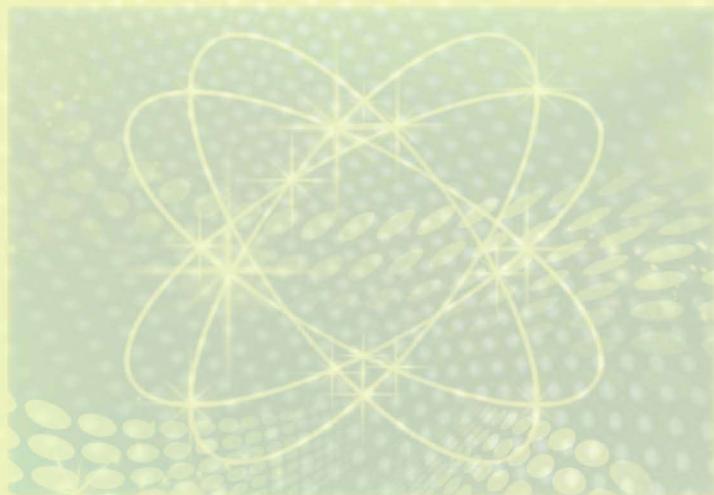


# 分析化学

第2版

主编 刘燕娥



第四军医大学出版社



“十二五”职业教育国家规划教材  
经全国职业教育教材审定委员会审定  
供高职高专药学类专业及相关医学专业使用

# 分析化学

第2版

主编 刘燕娥  
副主编 张小林 叶桦珍 李兆君 秦伟  
编者 (按姓氏笔画排序)  
王乃毅 (山西职工医学院)  
叶桦珍 (福建卫生职业技术学院)  
田大年 (宁夏医科大学公共卫生学院)  
白慧云 (长治医学院)  
刘燕娥 (山西职工医学院)  
李兆君 (宁夏医科大学高职学院)  
张小林 (平凉医学高等专科学校)  
陈素娥 (山西职工医学院)  
姚祖福 (湖南医药学院)  
秦伟 (齐齐哈尔医学院)

第四军医大学出版社·西安

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学/刘燕娥主编.—2 版.—西安：第四军医大学出版社，2014. 8

“十二五”职业教育国家规划教材

ISBN 978 - 7 - 5662 - 0549 - 0

I. ①分… II. ①刘… III. ①分析化学 - 高等职业教育 - 教材 IV. ①O65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 134455 号

fenxihuaxue

# 分析化学

出版人：富 明 责任编辑：土丽艳 崔宝莹

出版发行：第四军医大学出版社

地址：西安市长乐西路 17 号 邮编：710032

电话：029 - 84776765 传真：029 - 84776764

网址：<http://press.fmmu.edu.cn>

制版：新纪元文化传播

印刷：陕西奇彩印务有限责任公司

版次：2011 年 8 月第 1 版 2014 年 8 月第 2 版第 3 次印刷

开本：787 × 1092 1/16 印张：14.5 字数：350 千字

书号：ISBN 978 - 7 - 5662 - 0549 - 0 / O · 18

定价：30.00 元

版权所有 侵权必究

购买本社图书，凡有缺、倒、脱页者，本社负责调换

# 前　　言

为全面贯彻《教育部关于“十二五”职业教育教材建设的若干意见》(教职成〔2012〕9号)等文件精神,适应现代高等职业教育的发展,根据行业发展和职业教育改革的实际需要,我们组织了具有多年从业经验及教学经验的一线教师,依据《高等职业学校专业教学标准(试行)》《药品管理法》《国家基本药物目录》和《国家非处方药目录》,对本教材进行了修订。

本次教材修订力争体现“改革创新、精益求精”的特色。以贴近现实生活、贴近药学专业、贴近工作岗位为主线,以培养学生学习兴趣和学习能力为根本,在继承传统的同时,适当引入学科前沿。在教材结构、内容取舍、编写风格上有所创新,坚持以标准为依据、以适用为目标、以借鉴为手段的编写原则,以符合学生的实际情况和专业、职业需要,体现工学结合和岗位对接。教材内容尽量与相关执业考试大纲相衔接,注重教材编写形式的创新,增加教材趣味性;注重对学生实践能力的培养,以实际的工作任务为载体,实现理论与实践的有效融合。全书按90学时编写,其中理论教学为52学时,实验教学为38学时。为方便读者使用,本教材理论部分配有多媒体教学课件。

本教材理论部分包括化学分析和仪器分析两大部分,主要内容有:定量分析误差和分析数据处理、各种经典滴定分析法、电位法与永停滴定法、紫外-可见分光光度法、经典色谱与现代色谱分析法及其他仪器分析法简介。我们对理论内容进行了适度精简,去掉一些理论性较强的知识链接,将药典中所采用的分析方法添加到新的知识链接中。实验内容分别安排在每一章的最后,主要是相应分析方法及所用分析仪器的实践操作训练,具体实验项目有各种滴定分析实验、电位法实验、永停滴定法实验、光谱分析法实验、色谱分析法实验等二十八项。

为使教材语言更具亲和力,对部分语句进行了修改,由于药典出新版、GMP新修订,还有新技术、新工艺和新材料等方面都有新发展,教材中涉及的部分内容也进行了更新。增加了三个滴定分析实验,更换了一个色谱实验,更好地体现了实验项目的基础性和可选择性,并保持与新药典的同步性。另外,对教材中存在的错误与不完善之处进行了更正与修订,在附录部分增补了弱酸、弱碱在水中的电离常数及难溶化合物的溶度积;替换和修订了表现力不强的插图;将实训更名为实验;各章节设置“课堂互动”“知识链接”“实例解析”“综合测试”模块;为提高学生思维能力和探究精神,对每章正文后的

“综合测试”模块进行了规范,统一采用单选题与多选题,重在强化学生对知识的整体理解、综合判断与实际应用能力,修正学生死记硬背的学习方式。

参与本教材编写的各位编者在编写中互勉互助,共同努力,在此表示感谢!同时,对本书所引用参考文献的作者,及在编写过程中给予大力支持的第四军医大学出版社和各编者所在院校领导,在此也深表谢意!

尽管各位编者做了最大努力,但由于水平有限和编写时间较为仓促,书中难免存在不妥之处,恳请各院校师生在使用中给予批评指正。

刘燕娥

2014年6月

# 目 录

<b>第一章 绪 论 .....</b>	( 1 )
第一节 分析化学及其作用 .....	( 1 )
第二节 分析方法的分类 .....	( 2 )
第三节 试样分析的一般程序 .....	( 3 )
第四节 分析化学的发展 .....	( 4 )
实验 电子天平使用及称量练习 .....	( 6 )
<b>第二章 误差和分析数据处理 .....</b>	( 8 )
第一节 定量分析的误差 .....	( 8 )
第二节 分析数据的处理 .....	( 14 )
<b>第三章 滴定分析法概论 .....</b>	( 22 )
第一节 概述 .....	( 22 )
第二节 基准物质与滴定液 .....	( 24 )
第三节 滴定分析的计算 .....	( 27 )
第四节 滴定分析常用仪器 .....	( 31 )
实验一 滴定分析常用仪器的洗涤及基本操作 .....	( 39 )
实验二 溶液的配制 .....	( 42 )
<b>第四章 酸碱滴定法 .....</b>	( 45 )
第一节 酸碱指示剂 .....	( 45 )
第二节 酸碱滴定曲线及指示剂的选择 .....	( 47 )
第三节 酸碱滴定液的配制和标定 .....	( 53 )
第四节 酸碱滴定法的应用示例 .....	( 54 )
第五节 非水溶液酸碱滴定法 .....	( 56 )
实验一 HCl 滴定液的标定 .....	( 59 )
实验二 氢氧化钠滴定液的标定 .....	( 61 )
实验三 药用 NaOH 的含量测定 .....	( 62 )

实验四 水杨酸钠的含量测定	( 64 )
实验五 醋酸溶液的浓度测定	( 65 )
<b>第五章 沉淀滴定法</b>	<b>( 68 )</b>
第一节 概述	( 68 )
第二节 银量法	( 68 )
第三节 应用示例	( 73 )
实验一 硝酸银滴定液的配制与标定	( 75 )
实验二 生理盐水中氯化钠的含量测定	( 76 )
<b>第六章 配位滴定法</b>	<b>( 78 )</b>
第一节 概述	( 78 )
第二节 金属离子指示剂	( 81 )
第三节 EDTA 滴定液的配制与标定	( 82 )
第四节 应用示例	( 83 )
实验一 EDTA 滴定液的配制与标定	( 85 )
实验二 硫酸锌的含量测定	( 87 )
实验三 水的总硬度测定	( 88 )
<b>第七章 氧化还原滴定法</b>	<b>( 90 )</b>
第一节 概述	( 90 )
第二节 氧化还原滴定法的指示剂	( 91 )
第三节 碘量法	( 93 )
第四节 亚硝酸钠法	( 97 )
实验一 碘滴定液的配制和标定	( 101 )
实验二 硫代硫酸钠滴定液的配制和标定	( 102 )
实验三 维生素 C 的质量分数测定	( 103 )
<b>第八章 电位分析法与永停滴定法</b>	<b>( 105 )</b>
第一节 概述	( 105 )
第二节 直接电位法	( 108 )
第三节 电位滴定法	( 111 )
第四节 永停滴定法	( 113 )
实验一 溶液 pH 值的测定	( 117 )
实验二 磺胺嘧啶的含量测定	( 119 )

<b>第九章 紫外 - 可见分光光度法 .....</b>	( 121 )
第一节 光谱分析法概述 .....	( 121 )
第二节 紫外 - 可见分光光度法的基本原理 .....	( 124 )
第三节 紫外 - 可见分光光度计 .....	( 128 )
第四节 分析条件的选择 .....	( 131 )
第五节 定性与定量分析方法 .....	( 133 )
实验一 吸收曲线的绘制 .....	( 137 )
实验二 微量铁的含量测定(比色法) .....	( 138 )
实验三 维生素 B <sub>12</sub> 注射液的定性鉴别及含量测定 .....	( 140 )
<b>第十章 色谱法概述与经典液相色谱法 .....</b>	( 142 )
第一节 色谱法概述 .....	( 142 )
第二节 经典液相色谱法 .....	( 145 )
实验一 纸色谱法分离鉴定氨基酸 .....	( 153 )
实验二 薄层色谱法分离鉴定复方磺胺甲噁唑片 .....	( 155 )
<b>第十一章 气相色谱法 .....</b>	( 157 )
第一节 概述 .....	( 157 )
第二节 基本原理 .....	( 158 )
第三节 气相色谱固定相 .....	( 161 )
第四节 气相色谱检测器 .....	( 163 )
第五节 分离操作条件的选择 .....	( 165 )
第六节 定性与定量分析 .....	( 167 )
实验一 无水乙醇中微量水分的测定 .....	( 173 )
实验二 法莫替丁中残留溶剂甲醇的含量测定 .....	( 175 )
<b>第十二章 高效液相色谱法 .....</b>	( 177 )
第一节 概述 .....	( 177 )
第二节 基本原理 .....	( 178 )
第三节 分离条件的选择 .....	( 180 )
第四节 高效液相色谱仪的结构及操作方法 .....	( 182 )
第五节 应用与示例 .....	( 185 )
实验一 高效液相色谱仪色谱柱参数的测定 .....	( 188 )
实验二 高效液相色谱法测定肌苷注射液的含量 .....	( 190 )

第十三章 其他仪器分析法简介 .....	( 193 )
第一节 红外分光光度法简介 .....	( 193 )
第二节 荧光分光光度法简介 .....	( 197 )
第三节 核磁共振波谱法简介 .....	( 199 )
第四节 质谱法简介 .....	( 201 )
第五节 毛细管电泳分离分析法简介 .....	( 203 )
实验 维生素 B <sub>2</sub> 的含量测定(荧光分析法) .....	( 205 )
模拟测试卷 .....	( 207 )
参考答案 .....	( 210 )
参考文献 .....	( 214 )
附录 .....	( 215 )

# 第一章 絮 论

## 学习目标

- ☆ 掌握:分析化学的任务,分析方法的分类。
- ☆ 熟悉:试样分析的一般程序。
- ☆ 了解:分析化学的发展,分析化学的学习方法。

## 第一节 分析化学及其作用

分析化学(analytical chemistry)是研究物质的组成、含量、结构和形态等化学信息的分析方法及有关理论的一门科学。它是化学学科的一个重要分支。分析化学的主要任务是采用各种方法和手段,获取分析数据,确定物质体系的化学组成、测定其中有关组分的含量和鉴定体系中物质的结构和形态。

分析化学是人类认识物质世界的工具与手段,它要回答物质世界是如何组成的这样一个问题。它不仅对化学本身的发展起着重要作用,而且在整个科学技术的发展中,在国民经济建设和社会发展的各个领域都发挥着越来越重要的作用,分析化学检测技术的发展水平是衡量国家科学技术发展水平的重要标志之一。

在化学的发展过程中,分析化学对元素的发现、相对原子质量的测定、元素周期律的建立、许多化学基本定律、理论的发现和确证、物理常数的测定等都做出了重要贡献。在科学技术方面,分析化学的发展极大地促进了生命科学、材料科学、环境科学和能源科学的发展。在国民经济建设中,分析化学是工农业生产的眼睛,既是控制产品质量的保证,也是进行技术革新、科学的基础方法。在医药卫生领域,疾病的诊断、病因的调查、新药的研制、药品的质量控制、药物制剂的稳定性、生物利用度和生物等效性研究、药物代谢和药物动力学的研究、中草药有效成分的分离和测定等都离不开分析化学的理论、方法和技术。

在药学专业教育中,分析化学是一门重要的专业基础课。许多后续课程如药物分析、药物化学、天然药物化学、药剂学、药理学、天然药物学等都需要分析化学作基础。

## 第二节 分析方法的分类

分析化学的内容非常丰富,可从不同角度对分析方法进行分类。

### 一、定性分析、定量分析、结构分析和形态分析

根据分析任务的不同进行如下分类:

1. 定性分析 (qualitative analysis) 鉴定试样是由哪些元素、离子、基团或化合物组成。
2. 定量分析 (quantitative analysis) 测定试样中某些组分的含量。
3. 结构分析 (structural analysis) 研究物质的分子结构或晶体结构。
4. 形态分析 (speciation analysis) 研究物质的价态、晶态、结合态等存在状态及其含量。

### 二、无机分析和有机分析

根据分析对象不同进行如下分类:

1. 无机分析 (inorganic analysis) 分析对象为无机物,包含元素、离子、原子团或化合物的定性鉴别与含量测定。
2. 有机分析 (organic analysis) 分析对象为有机物,包含元素分析、基团分析和结构分析。



#### ZHI SHI LIAN JIE

食品分析、药物分析、钢铁分析、临床分析、土壤分析、环境分析、矿物分析等也是根据分析对象不同进行分类的。

### 三、化学分析和仪器分析

根据分析原理及操作方法的不同进行如下分类:

1. 化学分析 (chemical analysis) 是以物质的化学反应为基础的分析方法。它包括化学定性分析和化学定量分析。化学定量分析又分为重量分析和滴定分析。化学分析法具有悠久的历史,是分析化学的基本方法和基础,故又称为经典分析法。其特点是所用仪器简单,结果准确,应用范围广泛,但是灵敏度较低,分析速度较慢,只适用于常量组分的分析。
2. 仪器分析 (instrumental analysis) 是以物质的物理或物理化学性质(在化学变化中的物理性质)为基础的分析方法,由于测量物质的物理性质大都需要特定的分析测量仪器,故称为仪器分析法。它包括光学分析法、电化学分析法、色谱分析法等。因为



课堂互动  
化学分析与仪器分析的根本区别是什么?各有什么特点?

仪器分析法是在化学分析法的基础上发展起来的,所以又称为现代分析法。其特点是灵敏、快速、准确、易于自动化,所以发展迅速,应用广泛。但是有些仪器价格昂贵,不易普及,其准确度也不如化学分析法高,在分析测量时,同时需要化学分析法做辅助。

#### 四、常量分析、半微量分析、微量分析和超微量分析

根据分析试样用量多少的不同进行如下分类,见表 1-1。

表 1-1 各种分析方法的试样用量

分析方法	试样质量	试液体积
常量分析	> 0.1g	> 10ml
半微量分析	0.1 ~ 0.01g	10 ~ 1ml
微量分析	10 ~ 0.1mg	1 ~ 0.01ml
超微量分析	< 0.1mg	< 0.01ml

无机定性分析,多采用半微量分析法。化学定量分析,一般采用常量分析法。而仪器分析法,大多属于微量分析和超微量分析。

根据待测组分的含量高低,粗略地分为常量组分( $> 1\%$ )分析、微量组分( $0.01\% \sim 1\%$ )分析及痕量组分( $< 0.01\%$ )分析。注意该分类法与按试样用量分类法的不同,有时痕量成分的分析,取试样在千克以上。



#### 知识链接

按照分析方法所起作用不同可分为例行分析与仲裁分析。例行分析是指一般实验室在日常生产或工作中的分析,又称常规分析。仲裁分析是指不同单位对分析结果有争议时,要求某仲裁单位(如药检所、质检所等)用法定方法,进行仲裁的分析。

### 第三节 试样分析的一般程序

试样分析的一般程序包括取样、试样的制备、试样的定性分析、试样的定量分析、试样分析结果的报告。

#### 一、取样

在实际分析工作中,需要从大批待检物料中取极少的部分作为试样,其分析结果还必须能反映待检物料总体的组成,所以取样的基本原则是具有代表性。应根据分析对象的不同,采用科学取样法,如液体样品、气体样品、固体样品的取样具体要求与方法是不同的。

## 二、试样的制备

一般情况下,所取试样不能直接进行分析,必须按照一定的步骤将试样制备成适于分析测定的溶液形式,并将试样中的干扰组分分离。

1. 试样的分解 将所取试样制成溶液,首选溶解法,选用适当的溶剂将试样溶解,常用的溶剂有水、酸、碱、有机溶剂等四类。如果试样难溶于上述各种溶剂,再采用熔融法,即先加入固体熔剂在高温下使试样中的组分转化成易溶于水或酸的化合物,然后再用合适的溶剂溶解。

2. 干扰组分的分离 制备好的试样溶液,如果组成比较复杂,而且共存的其他组分会对待测组分的分析测定产生干扰,这时就需要将干扰组分分离出去,一般的分离方法有沉淀法、挥发法、萃取法、色谱法等。

## 三、试样的定性分析

对试样进行定性鉴别,确定试样的组成。实际分析工作中,大多数试样的待测组分是已知的,一般不做定性鉴别,直接做定量分析。

## 四、试样的定量分析及结果表示

根据试样的组成、待测组分的性质及含量范围,选择合适的定量分析方法进行含量测定。其分析结果的表示可采用不同的表示方法,固体试样中被测组分的含量以质量分数表示;液体试样中被测组分的含量通常以物质的量浓度、质量浓度、体积分数、体积质量分数等表示;气体试样中被测组分的含量通常以体积分数等表示。

一个完整的分析结果不仅要写出含量测定的平均值,还要注明其测定次数及相对平均偏差等。

# 第四节 分析化学的发展

分析化学是在人们认识自然、改造自然的过程中发生与发展的。它是一门古老的科学,其起源可以追溯到古代炼金术。16世纪出现了第一个使用天平的试金实验室,使分析化学开始具有科学的内涵。20世纪以来,由于现代科学技术的发展,分析化学的发展经历了三次巨大的变革。第一次变革,发生在20世纪30年代,溶液的四大平衡理论的建立奠定了经典分析化学的理论基础;第二次变革发生在20世纪40—60年代,光谱分析、极谱分析等仪器分析法的出现催生了现代分析化学;从20世纪70年代末至今,分析化学正在经历第三次变革,以计算机应用为主要标志的信息时代的来临,尤其是生命科学、环境科学、材料科学的发展,对分析化学的要求不再局限于“有什么”和“有多少”,而是要提供多维的化学信息,如物质的形态、精细结构、空间排列构型,对化学活性物质和生物活性物质等进行瞬时跟踪监测和过程监控等,分析化学不仅在光谱分析、色谱分析、电化学分析、联用技术等领域有了长足的进展,而且分析的内容和范围在不断扩大和深入,发展了多种新型分析技术与手段,如微区分析、表面及逐层分析、无损分析、遥测

分析、在线分析、追踪分析等等。

当前分析化学面临的主要任务是进一步提高分析方法的灵敏度、准确度和选择性，提高分析速度及自动化、智能化水平，最大可能地获取复杂体系的时空多维综合信息，既要满足当代科学技术发展对分析化学的要求，又要吸收当代科学技术发展的最新成果，利用物质一切可以利用的性质，建立分析化学的新方法与新技术。

分析化学是当代最富有活力的学科之一。分析化学涉及内容非常广泛，本课程重点介绍分析化学中常用的化学分析法与仪器分析法的基本理论与基本操作技能。通过本课程的学习，学生不仅能掌握分析方法的有关理论与操作技能，而且能掌握分析化学的学习方法，目的在于训练学生具备科学思维，养成严谨的科学态度、实事求是的工作作风，提升学生的诚信品质、敬业精神与责任意识，牢固树立量的概念与质量观，提高学生发现问题、提出问题、解决问题的能力，为学生今后的继续学习与发展奠定基础。

## 综合测试

### 一、单项选择题

1. 按照分析对象分类分析化学可分为
  - A. 无机分析与有机分析
  - B. 仪器分析与化学分析
  - C. 定性分析与定量分析
  - D. 常量分析与微量分析
2. 鉴定物质的结构属于
  - A. 定量分析
  - B. 结构分析
  - C. 定性分析
  - D. 化学分析
3. 样品分解首选的方法是
  - A. 酸溶解或碱溶解
  - B. 水溶解
  - C. 有机溶剂溶解
  - D. 熔融
4. 试样分析的最后一个程序是
  - A. 取样
  - B. 试样制备
  - C. 定性与定量分析
  - D. 分析结果报告
5. 分析化学的第二次变革发生在
  - A. 16世纪
  - B. 20世纪30年代
  - C. 20世纪40—60年代
  - D. 20世纪70年代末至今

### 二、多项选择题

1. 仪器分析法的特点是
  - A. 灵敏
  - B. 快速
  - C. 准确
  - D. 适合于常量分析
2. 下列分析方法称为经典分析法的是
  - A. 滴定分析
  - B. 光谱分析
  - C. 色谱分析
  - D. 重量分析
3. 化学分析法的不足是
  - A. 分析灵敏度较低
  - B. 分析准确度较低
  - C. 分析速度较慢
  - D. 分析方法不易广泛普及
4. 分析化学的任务是
  - A. 确定试样的组成
  - B. 测定试样中某些组分的含量
  - C. 研究物质的分子结构或晶体结构
  - D. 研究物质的存在形式与状态



## 实验 电子天平使用及称量练习

### ● 实验目的

- 学会正确使用电子天平。
- 掌握直接称量法和递减称量法的操作。
- 熟悉固定质量称量法的操作。

### ● 实验用品

电子天平(0.1mg)、台秤(0.1g)、小烧杯(50ml)、锥形瓶(250ml)、称量瓶、干燥器、小药勺、小纸带、小纸片、手套。

$K_2Cr_2O_7$ (AR)。

### ● 实验内容与步骤

1. 在教师指导下观察电子天平的结构,了解其工作原理,明确其各功能键的名称与作用,掌握电子天平的基本操作方法。

#### 2. 用直接称量法称量空称量瓶的质量

调水平,开机,预热,开启显示屏,仪器自检,显示0.0000g。从干燥器中用纸带夹住干燥洁净的空称量瓶取出,放在天平盘上,记录显示屏显示的空称量瓶质量 $m_0$ 。

#### 3. 用递减称量法称取固体 $K_2Cr_2O_7$ 样品3份

将空称量瓶从天平盘上取出,放在台秤左盘上,打开瓶盖,将其也放在台秤左盘上,用小药匙加入适量 $K_2Cr_2O_7$ 样品(大约是0.3g的三倍,即1g左右)于称量瓶中,盖上瓶盖,将盛有 $K_2Cr_2O_7$ 样品的称量瓶放入电子天平盘中,显示屏显示数字稳定后,按去皮键回零。

将称量瓶从天平盘上取出,在锥形瓶(或小烧杯)上方,打开称量瓶盖,倾斜瓶身,用瓶盖轻敲称量瓶口外缘,使样品慢慢落入锥形瓶中,当敲出的样品接近总量的三分之一时,缓缓直立称量瓶,同时用瓶盖轻轻敲击瓶口,使粘在瓶口的样品回落到瓶底,盖好称量瓶盖,放入天平盘中,记录显示屏显示负值的绝对值 $m_1$ ,即倒出的第一份样品的质量。按去皮键回零。

依上述方法将称量瓶中样品量的二分之一敲落在第二只锥形瓶中,再次记录显示器显示负值的绝对值 $m_2$ ,按去皮键回零。最后将称量瓶中剩余的样品敲落在第三只锥形瓶中,记录显示屏显示负值的绝对值 $m_3$ 。

#### 4. 用固定质量称量法称取 $K_2Cr_2O_7$ 样品0.3000g

将干燥洁净的表面皿放在天平盘上,按去皮键回零,用小药匙逐渐添加(轻轻抖落) $K_2Cr_2O_7$ 样品,直到显示屏上显示0.3000g时停止抖落,称量结束。如果抖落过量,应先关闭天平,取出过量样品,直到符合指定质量为止。

### ● 实验注意事项

1. 电子天平是最新一代的天平,是根据电磁力平衡原理设计制造的,直接称量,不需要砝码,称量物放上天平盘后,几秒钟内即可达到平衡,显示读数。

2. 不同型号的电子天平操作方式略有差异(可参阅使用说明书),一般操作程序是:调水平;开机、预热;开启显示屏,仪器自检,显示称量模式,清零(去皮清零);称量;称量完毕,关闭显示屏,关闭电源。

3. 在称量过程中,不要让手指直接触及称量物品,如称量瓶及瓶盖、小烧杯、表面皿等,需戴手套或用小纸带夹取。

4. 直接称量法主要用于称取固体物品的质量,或一次称取一定质量的样品。被称量物品性质稳定,不易吸湿、不挥发。称量时将待称量物品直接放在天平盘上称量物品的质量。

5. 递减称量法用于称量一定质量范围的样品或试剂。样品或试剂易吸水、易氧化或易与  $\text{CO}_2$  等反应时,可选择此法。称量时样品放在带盖的称量瓶中,可防止样品吸水、氧化,也便于称量。由于称取样品的质量是由两次称量之差求得,故称递减称量法。

6. 固定质量称量法用于称量固定质量的试剂(如基准物质)或样品。这种称量操作的速度很慢,适于称量不易吸潮、在空气中能稳定存在的粉末状或小颗粒(最小颗粒应小于 0.1mg,以便容易调节其质量)样品。

### ② 实验记录与数据处理

1. 空称量瓶的质量: $m_0 =$

2. 递减称量法称  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  样品质量: $m_1 =$        $m_2 =$        $m_3 =$

3. 固定质量称量  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  样品质量: $m_4 = 0.3000\text{g} \pm 0.0001\text{g}$

### ② 实验思考与体会

1. 读取天平显示屏数值时为什么必须关上天平门?

2. 去皮键的作用有哪些?

(刘燕娥)

# 第二章 误差和分析数据处理

## 学习目标

- ☆ 掌握:准确度和精密度的概念及关系,有效数字的表示方法和运算规则。
- ☆ 熟悉:系统误差和偶然误差的产生原因和表示方法,提高分析结果准确度的方法,分析结果的一般表示方法。
- ☆ 了解:统计学在分析数据处理中的应用。

实验与测量是人类认识和改造客观世界的重要手段,定量分析正是人类这一活动的很好体现。定量分析的目的就是通过实验测定试样中被测组分的准确含量,但由于实际测定过程分析方法、测量仪器、试剂和分析人员等主客观因素的限制,可能会出现测量结果与真实值不完全一致的情形,这种差别在数值上的表现就是误差。即使是技术娴熟的分析工作者,使用最精密的仪器,用同一种可靠的分析方法对同一试样进行多次测量,也不能得到完全一致的分析结果。这说明误差是客观存在,难以避免的,任何测量结果都不可能绝对准确。

## 第一节 定量分析的误差

### 一、误差的类型

根据误差产生的原因和性质,可将其分为系统误差和偶然误差两大类。

#### (一) 系统误差

系统误差(systematic error)也称为可测误差(determinate error),它是由分析过程中某些确定的原因造成的,对分析结果的影响比较固定。根据系统误差的来源可分为:

1. 方法误差 是由于分析方法本身的某些不足所引起的误差。通常对测定结果影响较大。例如,在滴定分析中,受指示剂种类限制所选指示剂变色点和化学计量点不完全一致。

2. 仪器误差 是由于所使用仪器本身不够准确或未经校准所引起的误差。如天平两臂不等长,滴定管、容量瓶、移液管等刻度不够准确等,在使用过程中会使测定结果产生误差。

3. 试剂误差 是由于所用试剂不纯或蒸馏水中含有微量杂质而引起的误差。如使用的试剂中含有微量的待测组分或存在干扰杂质等。