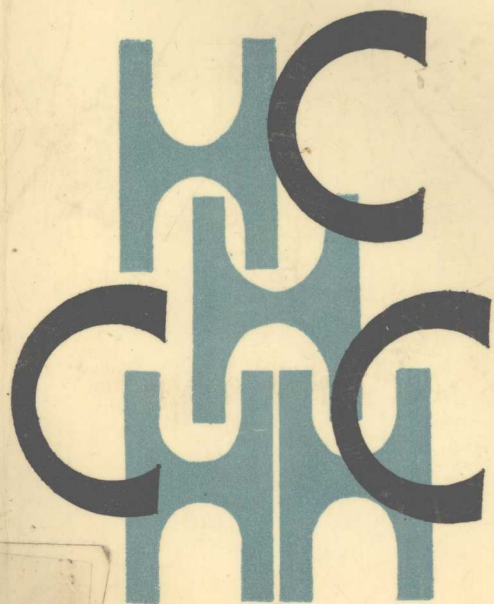


高等学校教材

分析化学实验

中山大学化学系

陈焕光 林如城 张大经主编



中山大学出版社

内 容 简 介

本书共分四部分：第一部分介绍分析化学实验的基本知识；第二部分是定性分析，编有8个定性分析实验；第三部分介绍定量分析仪器及基本操作；第四部分为定量分析实验，包括分析天平、酸碱滴定法、络合滴定法、氧化还原滴定法、沉淀滴定法、重量分析法、分光光度法、计算机的应用和分析方案设计等实验34个，其中两个是文献实验。

本书可供理科、师范等各类大专院校作教材，也可供从事分析工作的技术人员参考。

分析化学实验

中山大学化学系

陈焕光 林如城 张大经

责任编辑：徐镜昌

封面设计：方楚娟

绘 图：刘叔伦

•

中山大学出版社出版发行

广东省新华书店经销

韶关新华印刷厂印刷

•

787×1092毫米 16开本 10.875印张 1插页 27.3万字

1991年8月 第1版 1991年8月第1次印刷

印数：1~2000册

登记证号(粤)第11号

ISBN 7—306—00413—1/O·32

定价：2.95元

前 言

近几年来,我们总结了我们的分析化学基础课教学小组的多年教学实践经验,并参考了1985年11月在武汉制定的《分析化学和分析化学实验教学大纲(草案)》,以及国内外一些较新的有关教材,先后编写了《分析化学实验》和《新编分析化学实验》两本讲义用于教学。本书是以上述讲义为蓝本,经补充修订而成的。

考虑到本书为我校化学系、生物系及地学院等有关专业通用,同时也可为其他院校的有关专业选用,因而所编实验内容稍多一些,有些实验还可适应复杂或简单试样的分析,各专业可根据各自的要求和实验室的条件作适当取舍。

本书主要想在如何有利于培养学生的实验能力方面进行一些探索。

本书对分析化学基本操作安排有比较全面和足够的练习内容,包括观看基本操作录像,对天平使用和滴定分析基本操作还尝试制订出较明确的考核标准(实验十)。

对于实验步骤的叙述,开头的一些实验比较详细,甚至附有实验报告示例;以后则一般写得比较简单,有些细节留给学生思考,甚至有些实验步骤要求学生自己拟订。

在定性分析实验中,硫化氢(以硫代乙酰胺代替)系统分析是重要内容。我们适当精简了验证性的基本分析反应和系统分析的内容,而从第一个实验开始就穿插了一些研究性质的小试验、分析方案设计和简单未知物分析,希望这样可以克服“照方配药”的毛病,促使学生主动思考问题,学得活。

对于定量分析实验,在选题方面,既考虑了配合分析化学理论教学的典型性,同时也注意到实用性,并适当将一些适于教学的我系科研新成果改编成实验(实验十四、二十九、三十和三十一)。此外,还安排了分析方案设计(实验三十二),以及几个在不同程度上带有研究性质的机动实验(实验八、十四、二十和二十六)。

我们希望这样的尝试,会使学生不仅学到分析化学实验的知识,而且有利于培养学生解决分析化学实际问题以及进行科学实验的初步能力。

教材末尾选编的两个文献实验,取材于80年代美国的大学分析化学教材。选编文献实验的目的在于让学生了解国外分析化学实验的现状,也有利于提高学生学习专业外语的兴趣。这两个实验,既可作为教学实验,也可作为课外读物。

在本书编写过程中,得到了我校教务处、化学系和分析化学教研室的有关负责同志,以及分析化学基础课教学小组的同志们们的热情鼓励 and 大力支持。我省有关院校及分析界的专家也提出了不少宝贵意见。我国分析化学界老前辈陈永兆教授对本书的编写,一直给予关怀和指导。本书承容庆新教授和陈淑群副教授审阅,并具体提出了许多宝贵的意见。在此一并表示感谢。

由于我们水平有限,本书难免有不少缺点或错误,希望专家和读者批评指正。

编 者

1991年2月

目 录

分析化学实验课的目的、要求与考核	(1)
第一部分 分析化学实验的基本知识	(5)
一、玻璃器皿的洗涤及洗液的配制和使用	(5)
二、试剂、溶液的浓度及其配制	(6)
三、实验数据及分析结果的表达	(9)
四、实验室安全知识	(12)
第二部分 定性分析	(13)
一、半微量定性分析的预备知识	(13)
(一) 常用仪器及主要操作技术	(13)
(二) 试液和试剂	(20)
(三) 如何做好定性分析实验	(20)
二、实验部分	(22)
实验一 阳离子第 I 组(银组)的分析	(22)
实验二 阳离子第 II 组(铜锡组)的分析	(25)
实验三 阳离子第 III 组(铁组)的分析	(29)
实验四 阳离子第 IV 组(钙组)、V 组(钠组)的分析	(33)
实验五 阳离子第 I ~ V 组的分析	(37)
实验六 常见阴离子的分析	(38)
实验七 未知易溶盐的定性分析	(42)
实验八 合金的定性分析	(42)
第三部分 定量分析仪器及基本操作	(46)
一、分析天平	(46)
二、滴定分析仪器及基本操作	(53)
三、重量分析基本操作	(61)
四、分光光度法常用仪器及基本操作	(67)
第四部分 定量分析实验	(72)
一、定量分析基本操作训练	(72)
实验一 天平称量及滴定分析基本操作(观看教学录像片)	(72)
实验二 分析天平称量练习	(72)
实验三 滴定分析基本操作练习	(74)

实验四 容量仪器的校准(称量法和相对校准法)	(76)
二、酸碱滴定法实验	(79)
实验五 食醋中总酸量的测定	(79)
实验六 金属材料酸洗液中游离酸的测定	(81)
实验七 硫酸铵含氮量的测定(甲醛法)	(83)
实验八 不同强度酸(HAc、 H_3BO_3)的滴定及指示剂的选择	(85)
实验九 混合碱的分析(双指示剂法)	(87)
实验十 实验操作考查(HCl溶液浓度的标定)	(89)
三、络合滴定法实验	(89)
实验十一 水的总硬度的测定	(89)
实验十二 铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	(92)
实验十三 络合滴定法测定铝(合金或铝盐等)	(94)
实验十四 金属指示剂的研究——5-Br-PADAT作为络合滴定指示剂的研究	(96)
四、氧化还原滴定法实验	(100)
实验十五 石灰石中钙的测定(高锰酸钾法)	(100)
实验十六 水中化学耗氧量(COD)的测定	(102)
实验十七 维生素C含量的测定(直接碘量法)	(104)
实验十八 碘量法测定铜(铜合金或铜盐)	(106)
实验十九 重铬酸钾-无汞盐法测定铁矿石中铁的含量	(109)
实验二十 氧化-还原滴定的一些条件试验	(111)
五、沉淀滴定法实验	(113)
实验二十一 可溶性氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	(113)
实验二十二 氯化物中氯含量的测定(法扬司法)	(115)
六、重量分析法实验	(116)
实验二十三 重量分析基本操作(观看教学录像片)	(116)
实验二十四 $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ 中钡的测定(硫酸钡重量法)	(116)
实验二十五 钢铁中镍含量的测定(丁二酮肟镍重量法)	(120)
七、分光光度法实验	(122)
实验二十六 邻二氮菲分光光度法测定铁的条件试验和络合物组成的测定	(122)
实验二十七 邻二氮菲分光光度法测定微量铁	(124)
实验二十八(一) 生(铸)铁、钢铁中磷含量的测定(磷钼蓝吸光光度法)	(125)
实验二十八(二) 土壤中有效磷的比色测定	(127)
实验二十九 分光光度法测定人发中硫的含量	(129)
实验三十 5-Br-PADAP分光光度法测定废水中微量铬	(130)
八、计算机的应用实验	(132)
实验三十一 计算机在分析化学中的一些应用	(132)
九、设计实验	(139)
实验三十二 分析方案设计	(139)
十、文献实验	(140)
EXPERIMENT 1 Complex Formation Titrations with EDTA—Determination of Magnesium, Calcium and Water Hardness	(140)
EXPERIMENT 2 Titration with Potassium Dichromate—Determination of Iron in an Ore	(144)

附表		(148)
附表 1	定性分析试剂配制法.....	(148)
附表 2	常用酸、碱溶液的密度和浓度.....	(154)
附表 3	常用指示剂.....	(154)
附表 4	常用缓冲溶液的配制.....	(157)
附表 5	常用基准物质及其干燥条件和应用.....	(158)
附表 6	常用熔剂和坩埚.....	(159)
附表 7	常用滤器及其使用.....	(160)
附表 8	常用化合物摩尔质量($\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$).....	(161)
附表 9	国际原子量表(1985年).....	(164)
附表 10	各种吸管使用方法的区别.....	(165)
附表 11	学生常用分析化学实验仪器.....	(166)
附:	期中定量分析操作考查表.....	(167)

分析化学实验课的目的、要求与考核

(一) 实验课的目的

分析化学是一门实践性很强的学科。分析化学实验课与分析化学理论课联系密切，但已经作为一门独立的课程开设，有自己的目的要求和考核办法。

分析化学实验的目的，是使学生通过实验，加深对分析化学基本理论的理解，训练学生正确地、熟练地掌握化学分析的基本操作和技能，以及分析结果的处理方法，提高学生观察、分析和解决问题的能力，培养学生实事求是的科学态度和认真、细致的良好工作作风，为学习后续课程和今后从事生产和科研打下良好的基础。

(二) 实验课的要求

为了达到上述目的，要求做到：

1. 认真预习

实验前要认真预习实验教材，并复习与实验有关的理论，通过预习，明确实验目的，领会实验原理，了解实验步骤和注意事项，做到心中有数。实验前可以先写好实验报告中的部分内容，列好表格，以便实验时及时、准确地进行记录。

2. 做好实验

遵守操作规程，不要为了贪图“方便、省事”而不按规范进行操作。仔细观察实验现象，并及时记录，如实验过程所发生的现象与教材叙述不一致，应根据实际情况忠实记录。实验中要善于思考，不要匆匆忙忙赶进度，要学习用有关的理论解释实验中的问题，如尚有疑惑，可与指导教师讨论，或写入实验报告中。要保持实验桌和整个实验室的整洁，没有洁净的良好环境，难以得到可靠的分析结果。

3. 写好实验报告

实验报告要求写得整齐、清洁、条理清晰。实验报告应包括：

- (1) 实验题目、日期；
- (2) 实验的基本原理；
- (3) 实验原始记录，包括称量、滴定体积以及实验特殊现象的记录；
- (4) 实验结果报告，可用表格形式列出并附上计算公式及演算过程；
- (5) 实验讨论，讨论实验结果的误差来源，经验教训或心得体会。

上述几项内容的繁简、取舍，应根据各个实验的具体情况而定，但只要能符合实验报告的要求，可简化的应尽量简化。特别注意要认真写好实验讨论。

报告的前四项的一些内容，如基本原理、记录表格、计算公式等，要求在实验预习时准备好，其它内容则应在实验过程中以及实验完成时填写。

(三) 实验课的考核

过去, 分析化学实验课的学习成绩, 往往只是作为分析化学理论课成绩的参考, 或者以一定比例计入分析化学课程的总分。这种考核和评分办法, 未能充分显示分析化学实验课程的重要性, 也未能直接了解学生经过实验教学训练后所达到的水平和效果。所以基础实验课程适宜独立考核评分。

根据本课程的要求, 对实验课的考核, 不能只看实验结果, 而应该综合各方面的情况, 通常包括: 实验结果(准确度与精密度), 实验操作, 实验前的小测验(检查预习情况及理论联系实际情况), 实验报告, 实验态度等, 根据各专业的不同, 可以再订出具体标准。

应该特别重视实验能力的考核。如果每个实验都要考察每个学生的各种能力, 实际上很难做到。据本实验课程的特点, 可以考虑分三次进行考核:

第一次考核: 定性实验

以实验七“未知易溶盐的定性分析”为主, 必要时参考实验八“合金的定性分析”的实验情况。主要考核定性基本操作能力、观察能力和分析问题解决问题的能力(特别是离子间的干扰与分离)。

第二次考核: 定量实验操作

具体做法按实验十“实验操作考查”进行。着重考核天平和滴定分析的基本操作。

第三次考核: 设计性实验

通过实验三十二“分析方案设计”, 考核查阅文献和方案设计的初步能力、分析问题和解决问题的能力、表达能力(实验报告)。

下面介绍两个考核用的表格: 一个是“实验能力考核评分表”, 是考核每个学生用的, 由实验指导教师评分; 另一个是“实验教学情况调查表”, 主要是检查整个实验教学情况的, 由学生填写, 由有关领导进行统计、整理、分析。从调查表可以大体了解指导教师的情况, 也可了解本课程教学的效果和存在问题, 有利于总结教学经验, 不断提高教学质量。

实验能力考核评分表

学生姓名: _____

考核项目	考核次数	优	良	及格	不及格
原来实验基础					
实验基本 操作能力	1				
	2				
	3				
	总评				
观察现象, 发现 问题的能力	1				
	2				
	3				
	总评				
查阅文献, 综合 设计能力	1				
	2				
	3				
	总评				
分析问题, 解决问题的能力	1				
	2				
	3				
	总评				
表达能力(实验数据 的处理、计算, 图表 设计及文字表达)	1				
	2				
	3				
	总评				

教师评语: (地方不够, 可写在另纸上)

总评成绩: _____

教师签名: _____

实验教学情况调查表

学生姓名: _____

调 查 项 目	优	良	及格	不及格
原来的实验基础				
实验基本操作掌握情况				
是否善于仔细观察 实验现象,发现实验 中出现的问题				
查阅文献、综合设计 的能力				
分析问题、解决问题 的能力				
表达能力(对实验 数据处理、计算,图表 设计,实验报告表达)				
你对教师指导实验 是否满意?				
你对教师批改实验 报告是否满意?				
你对实验课的考核 方式是否满意?				
自评实验课成绩				

意见和建议:(地方不够,可写在另纸上)

1. 做过的实验中,哪些实验给你的印象最深?哪些实验效果最差?原因何在?
2. 上完实验课后,你觉得收获最大的是什么?
3. 对实验课有何意见和建议?

第一部分 分析化学实验的基本知识

一、玻璃器皿的洗涤及洗液的配制和使用

(一) 玻璃器皿的洗涤

本课程包括定性分析、定量分析两部分。定性实验中常用的玻璃仪器有离心试管、滴管和毛细吸管等。在半微量定性分析中离子的鉴定反应都很灵敏,所用试液的浓度及用量都较小,器皿内壁少量的杂质也会影响鉴定反应的结果。而在定量分析实验中,常使用量度溶液体积的玻璃器皿(简称容量器皿),如容量瓶、滴定管、移液管、吸量管等。如果这些容量器皿的内壁不干净,则直接影响测量体积的准确程度和产生杂质离子的影响,引入测量误差。因此为了保证分析结果的准确性和良好的精密度,在分析实验中,必须保持所使用的玻璃器皿的清洁。

洗净的玻璃器皿应该内、外清洁透明,而且水沿器壁流下后,均匀润湿,不挂水珠。

洗涤玻璃仪器要根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度等来选用洗涤剂。一般来说,附着在仪器上的污物有尘土和其它不溶性物质、可溶性物质、有机物等。一般用自来水和试管刷刷洗可除去仪器上的尘土、不溶性物质和可溶性物质;用去污粉、肥皂和合成洗涤剂可以洗去油污和有机物质。也就是说,一般的玻璃器皿如烧杯,离心试管等先用自来水冲洗,再用去污粉或肥皂水刷洗,接着用自来水冲洗,最后用少量蒸馏水洗2~3次。如还不能洗净,可以根据污垢的性质选用适当的洗液来洗涤。

带刻度的容量器皿如容量瓶、吸量管、滴定管等,为了保证容积的准确性,不宜用试管刷刷洗,应选用适当的洗液来洗,具体办法如下:

1. 移液管和吸量管的洗涤

为了使量出的溶液体积准确,要求管内壁和管下部的外壁不挂水珠。先用自来水冲洗,再用洗耳球吹出管内残留的水,然后将移液管尖插入洗液瓶内,再用洗耳球将洗液缓缓吸入移液管球部或吸量管全管约1/4处,用右手食指堵住移液管上口,将移液管横置,左手托住没沾洗液的下端,右手指松开,平转移液管,使洗液润洗内壁,然后将洗液由上口放回原瓶,再用自来水充分冲洗,最后用蒸馏水涮洗内壁2~3次即可。

2. 容量瓶的洗涤

先用自来水涮洗内壁,倒出水后,内壁如不挂水珠,即可用蒸馏水涮洗备用,否则必须用洗液洗。用洗液之前,将瓶内残留的水倒出,装入约15 mL洗液,转动容量瓶,使洗液润洗内壁后,将其倒回原瓶,用自来水充分冲洗,最后用蒸馏水涮洗2~3次即可。

3. 滴定管的洗涤

滴定管分酸式和碱式两种。一般用自来水冲洗，零刻度线以上部位可用毛刷蘸洗涤剂刷洗，零刻度线以下部位如不干净，则采用洗液洗(碱式滴定管应除去乳胶管，用橡胶乳头将滴定管下口堵住)。少量的污垢可装入约 10 mL 洗液，双手平托滴定管的两端，不断转动滴定管，使洗液润洗滴管内壁，操作时管口对准洗液瓶口，以防洗液外流。洗完后，将洗液分别由两端放出。如果滴定管太脏，可将洗液装满整根滴定管浸泡一段时间。为防止洗液流出，在滴定管下方可放一烧杯。最后用自来水、蒸馏水洗净。

另外，光度法中所用的比色皿，是用光学玻璃制成的，也不能用毛刷刷洗，通常用合成洗涤剂或硝酸(1+1)洗涤后，再用自来水冲洗干净，然后用蒸馏水润洗 2~3 次。

(二) 洗液的配制和使用

1. 铬酸洗液(重铬酸钾的浓硫酸溶液)

铬酸洗液常用来洗涤不宜用毛刷刷洗的器皿，可洗油脂及还原性污垢。配制方法是称 10 g 工业用 $K_2Cr_2O_7$ 固体于烧杯中，加入 20 mL 水，加热溶解后，冷却，在搅拌下慢慢加入 200 mL 浓 H_2SO_4 ，溶液呈暗红色，贮存于玻璃瓶中备用。因浓硫酸易吸水，应用磨口玻璃塞子塞好。由于铬酸洗液是一种酸性很强的强氧化剂，腐蚀性很强，易烫伤皮肤，烧坏衣物，且铬有毒，所以使用时要注意安全，注意事项如下：

(1) 使用洗液前，必须先将仪器用自来水和毛刷刷洗，倾尽水，以免洗液稀释后降低洗液的效率。

(2) 用过的洗液不能随意乱倒，应倒回原瓶，以备下次再用。当洗液变为绿色($K_2Cr_2O_7$ 被还原成 Cr^{3+} 离子)表示洗液失效，必须重新配制。而失效的洗液绝不能倒入下水道，只能倒入废液缸内，另行处理，以免造成环境的污染。

2. 合成洗涤剂

可用洗衣粉或洗洁精配成 0.1~0.5% 的水溶液，适合于洗涤被油脂或某些有机物沾污的容器。此洗液也可反复使用多次。

3. 还原性洗涤液

用以洗涤氧化性物质，如二氧化锰可用草酸的酸性溶液(10 g 草酸溶于 100 mL 20% 的 HCl 溶液中)洗涤。

4. 硝酸洗涤液

比色皿被沾污时，可用(1+1)或(1+2)的硝酸泡洗。

以上介绍了四种分析实验室常用的洗液，使用时要根据实际情况选择合适的洗液。

二、 试剂、溶液的浓度及其配制

(一) 试剂

实验室所用的试剂，常按其纯度分为若干等级(见表1-1)。在实验中，可根据需要选择适当等级的试剂。对于一般分析工作，通常要求使用分析纯试剂。

表 1-1 试剂的规格和适用范围

级别	名称	英文名称	符号	适用范围	标签标志
一级品	优级纯 (保证试剂)	Guaranteed reagent 优级纯	G. R.	纯度很高, 适用于精密分析工作	绿色
二级品	分析纯	Analytical reagent 分析纯	A. R.	纯度仅次于一级品, 适用于多数分析工作	红色
三级品	化学纯	Chemically pure	C. P.	纯度比二级品差些, 适用于一般化学实验	蓝色
四级品	实验试剂	Laboratorial reagent	L. R.	纯度较低, 适用于作实验辅助试剂	棕色或其它颜色

此外, 还有光谱纯试剂(符号 S.P.)、基准试剂、色谱纯试剂等作专门用途的试剂。光谱纯试剂主要用作光谱分析中的标准物质。基准试剂用于直接配制标准溶液。色谱纯试剂主要用作色谱分析中的标准物质。

在分析工作中, 除注意选择纯度相当的试剂外, 实验用水都应使用蒸馏水或去离子水。蒸馏水是经过蒸馏除去不挥发性杂质后的水; 去离子水是经过离子交换树脂处理净化后的水。对于某些要求较高的分析工作, 还要用经两次蒸馏制得的重蒸馏水。

(二) 溶液浓度的表示法

在分析工作中所用的溶液可分为两类: 一类溶液只具有大致的浓度, 苟称一般溶液, 如一般用的酸、碱、盐的溶液, 指示剂溶液, 缓冲溶液, 沉淀剂、洗涤剂 and 显色剂等溶液; 另一类溶液具有准确的浓度, 如各种标准溶液等。

在分析实验室中, 溶液的组成的量度(过去习惯叫溶液的浓度)常用下列几种表示法:

1. 物质的量浓度(简称浓度)

其定义是物质B的物质的量 $n(B)$ 除以溶液的体积 V , 其国际符号为 $c(B)$, 即

$$c(B) = \frac{n(B)}{V}$$

在化学中常用的单位为 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ (或 mol/L)。标准写法如 $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。但在行文中为了简明, 往往写作“ $0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ NaOH}$ 溶液”, 此时的“ NaOH ”表示物质的量浓度的“基本单元”。在分析化学中, 应用最多的是物质的量浓度。

2. 物质的质量浓度

符号为 $\rho(B)$ 。其定义是: 物质B的质量浓度 $\rho(B)$ 是物质B的质量除以溶液的体积。单位为 g/L 、 mg/L 、 g/mL 、 mg/mL 、 $\mu\text{g/mL}$ 。吸光光度法的标准溶液常用这种表示法。

3. 质量百分数

符号为 $\omega(B)$, 单位为%, 习惯上常用 $W/W\%$ 表示。对于溶液, 质量百分数 $\omega(B)$ 表示

100g 溶液中所含溶质B的克数。各种原装酸或氨水常用这种表示法,例如36%的浓盐酸。元素的分析结果也通常以此形式表示。

4. 体积百分数

符号为 $\varphi(B)$,单位为%,习惯上常用 $V/V\%$ 表示。溶质为液体时可用此形式表示,即以100 mL 溶液中所含液体溶质B的毫升数来表示。例如,5%盐酸是由5 mL 浓盐酸用水稀释到100 mL而得。

5. 质量-体积百分浓度

习惯上常用 $W/V\%$ 来表示。溶质为固体时可用此表示法,即以100 mL 溶液中所含溶质的克数来表示。在实验中,如果溶液的浓度不要求十分准确,常近似地以溶剂的毫升数来代替溶液的毫升数。例如,0.2%二甲酚橙溶液,是以0.2 g 二甲酚橙溶于100 mL 水中;15%亚硝酸钴钠溶液,是以15 g 亚硝酸钴钠溶于100 mL 水中。

6. 体积比浓度

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

上述第1~4种表示法符合国家法定计量单位;第5、6种表示法虽不是法定计量单位,但目前在分析实验室中仍然被广泛应用。

(三) 一般溶液的配制

一般溶液的浓度不需要十分准确。配制时固体试剂用架盘药物天平称量,称量的器皿通常用表面皿或烧杯;液体试剂及溶剂用量筒量取。有时,溶液的体积还可根据所用的烧杯、试剂瓶的容积等来估计。

称出的固体试剂,于烧杯中先用适量水溶解,再稀释至所需的体积。试剂溶解时若有放热现象,或以加热促使溶解,应待冷却后,再转入试剂瓶中。配好的溶液,应马上贴好标签,注明溶液的名称、浓度和配制日期。

有一些易水解的盐,配制溶液时,需加入适量酸,再用水或稀酸稀释。有些易被氧化或还原的试剂,常在使用前临时配制,或采取措施,防止氧化或还原。

易侵蚀或腐蚀玻璃的溶液,不能盛放在玻璃瓶内,如氟化物应保存在聚乙烯瓶中,装苛性碱的玻璃瓶应换成橡皮塞,最好也盛于聚乙烯瓶中。

配制指示剂溶液时,需称取的指示剂量往往很少,这时可用分析天平称量,但只要读取两位有效数字即可;要根据指示剂的性质,采用合适的溶剂,必要时还要加入适当的稳定剂,并注意其保存期;配好的指示剂一般贮存于棕色瓶中。

配制溶液时,要合理选择试剂的级别,不要超规格使用试剂,以免造成浪费。

经常并大量使用的溶液,可先配制成使用浓度的10倍的储备液,需要用时取储备液稀释10倍即可。

(四) 标准溶液的配制和标定

标准溶液通常有两种配制方法:

1. 直接法

用分析天平准确称取一定量的基准试剂,溶于适量的水中,再定量转移到容量瓶中,用水稀释至刻度。根据称取试剂的质量和容量瓶的体积,计算它的准确浓度。

基准试剂(即基准物质)应具备下列条件:

- (1) 试剂的组成与其化学式完全相符;
 - (2) 试剂的纯度应足够高(一般要求纯度在 99.9% 以上), 而杂质的含量应少到不致于影响分析的准确度;
 - (3) 试剂在通常条件下应该稳定;
 - (4) 试剂参加反应时, 应按反应式定量进行, 没有副反应。
- 常用的基准物质见附表 5。

2. 标定法

实际上只有少数试剂符合基准试剂的要求。很多试剂不宜用直接法配制标准溶液, 而要用间接的方法, 即标定法。在这种情况下, 先配成接近所需浓度的溶液, 然后用基准试剂或另一种已知准确浓度的标准溶液来标定它的准确浓度。

在实际工作中, 特别是在工厂实验室, 还常采用“标准试样”来标定标准溶液的浓度。“标准试样”含量是已知的, 它的组成与被测物质相近。这样标定标准溶液浓度与测定被测物质的条件相同, 分析过程中的系统误差可以抵消, 结果准确度较高。

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。如果溶液浓度有了改变, 必须重新标定。对于不稳定的溶液应定期标定。

三、实验数据及分析结果的表达

(一) 实验记录

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, 决不能随意拼凑和伪造数据。

实验过程中涉及到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。

记录实验过程中的测量数据时, 应注意其有效数字的位数。用分析天平称量时, 要求记录至 0.0001 g; 滴定管及吸量管的读数, 应记录至 0.01 mL; 用分光光度计测量溶液的吸光度时, 如吸光度在 0.6 以下, 应记录至 0.001 的读数, 大于 0.6 时, 则要求记录至 0.01 读数。

实验记录上的每一个数据, 都是测量结果, 所以, 重复观测时, 即使数据完全相同, 也应记录下来。

进行记录时, 对文字记录, 应整齐清洁。对数据记录, 应用一定的表格形式, 这样就更为清楚明白。

现以重量法测定试样中 SO_4^{2-} 含量时, 对其数据的记录为例列于表 1-2 中, 以供参考。

表 1-2 重量法测定 SO_4^{2-} 记录示例

项 目	编 号	1	2	3
m_1 (空坩埚恒重)/g	第一次灼烧	20.7925	22.8311	21.2488
	第二次灼烧	20.7926	22.8311	21.2482 21.2483
	第三次灼烧			21.2483
m_2 (试样 + 称瓶)/g		27.6115	27.2185	26.8263
m_3 (倾出样品后试样 + 称瓶)/g		27.2185	26.8263	26.4323
m_4 (样品)/g		0.3930	0.3922	0.3940
m_5 (坩埚 + BaSO_4 恒重)/g	第一次灼烧	21.4294	23.4920	21.8865
	第二次灼烧	21.4296	23.4674	21.8866
	第三次灼烧		23.4672	
m_6 (BaSO_4)/g		0.6370	0.6361	0.6383

(二) 分析数据的处理

为了衡量分析结果的精密度,一般对单次测定的一组结果 $x_1, x_2, \dots, x_n$, 计算出算术平均值 $\bar{x}$ 后, 应再用平均偏差、相对平均偏差、标准偏差和相对标准偏差表示出来。其算术平均值为

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n} = \frac{\sum x_i}{n}$$

平均偏差为

$$\bar{d} = \frac{|x_1 - \bar{x}| + |x_2 - \bar{x}| + \dots + |x_n - \bar{x}|}{n} = \frac{\sum |x_i - \bar{x}|}{n}$$

相对平均偏差为

$$\bar{d}_{\text{相}} = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\%$$

标准偏差为

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

相对标准偏差(也叫变动系数)为

$$\frac{s}{\bar{x}} \times 100\% \text{ (或 } 1000\text{‰)}$$

分析化学实验中,得到一组数据($x_1, x_2, \dots, x_n$)后,若某一数据与其他数据相差很远,这一数据称为可疑值或极端值。对这一可疑值是保留还是舍弃,可用下面两种常用的分析数据取舍方法进行处理。

1. $4\bar{d}$ 法

$4\bar{d}$ 法又称四倍平均偏差法。根据正态分布规律，偏差超过 $\pm 3\sigma$ 的个别测定值的概率小于 0.3%，故这一测定值通常可以舍去。已知 $\delta = 0.80\sigma$ ， $3\sigma \approx 4\delta$ ，即偏差超过 $\pm 4\delta$ 的个别测定值可以舍去。对于少量实验数据，只能用 s 代替 σ ，用 $\bar{d}$ 代替 δ ，故粗略地可以认为，偏差大于 $\pm 4\bar{d}$ 的个别测定值可以舍去。

应用 $4\bar{d}$ 法判断可疑值的取舍时，首先将这组数据中的可疑值删去，求出其余数据的平均值 $\bar{x}$ 和平均偏差 $\bar{d}$ ，然后将可疑值(即极值)和平均值 $\bar{x}$ 比较，如果可疑值与 $\bar{x}$ 值的绝对差值大于 $4\bar{d}$ ，则可疑值应舍去，否则应保留。

2. Q 检验法

Q 检验法是根据统计规律，利用不同置信度下得到的 Q 值表进行检验的。检验时，由下面两个公式计算 Q 值，与 Q 值表(表 1-3)中在一定置信度下的 Q 值比较决定取舍，检验最小值 x_1 时的公式

$$Q = \frac{x_2 - x_1}{x_n - x_1}$$

检验最大值 x_n 时的公式

$$Q = \frac{x_n - x_{n-1}}{x_n - x_1}$$

一组数据 $x_1, x_2, \dots, x_{n-1}, x_n$ 由小到大按顺序排列。当用上面公式计算的 Q 值大于 Q 值表中的值时，说明此极值是不到该置信度的水平，因此应予舍去。

表 1-3 Q 值表

检验对象	检验公式	n	$Q_{0.90}$	$Q_{0.95}$	$Q_{0.99}$
最小值 x_1	$Q = \frac{x_2 - x_1}{x_n - x_1}$	3	0.94	0.98	0.99
		4	0.76	0.85	0.93
		5	0.64	0.73	0.82
		6	0.56	0.64	0.74
最大值 x_n	$Q = \frac{x_n - x_{n-1}}{x_n - x_1}$	7	0.51	0.59	0.68
		8	0.47	0.54	0.63
		9	0.44	0.51	0.60
		10	0.41	0.48	0.57