析仪器。因此，在医药卫生、环境保护、生物化学等领域，已经成为经常使用的分离分析方法。

### 1.3.4 分析测定方法的选择

一种被测组分可以有数种测定方法，究竟采用何种方法，应根据下述情况选择。

#### (1) 测定的具体要求

接受分析任务时，首先要明确分析的目的和要求，确定被测组分、结果的准确度和分析允许的时间等。如标样分析和成品分析，准确度是主要的；高纯物质中杂质含量的测定、试

样中微量组分的测定，灵敏度是主要的；生产过程中的控制分析，速度便成了主要问题。应根据分析的目的、要求，选择适宜的测定方法。

### (2) 被测组分的性质

一般来说，测定方法都基于被测组分的某种性质。如  $\text{Mn}^{2+}$  在 pH 大于 6 时，能与 EDTA 定量络合，可用络合滴定法测其含量； $\text{MnO}_2$  具有氧化性，可用氧化还原滴定法测其含量； $\text{MnO}_4^-$  呈紫红色，可用比色分析法测定。对被测组分性质的了解，可帮助我们选择合适的测定方法。

### (3) 被测组分的含量

测定常量组分，多采用滴定分析法和重量分析法；测定微量组分，多采用仪器分析法。

### (4) 共存组分的影响

在选择测定方法时，必须考虑共存组分对测定的影响，尽量选择不受共存组分干扰的测定方法。

此外，还应根据设备条件选择切实可行的测定方法。

## 1.3.5 分析结果的计算和评价

要想取得准确的化学分析结果，不仅需要准确测量，还要正确记录与计算。正确记录是指记录数字的位数，它反映测量的准确程度。实际能测得的数字即有效数字，其保留位数的多少，根据操作者所用的分析方法和仪器的准确度来决定。在计算分析结果时，高含量 ( $> 10\%$ ) 组分一般要求保留 4 位有效数字，含量在  $1\% \sim 10\%$  的一般要求保留 3 位有效数字，含量小于  $1\%$  的组分只要求保留 2 位有效数字。分析中的各类误差通常取 1~2 位有效数字。分析化学的计算中，加减法中保留有效数字是以小数点后位数最少的为准，乘法中是以位数最少的数为准。

在处理实验数据时，首先要把数据加以整理，剔除由于明显的原因而与其他测定结果相差很远的数值，对于一些精密度似乎不很高的数据，则按可以照 Q 检验法或其他检验法决定取舍，然后计算数据的平均值、偏差、平均偏差与标准偏差，最后按照要求的置信度求出平均值的置信区间。

① 平均偏差 表示一组测定结果的精密度。

$$\bar{d} = \frac{\sum |x - \bar{x}|}{n}$$

式中， $\bar{d}$  为平均偏差； $x$  为任何一次测定结果的数值； $\bar{x}$  为  $n$  次测定结果的平均值。

② 相对平均偏差

$$\bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\%$$

③ 标准偏差 当测定次数较多时，常用标准偏差或相对标准偏差来表示一组平行测定值的精密度。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

④ 相对标准偏差 又称变异系数。

$$s_r = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\%$$

## 第 2 章

# 滴定分析基本操作练习

## 实验 1 电子天平称量练习

### 【实验目的与要求】

1. 了解电子天平的种类和规格；
2. 了解电子天平的工作原理，熟悉其基本结构，了解其维护和保养方法；
3. 能进行电子天平的水平调节、开机、校正、去皮、称量、关机等操作；
4. 能进行固定质量称量法的称量操作；
5. 能进行递减质量称量法的称量操作；
6. 初步培养学生准确、整齐、简明地记录实验原始数据的习惯。

### 【实验原理】

电子天平是最新一代的天平，是根据电磁力平衡原理，直接称量，全量程不需砝码，放上被称物后，在几秒钟内即达到平衡，具有称量速度快、精度高、使用寿命长、性能稳定、操作简便和灵敏度高的特点，其应用越来越广泛并逐步取代机械天平。

电子天平的称量依据是电磁力平衡原理。秤盘的重力向下，并通过连杆支架作用于线圈上，线圈内有电流通过时，产生一个向上的电磁力，与秤盘重力方向相反，大小相等，天平处于平衡状态。当秤盘上放上物品时，通过改变线圈电流改变电磁力的大小，使天平重新恢复平衡。而线圈电流的大小与物品的质量成正比，用数字直接显示出物品的质量。

### 【仪器、试剂与材料】

1. 仪器：电子天平、称量瓶、锥形瓶（250mL）、小烧杯（50mL）。
2. 试剂和材料：石英砂、分析纯氯化钠试样。

### 【实验步骤】

1. 固定质量称量法称量练习
  - (1) 调节天平水平。
  - (2) 开机自检并预热 30min。
  - (3) 用仪器配套的校准砝码进行校准。
  - (4) 将洁净、干燥的小烧杯轻轻放入秤盘上，清零（去皮）。
  - (5) 用小药匙取适量石英砂样品于小烧杯中，关好天平门，稳定后，读数，记录样品的质量。
  - (6) 将样品装入回收瓶中，重复称量 3 次。要求称取的样品质量为 0.5000g。
2. 递减质量称量法称量练习



(1) 重新清零。

(2) 将装有适量氯化钠试样的称量瓶放在电子天平的秤盘上, 关好天平门, 稳定后, 清零(不必记录读数)。

(3) 取出称量瓶, 将试样小心敲入锥形瓶中, 估计试样的质量, 至差不多为止, 重新称取, 直至电子天平显示 $-0.4\sim 0.5\text{g}$ 为止(注: 一般要求3次敲准, 第一次为试敲。若敲多了, 须重新称取)。

(4) 连续称取3份样品。

### 【实验结果与数据处理】

#### 1. 固定称量法相关数据

被称物名称			
读数(质量)/g			

#### 2. 差减称量法相关数据

被称物名称			
读数(质量)/g			

### 【实验注意事项】

1. 湿的容器敞口不可放入称量, 以免读数不稳定。
2. 加热过的物品需冷却至室温方可称量。
3. 易挥发、有腐蚀性的药品需用专用容器称量。
4. 称量时需细心, 不可将药品撒在天平内, 尤其称量液体试样时严防倾倒。倾样时不能有样品撒在锥形瓶外面, 使称量不准确。
5. 调好水平后就不要再移动天平。称量时应及时关好天平门, 否则读数不准确。
6. 称量过程中要轻拿轻放, 要轻按各功能键, 严禁粗暴操作。
7. 称量的物品质量不可超出天平的最大载荷, 以免损坏天平。
8. 称量完毕要取下物品才能关闭电源, 保持天平干燥和清洁。

### 【思考题】

1. 天平称量之前需要做哪些工作?
2. 用分析天平称量的方法有哪几种? 固定质量称量法和差减称量法各有何优缺点? 在什么情况下选用这两种方法?
3. 减量法称量时, 能否使用药匙取药品? 为什么?

### 【e网链接】

1. <http://www.docin.com/p-12468610.html>
2. [http://www.chinadmd.com/file/eizr3puoa3px6o63se3cxcic6\\_1.html](http://www.chinadmd.com/file/eizr3puoa3px6o63se3cxcic6_1.html)

## 实验2 容量器皿的校准

### 【实验目的与要求】

1. 了解容量器皿校准的意义;