



全国应用型本科院校化学课程统编教材

分析化学实验

(第二版)

Analytical Chemistry Experiments

邓海山 张建会 主编



华中科技大学出版社

<http://www.hustp.com>

分析化学实验

(第二版)

主 编	邓海山	张建会		
副主编	姚卫峰	丁宗庆	黄朝表	杨 艳
	徐康宁	徐 林	钟建军	
参 编	朱秀慧	朱安宏	韩疏影	韦国兵
	石明娟	王 莹	张孟雄	
主 审	池玉梅			

华中科技大学出版社
中国·武汉

内 容 提 要

本书介绍化学分析实验和仪器分析实验的基础知识、基本操作及基本用途。全书分六个部分:分析化学实验基础知识、分析化学实验的基本操作、化学分析实验、仪器分析实验、综合性与设计性实验、附录(仪器的操作规程)。其中包括 24 个化学分析实验、28 个仪器分析实验、17 个综合性与设计性实验,可供不同专业方向的分析化学实验课程选做。

本书规范基本操作,强调基本训练,注重能力培养,旨在进一步加深学生对分析化学课程理论知识的理解和应用,培养学生分析问题、解决问题的能力。

本书是全国应用型本科院校化学课程统编教材,可作为不同专业方向的分析化学实验教材,也可作为相关专业技术人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

分析化学实验/邓海山,张建会主编. —2 版. —武汉:华中科技大学出版社,2019.1
全国应用型本科院校化学课程统编教材
ISBN 978-7-5680-4920-7

I. ①分… II. ①邓… ②张… 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(2019)第 012564 号

分析化学实验(第二版)

Fenxi Huaxue Shiyān

邓海山 张建会 主编

策划编辑:王新华

责任编辑:王新华

封面设计:原色设计

责任校对:阮 敏

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉)

电话:(027)81321913

武汉市东湖新技术开发区华工科技园

邮编:430223

录 排:华中科技大学惠友文印中心

印 刷:武汉华工鑫宏印务有限公司

开 本:787mm×1092mm 1/16

印 张:9.75

字 数:250 千字

版 次:2019 年 1 月第 2 版第 1 次印刷

定 价:28.00 元



华中出版

本书若有印装质量问题,请向出版社营销中心调换
全国免费服务热线:400-6679-118 竭诚为您服务
版权所有 侵权必究

第二版前言

分析化学是高等学校化工、医药、石油、环境等专业学生的一门极其重要的专业基础课。分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分。它通过实验的方法,使学生深入理解和巩固在分析化学课堂中所学的理论知识,并使学生正确、熟练地掌握化学分析和仪器分析的基本操作和技能。通过实验,学生可学会正确、合理地选择实验条件和实验仪器,善于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、实事求是的科学态度和严谨细致的工作作风,以及独立思考,分析问题、解决问题的能力;逐步掌握科学研究的技能和方法,为后续课程的学习和将来工作奠定良好的实践基础。

本书由邓海山、张建会主编,池玉梅主审。参加本书编写的有:南京中医药大学邓海山、姚卫峰、韩疏影,吉林大学珠海学院张建会,汉江师范学院丁宗庆,浙江师范大学黄朝表,黔南民族师范学院杨艳,河套学院徐康宁,聊城大学东昌学院徐林,电子科技大学中山学院钟建军,营口理工学院朱秀慧,南京中医药大学翰林学院朱安宏,江西中医药大学韦国兵,中国计量学院石明娟,佳木斯大学王莹,长江大学工程技术学院张孟雄。

在本书的编写过程中,编者参阅了相关书籍和资料,第一版作者付出了大量的劳动,打下了良好的基础,在此一并表示衷心的感谢!华中科技大学出版社的编辑们为本书的出版做了大量细致的工作,在此对他们致以诚挚的谢意!

由于编者水平有限,书中难免存在不妥之处,敬请指正。

编 者

2018 年 12 月

目 录

第 1 章 分析化学实验基础知识	(1)
1.1 分析化学实验课的任务和要求	(1)
1.1.1 分析化学实验课的任务	(1)
1.1.2 分析化学实验课的要求	(1)
1.2 分析化学实验的一般知识	(1)
1.2.1 实验室注意事项	(1)
1.2.2 分析实验用纯水	(2)
1.2.3 试剂的基础知识	(3)
1.3 实验数据的记录和实验报告	(4)
1.3.1 测量数据的取舍	(4)
1.3.2 有效数字及其运算规则	(5)
1.3.3 实验数据的采集、处理	(6)
1.3.4 实验报告的基本格式	(6)
第 2 章 分析化学实验的基本操作	(8)
2.1 分析天平及其基本操作	(8)
2.1.1 电光分析天平	(8)
2.1.2 电子分析天平	(9)
2.1.3 称量方法	(10)
2.2 常用玻璃器皿	(11)
2.2.1 常用玻璃器皿的种类及用途	(11)
2.2.2 容量分析器皿的基本操作	(12)
2.2.3 容量器皿的洗涤	(14)
2.3 常用分析仪器及其使用方法	(15)
2.3.1 酸度计及其使用	(15)
2.3.2 紫外-可见分光光度计及其使用	(17)
2.3.3 气相色谱仪及其使用	(18)
2.3.4 高效液相色谱仪及其使用	(19)
第 3 章 化学分析实验	(23)
实验 1 电光分析天平减量法称量练习	(23)
实验 2 电子分析天平的称量练习	(25)
实验 3 容量分析器皿的使用和校准	(27)
实验 4 滴定分析法的基本操作练习	(29)
实验 5 0.1 mol/L NaOH 标准溶液的配制与标定	(32)
实验 6 有机酸含量测定	(33)

实验 7 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	(35)
实验 8 0.1 mol/L HCl 标准溶液的标定及工业纯碱总碱量的测定	(36)
实验 9 0.1 mol/L 高氯酸标准溶液的配制与标定	(38)
实验 10 枸橼酸钠的含量测定	(39)
实验 11 银量法标准溶液的配制与标定	(40)
实验 12 溴化钾的含量测定(莫尔法)	(42)
实验 13 0.01 mol/L EDTA 标准溶液的配制与标定	(43)
实验 14 水的硬度测定	(44)
实验 15 0.01 mol/L ZnSO ₄ 标准溶液的配制与标定	(46)
实验 16 白矾中铝含量的测定	(47)
实验 17 溶液中铋和铅的连续测定	(48)
实验 18 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	(49)
实验 19 间接碘量法测定铜含量	(51)
实验 20 0.05 mol/L I ₂ 标准溶液的配制与标定	(53)
实验 21 直接碘量法测定维生素 C 的含量	(54)
实验 22 0.02 mol/L 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	(55)
实验 23 双氧水中过氧化氢的含量测定	(56)
实验 24 沉淀法——硫酸钡法	(57)
第 4 章 仪器分析实验	(62)
实验 1 醋酸的电位滴定	(62)
实验 2 自来水中氟含量的测定	(64)
实验 3 永停滴定法标定碘标准溶液浓度	(65)
实验 4 库仑滴定法测定维生素 C 片中维生素 C 的含量	(66)
实验 5 分光光度计的使用与性能检验	(69)
实验 6 标准曲线法测定高锰酸钾含量	(70)
实验 7 标准曲线法测定芦丁含量	(71)
实验 8 维生素 B ₁₂ 的鉴别与注射液含量测定	(73)
实验 9 邻二氮菲法测定水中微量铁	(75)
实验 10 邻二氮菲分光光度法测定铁条件试验	(77)
实验 11 紫外吸收光谱法测定蒽醌的含量和摩尔吸光系数	(78)
实验 12 红外分光光度计的使用与固体样品的制备	(79)
实验 13 硫酸奎宁的荧光法分析	(80)
实验 14 荧光分析法测定维生素 B ₂ 含量	(81)
实验 15 原子吸收分光光度法测定水中铜(钙、镁)的含量	(82)
实验 16 硅胶 G 薄层板的制作与活度的测定	(84)
实验 17 氧化铝的活度测定	(85)
实验 18 薄层色谱法分离与定性鉴别	(88)
实验 19 柱色谱法分离甲基橙与亚甲基蓝	(91)

实验 20	有机酸的纸色谱定性	(92)
实验 21	气相色谱仪的基本操作与色谱柱性能检查	(94)
实验 22	气相色谱法定量分析(内标一点法)	(96)
实验 23	气相色谱法定量分析(内标校正因子法)	(97)
实验 24	气相色谱法定量分析(归一化法)	(99)
实验 25	气相色谱法定性分析	(100)
实验 26	高效液相色谱仪的基本操作与色谱柱性能检查	(101)
实验 27	高效液相色谱法定量分析(外标法)	(102)
实验 28	核磁共振波谱法测定乙酰乙酸乙酯互变异构体的相对含量	(104)
第 5 章	综合性与设计性实验	(106)
实验 1	混合碱样品各组分含量测定	(106)
实验 2	有机酸摩尔质量的测定	(107)
实验 3	水中化学耗氧量(COD)的测定	(108)
实验 4	昆布中碘含量的测定	(109)
实验 5	重铬酸钾法测定铁矿石中铁的含量	(111)
实验 6	大豆中钙、镁、铁含量的测定	(112)
实验 7	肉制品中亚硝酸盐含量的测定	(114)
实验 8	双波长分光光度法测定安钠咖注射液中咖啡因的含量	(116)
实验 9	微量萃取分离-紫外分光光度法测定饮料中咖啡因含量	(118)
实验 10	蔬菜、水果中总抗坏血酸的测定方法(GB/T 12392—1990)	(120)
实验 11	离子交换树脂交换容量的测定	(121)
实验 12	纸层析法分离 Ni^{2+} 、 Co^{2+} 、 Cu^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Mn^{2+} 等金属离子	(124)
实验 13	气相色谱法测定麝香祛痛搽剂中樟脑、薄荷脑、冰片含量	(125)
实验 14	高效液相色谱法对混合样品的定性分析	(126)
实验 15	混合磷酸盐分析(设计性)	(127)
实验 16	葡萄糖酸钙锌口服溶液的定量测定(设计性)	(128)
实验 17	高效液相色谱法定量分析(设计性)	(128)
附录	仪器操作规程	(130)
附录 A	752 型紫外-可见分光光度计操作规程	(130)
附录 B	722 型紫外-可见分光光度计操作规程	(130)
附录 C	722S 型分光光度计操作规程	(131)
附录 D	UV-1100 型紫外-可见分光光度计操作规程	(132)
附录 E	UV-2401 型紫外-可见分光光度计操作规程	(133)
附录 F	UV-5500 型紫外-可见分光光度计操作规程	(133)
附录 G	Nicolet IR-100 型红外分光光度计操作规程	(134)
附录 H	Nicolet iS 5 型红外分光光度计操作规程	(135)
附录 I	970 CRT 型荧光分光光度计操作规程	(136)
附录 J	AA-6300 C 型原子吸收分光光度计操作规程	(136)

附录 K	SP2100 型气相色谱仪操作规程	(137)
附录 L	GC-1120 型气相色谱仪(FID)操作规程	(138)
附录 M	Agilent 1100 型高效液相色谱仪操作规程	(138)
附录 N	Agilent 1220 型高效液相色谱仪操作规程	(141)
附录 O	Agilent 1260 型高效液相色谱仪操作规程	(141)
附录 P	Agilent 7890A-5975C 型气相色谱-质谱联用仪操作规程	(143)
参考文献		(145)

第1章 分析化学实验基础知识

1.1 分析化学实验课的任务和要求

1.1.1 分析化学实验课的任务

分析化学实验教学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,旨在培养学生正确地掌握化学分析法和仪器分析法的基本操作及近代各种分析仪器的基本用途,加深对分析化学基础理论、基本概念的理解,确立严格的“量”的概念,培养观察、分析和解决问题的能力,养成严格、认真和实事求是的科学态度,激发学习、实验兴趣和探索精神,为后续专业课程的学习和将来从事各专业工作打下良好的基础。

1.1.2 分析化学实验课的要求

(1)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;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、准确地记录和处理数据。

(2)实验中严格按照要求,规范操作;做到手脑并用,善于思考,仔细观察实验现象并及时记录;自觉遵守实验室规则,保持实验室整洁、安静,实验台桌面整洁,仪器安置有序,注意安全、节约。

(3)实验完毕及时洗涤、清理实验仪器,做好实验室卫生;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。

1.2 分析化学实验的一般知识

1.2.1 实验室注意事项

(1)严格遵守实验室各项规章制度。

(2)保持实验室的整洁与安静,注意实验台、桌面和仪器的整洁。

(3)保持水槽清洁,不将固体物品倒入槽中,实验中的腐蚀性、有毒性废液应倒入指定的相应废液缸内。

(4)爱护仪器,严格遵照仪器操作规程使用;节约试剂、水、电。

(5)注意实验安全,严格按照操作规程进行实验。配制挥发性、刺激性溶液应在通风橱中进行;配制强酸溶液时,应将浓酸缓慢加入水中,不可将水倒向浓酸中。

(6)使用汞盐、氰化物、三氧化二砷、钡盐、重铬酸盐等有毒试剂时应特别小心。严禁在酸性介质中加入氰化物,以免产生氰化氢而导致中毒。

(7)使用乙醚、苯、三氯甲烷等有毒或易燃有机溶剂时,要远离火源或热源,残液要倒入溶剂回收瓶中。

(8)试剂切忌入口,实验器皿禁作食具,离开实验室时要仔细洗手,如曾使用过毒物,还应漱口。

1.2.2 分析实验用纯水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。纯水并不是绝对不含杂质,只是杂质的含量极其微小。制备纯水的方法不同,水中含杂质情况也不相同。分析化学实验室用的纯水一般有蒸馏水、二次蒸馏水、去离子水、无二氧化碳蒸馏水、无氨蒸馏水等。我国实验室用水的国家标准(GB/T 6682—2008)规定了实验室用水的级别、技术指标、制备方法及检验方法。

1. 水的规格

根据中华人民共和国国家标准(GB/T 6682—2008)《分析实验室用水规格和试验方法》的规定,分析化学实验室用水分为三个级别,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)

项 目	一 级	二 级	三 级
pH 值范围(25 ℃)			5.0~7.5
电导率(25 ℃)/(mS/m)	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
可氧化物质(以 O 计)/(mg/L)		0.08	< 0.4
蒸发残渣(105±2 ℃)/(mg/L)		≤ 1.0	≤ 2.0
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)/(mg/L)	< 0.01	< 0.02	

2. 水的选用

应根据实验对水质量的要求,合理选用适当级别的水,并注意节约用水。

通常一级水用于有严格要求的分析化学实验;仪器分析实验一般使用二级水,如原子吸收光谱分析用水、高效液相色谱分析用水等;三级水用于一般的化学分析实验。

为保持实验室使用的蒸馏水纯净,蒸馏水瓶要随时加塞,专用虹吸管内均应保持干净。蒸馏水瓶附近不要存放浓盐酸、氨水等易挥发试剂,以防污染。

普通蒸馏水保存在玻璃容器中;去离子水保存在聚乙烯塑料容器中;用于痕量分析的高纯水,如二次亚沸石英蒸馏水,则需要保存在石英或聚乙烯塑料容器中。

3. 纯水制备方法

(1)蒸馏法 蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质,但不能除去易溶于水的气体。

将自来水在蒸发装置上加热汽化,然后将蒸汽冷凝即得到蒸馏水,可达到三级水的标准,但还有少量金属离子、二氧化碳等杂质。

为了获得比较纯净的蒸馏水,可进行重蒸馏,并在准备重蒸馏的蒸馏水中加入适当的试剂以抑制某些杂质的挥发(如加入甘露醇能抑制硼的挥发,加入碱性高锰酸钾可破坏有机物并防止二氧化碳蒸出),二次蒸馏水一般可达到二级标准。第二次蒸馏通常采用石英亚沸蒸馏器,其特点是在液面上方加热,使液面始终处于亚沸状态,这样可使水蒸气带出的杂质减至最低,因此通常称之为二次石英亚沸蒸馏水,简称亚沸水或二次水。

(2)离子交换法 将自来水或普通蒸馏水依次通过阳离子交换树脂柱、阴离子交换树脂柱和阴阳离子混合交换树脂柱,分离除去水中的杂质离子,所得水称为去离子水。

这样得到的水纯度比蒸馏水纯度高,质量可达到二级或一级水标准,但对非电解质及胶体物质无效,同时会有微量的有机物从树脂溶出,因此,根据需要可将去离子水进行重蒸馏以得到高纯水。

(3)电渗析法 该法是在离子交换技术基础上发展起来的方法,是在直流电场的作用下,应用阴、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的方法。此法不能除去非离子型杂质,适合于要求不高的分析工作。

1.2.3 试剂的基础知识

1. 试剂的规格与选用

1)化学试剂的规格

化学试剂的规格以其所含杂质多少划分,一般可分为 4 个等级,见表 1-2。

表 1-2 化学试剂的规格

等 级	名 称	英 文 名 称	符 号	标 签 标 志
一等品	优级纯(保证试剂)	guaranteed reagent	GR	绿色
二等品	分析纯(分析试剂)	analytical reagent	AR	红色
三等品	化学纯	chemical reagent	CP 或 P	蓝色
	实验试剂	laboratorial reagent	LP	棕色等
四等品	生物试剂	biological reagent	BR 或 CR	黄色等

2)选用试剂的一般原则

试剂应根据工作的具体要求合理选用,注意节约。既不要盲目追求高纯度,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性。

在一般分析工作中,通常使用 AR 级试剂。此外,有基准试剂、色谱纯试剂、光谱纯试剂等。基准试剂的纯度相当于或高于优级纯试剂,在滴定分析中用于直接法配制标准溶液或用于标定标准溶液;色谱纯试剂在最高灵敏度下无杂质峰出现;光谱纯试剂专门用于光谱分析,以光谱分析时出现的干扰谱线的数目及强度来衡量,即其杂质含量用光谱分析法时已测不出或其杂质含量低于某一限度。选用试剂的一般原则如下。

(1)滴定分析中配制滴定溶液,一般选用分析纯试剂配制,再用基准试剂进行标定。某些情况下(例如对分析结果精度要求不是很高的实验),也可以用优级纯或分析纯试剂代替基准试剂。滴定分析中所用其他试剂一般为分析纯试剂。

(2)仪器分析实验一般使用优级纯试剂或专用试剂,测定微量或超微量成分时应选用高纯试剂。色谱分析中配制流动相一般用色谱纯试剂。

(3)指示剂的纯度往往不太明确,除少数标明如“分析纯”、“试剂四级”外,经常只写明“化学试剂”、“企业标准”或“部颁暂行标准”等。若等级不明,一般只可作化学纯试剂使用。

另外,在分析工作中,选择试剂纯度除了要与所用方法相当外,其他如实验用水、操作器皿等也要与之相适应。若试剂都选用一级的,则不宜使用普通的蒸馏水,而应使用经两次蒸馏制得的重蒸馏水,所用器皿的质量要求也比较高。

2. 化学试剂的使用和保管

1)试剂的使用

(1)取用试剂时应注意保持清洁,瓶塞不许随意放置,取用后应立即盖好密封,切不可“张

冠李戴”,多余的试剂不应倒回试剂瓶内,以防试剂被沾污或变质。

(2)固体试剂用洁净、干燥的小勺取用。取强碱性试剂后的小勺应立即洗净,以免被腐蚀。

(3)用吸管吸取试剂溶液时,绝对不能将未经洗净的吸管插入试剂瓶中取用。

(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;绝对不能在试剂瓶中装入不是标签所写的试剂,因为这样往往造成差错;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;书写标签最好用碳素墨水,以免日久褪色,并将标签贴在试剂瓶的2/3高度处。

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

2) 试剂的保管

试剂的保管在实验室中是一项十分重要的工作,试剂因保管不善而变质失效,不仅是一种浪费,而且会使分析工作失败,甚至引起事故。一般的化学试剂应保存在通风良好、洁净、干燥的房间里,防止被水分、灰尘和其他物质沾污。同时,根据试剂性质的不同应有不同的保管方法。

(1)容易侵蚀玻璃而影响试剂纯度的试剂,如氢氟酸、含氟盐(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、高锰酸钾、草酸、铋酸钠等)、与空气接触易被逐渐氧化的试剂(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),均应放在棕色瓶中并置于冷暗处。

(3)吸水性强的试剂,如无水碳酸钠、苛性碱、过氧化钠等应严格密封(蜡封)。

(4)相互易作用的试剂,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),应分开储存在阴凉通风、不受阳光直射的地方。

(5)剧毒试剂,如氰化钾、氰化钠、三氧化二砷、二氯化汞等,应特别注意,须由专人妥善保管,严格做好记录,取用时须办理一定手续,以免发生事故。

(6)极易挥发并有毒的试剂,可放在通风橱内,当室温较高时,可在冷藏室内保存。

1.3 实验数据的记录和实验报告

1.3.1 测量数据的取舍

在多次重复测试时,常会发现某一数据与平均值的偏差大于其他所有数据,这在统计学上称为离群值或异常值。这个离群值可能由过失误差引起,也可能由偶然误差引起,但不能任意取舍,须借用统计学方法进行科学的判断。如是过失误差引起的,应舍弃,否则应保留。 Q 检验法是分析实验中确定离群值最为常用的一种方法,其优点是直观性强和计算简便。

设有 n 个数据,其递增的顺序为 $x_1, x_2, \dots, x_n$,其中 x_1 或 x_n 可能为离群值。当测量数据不多($n=3\sim 10$)时,定义

$$Q = \frac{|x_{\text{离群}} - x_{\text{相邻}}|}{x_{\text{max}} - x_{\text{min}}}$$

具体检验步骤:①将各数据按递增顺序排列;②计算最大值与最小值之差;③计算离群值

与相邻值之差;④计算 Q 值;⑤根据测定次数和要求的置信度,查表 1-3 得到 $Q_{表}$ 值。若计算的 Q 值大于 $Q_{表}$ 值,则该离群值是由过失误差造成的,应予舍弃;否则,应保留。

表 1-3 不同置信度下的 $Q_{表}$ 值

测定次数 n	3	4	5	6	7	8	9	10
$Q(90\%)$	0.94	0.76	0.64	0.56	0.51	0.47	0.44	0.41
$Q(95\%)$	0.97	0.84	0.73	0.64	0.59	0.54	0.51	0.49
$Q(99\%)$	0.99	0.93	0.82	0.74	0.68	0.63	0.60	0.57

1.3.2 有效数字及其运算规则

在科学实验中,要得到准确的测量结果,不仅要准确地测定各种数据,而且要正确地记录和计算。分析结果的数值不仅表示试样中被测成分含量的多少,而且反映了测定的准确程度。要记录和处理实验数据,就需要先了解有效数字的概念。

1. 有效数字

有效数字是指在分析工作中实际上能测量到的数字。其位数由全部准确数字和最后一位可疑数字组成,作用是既能表示数值的大小,又能反映测量的精度。例如:称量记录 18.573 4 g,显然使用的是万分之一(即精确度为 0.1 mg)分析天平,物品质量为 $18.573\ 4\pm0.000\ 2\text{ g}$,有 6 位有效数字;滴定液体积记录 24.41 mL,表明滴定管的一次读数误差是 $\pm0.01\text{ mL}$,消耗标准溶液体积为 $24.41\pm0.02\text{ mL}$,有 4 位有效数字。

同时,有效数字的位数直接与测定的相对误差有关。例如,称得某物质量为 0.518 0 g,它表示该物实际质量是 $0.518\ 0\pm0.000\ 2\text{ g}$,其相对误差为

$$\pm\frac{0.000\ 2}{0.518\ 0}\times100\%=\pm0.04\%$$

如果称得该物记录为 0.518 g,则表示该物实际质量是 $0.518\pm0.002\text{ g}$,其相对误差为

$$\pm\frac{0.002}{0.518}\times100\%=\pm0.4\%$$

由此表明,在测量准确度范围内,有效数字位数越多,测量也越准确。但超过测量准确度范围,过多的位数是毫无意义的。

2. 运算规则

1) 数字修约规则

按运算法则确定有效数字的位数后,舍入多余的尾数,称为数字修约。其基本原则如下。

(1)四舍六入五成双 测量值中被修约的那个数小于或等于 4 时,舍弃。大于或等于 6 时,进位。等于 5 时,分三种情况讨论:若“5”的后面尾数全部是“0”,当“5”的前面是奇数时,进位,如 $12.215\ 00\rightarrow12.22$;若“5”的后面尾数全部是“0”,当“5”的前面是偶数时,舍弃,如 $12.225\ 00\rightarrow12.22$;若“5”的后面尾数不全是“0”,无论“5”的前面是奇数还是偶数,均进位,如 $12.215\ 10\rightarrow12.22$, $12.225\ 01\rightarrow12.23$ 。

(2)一次修约 只允许对原测量值一次修约至所需位数,不能分次修约。如 2.234 9 修约为 3 位数时,不能先修约成 2.235,再修约为 2.24,只能一次修约成 2.23。

(3)多一位修约 当数值首位大于或等于 8 时,有效数字可多算一位;在大量数据运算时,为防止误差迅速累积,对参加运算的所有数据可先多保留一位有效数字,待运算后,再将结果

修约成与最大误差数据相当的位数。

(4)标准偏差修约 修约标准偏差和 RSD 时,在大多数情况下,取 1 位有效数字即可,最多取 2 位。

2)运算法则

根据加减法传递绝对误差、乘除法传递相对误差的规则,在进行数据处理时运算法则如下。

(1)加减法 当几个数据相加或相减时,其和或差的有效数字的保留,以小数点后位数最少(即绝对误差最大)的数据为依据。例如 0.012 1、25.64 及 1.057 82 三数相加,因 25.64 中的 4 已是可疑数字,则三者之和为 $0.012 + 25.64 + 1.058 = 26.71$ 。

(2)乘除法 几个数据相乘除时,积或商的有效数字的保留,以其中相对误差最大的那个数,即有效数字位数最少的那个数为依据。如求 0.012 1、25.64 和 1.057 82 三数之积,第一个数是 3 位有效数字,其相对误差最大,应以此数据为依据,确定其他数据的位数,然后相乘,则 $0.012 1 \times 25.64 \times 1.058 = 0.328$ 。

(3)在对数运算中,所取对数位数应与真数有效数字位数相等。

(4)在所有计算式中,常数 π 、 e 的数值以及乘除因子 3、1/2 等的有效数字位数,可认为无限制,即在计算过程中,根据需要确定位数。

1.3.3 实验数据的采集、处理

实验过程中的各种测量数据及有关现象,应及时、准确而清楚地记录下来。记录实验数据时,要有严谨的科学态度,要实事求是,切忌夹杂主观因素,不能随意拼凑和伪造数据。实验中的每一个数据都是测量结果,所以重复测量时,即使数据完全相同,也应记录下来。在实验过程中,如果发现数据算错、测错或读错而需要改动,可将数据用一横线划去,并在其上方写上正确的数字。

记录实验数据和计算结果应保留几位数字是一件很重要的事,不能随便增加或减少位数。表示分析结果应反映客观事实,需与所用的分析方法和测量仪器的准确程度一致。

用分析天平称量时,要求记录至 0.000 1 g;滴定管及移液管的读数,应记录至 0.01 mL;用分光光度计测量溶液吸光度时,现代仪器可记录至 0.001 的读数。

分析化学中还经常遇到 pH、lgK 等对数值,其有效数字的位数取决于小数部分数字的位数,因整数部分只说明该数的方次。例如, $\text{pH} = 12.68$, 即 $[\text{H}^+] = 2.1 \times 10^{-13} \text{ mol/L}$, 其有效数字为 2 位,而不是 4 位。

实验过程中涉及的各种特殊仪器的型号和标准溶液浓度等,也应及时准确记录下来。

学生要有专门的实验报告本,标上页码,不得撕去任何一页。实验数据应按要记在实验记录本或实验报告本上。绝不允许将数据记在单页纸上、小纸片上,或随意记在其他地方。

1.3.4 实验报告的基本格式

实验完毕,要及时而认真地写出实验报告,并在离开实验室前或指定时间内交给老师。实验报告一般包括以下内容。

(1)实验名称和日期。

(2)目的要求。

(3)基本原理 简要地用文字和化学反应式说明,如标定和滴定反应的方程式或基准物和

指示剂的选择,试剂浓度和分析结果的计算公式等。

(4)操作步骤 简明扼要写出。

(5)数据记录。

(6)实验数据处理 应用文字、表格、图形,将数据表示出来,根据实验要求计算出分析结果、实验误差大小等。

(7)问题讨论 对实验教材上的思考题和实验中观察到的现象,以及产生误差的原因进行讨论和分析,以提高自己分析问题和解决问题的能力。

实验报告的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,其他内容则可在实验过程中,以及实验完成后填写、计算和撰写。

第2章 分析化学实验的基本操作

2.1 分析天平及其基本操作

分析天平是进行定量分析的最重要的精密仪器之一,正确使用分析天平是分析工作的前提。分析天平种类较多,在此介绍目前实验室常用的电光分析天平和电子分析天平。

2.1.1 电光分析天平

1. 原理及构件

电光分析天平根据杠杆原理设计制造。实验室中常见的半自动电光分析天平的构造如图2-1所示。

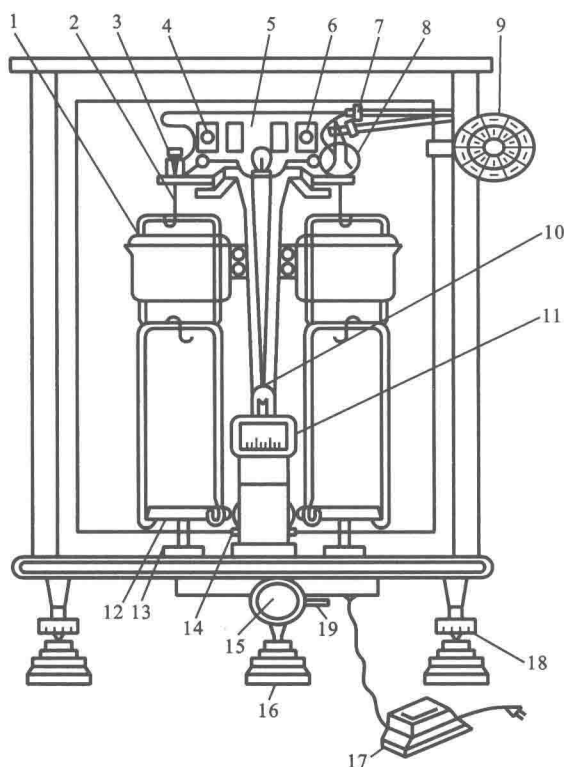


图 2-1 半自动电光分析天平

1—空气阻尼器;2—挂钩;3—吊耳;4、6—平衡砣;5—横梁;7—环码钩;8—环码;9—指数盘;10—指针;
11—投影屏;12—秤盘;13—盘托;14—光源;15—旋钮;16—脚垫;17—变压器;18—螺旋脚;19—拨杆

(1)天平箱 天平箱起保护天平的作用,另外在称量时,减小外界温度、空气流动、人的呼吸等的影响。称量时应随时关门。箱下装有三只脚,前面两只脚是螺旋脚,用于调整天平水平位置,三只脚都放在脚垫中。

(2)支柱和水平泡 支柱是金属做的中空圆柱,下端固定在天平底座中央,支撑着天平横梁。在支柱上装有水平泡,借螺旋脚调节天平放置水平。

(3)天平横梁 天平横梁是天平的主要部件,多用质轻坚固、膨胀系数小的铝铜合金制成,起平衡和承载物体的作用。梁上装有三棱形的玛瑙刀,其中一个装在正中的称为中刀或支点刀,刀口向下,另外两个与中刀等距离地分别安装在梁的两端,称为边刀或承重刀,刀口向上。三个刀口必须完全平行且位于同一水平面上。

(4)吊耳和秤盘 吊耳挂在两个边刀上,下面挂有秤盘。TG-328A 型全自动天平,左盘加砝码,右盘放被称物。TG-328B 型半自动天平,左盘放被称物,右盘放砝码。

(5)空气阻尼器 空气阻尼器由两个特制的金属圆筒构成,外筒固定在支柱上,内筒比外筒略小,悬于挂钩下,两筒间隙均匀,没有摩擦。当梁摆动时,左右阻尼器的内筒也随着上下移动,使筒内外空气的压力不一致,产生抵制膨胀和压缩的力,即产生抑制梁摆动的力。这样,筒内空气阻力使之很快停摆达到平衡,以加快称量速度。

(6)盘托和升降枢 为了使秤盘在不载重时稳定,或在称量时防止梁倾斜过度,在盘下装有盘托;要使天平横梁支撑起来进行称量时,应用旋钮控制升降枢。

(7)平衡砣和拨杆 在梁的上部两端各装有一个平衡砣(螺丝),用来调节天平的零点。在旋钮旁有一根拨杆,可用于微调天平零点。

(8)砝码和环码 半自动电光分析天平 1 g 以下 10 mg 以上的环码由指数盘操纵,如 TG-328B 型:砝码采用 1、2、2*、5 组合系统,每盒放有 1、2、2*、5、10、20、20*、50、100(g)共 9 个砝码,环码采用 1、1*、2、5 方式组合,从前向后依次悬挂的环码是 10、10*、20、50、100、100*、200、500(mg),通过指数盘带动操纵杆加减环码。全自动电光天平的砝码及环码全部由指数盘操纵,如 TG-328A 型的全部砝码悬挂在机械加码器上。

(9)指针和感量螺丝 指针固定在梁的正中,下端的后面有一块刻有分度的标牌,借以观察天平横梁倾斜程度。指针上装有感量螺丝,用来调节梁的重心,以改变天平的灵敏度。可根据指针判断轻重:指针向左偏,左盘轻;指针向右偏,右盘轻。

(10)光学读数装置 在指针下端装有一个透明的微分标尺,后面用灯光照射,标尺经透镜放大 10~20 倍,再由反射镜反射到投影屏上,直接读出 10 mg 以下的质量。可根据投影屏上标尺移动方向判断轻重:标尺光屏向左移动,左盘重;向右移动,右盘重。

2. 基本操作

(1)称量 将物品放在秤盘上,估计物品大致质量,加砝码及环码,缓慢打开天平旋钮,根据指针或标尺移动方向判断两边秤盘轻重;关闭天平旋钮,加减环(砝)码(由大到小,折半加减),直至打开天平旋钮时指针停留在标尺范围内。

(2)读数 将砝码、环码、标尺读数累加,并记录(如 21.234 4 g),即为物品质量。

2.1.2 电子分析天平

1. 原理、构件及功能

电子分析天平(图 2-2)根据电磁力平衡原理设计制造,是最新一代的天平。

电子分析天平用弹簧片取代电光分析天平的玛瑙刀口作支承点,用差动变压器取代升降枢装置,用数字显示替代刻度指针指示,具有使用寿命长、性能稳定、操作简便和灵敏度高的特点。电子分析天平具有自动校正、自动去皮、超载指示和故障报警等功能以及质量电信号输出功能,可与打印机、计算机联用。