



全国普通高等中医药院校药学类专业“十三五”规划教材
(第二轮规划教材)

供药学类、中药学类、制药工程及相关专业使用

分析化学实验

(第2版)

主编◎池玉梅



中国健康传媒集团
中国医药科技出版社

全国普通高等中医药院校药学类专业“十三五”规划教材（第二轮规划教材）

分析化学实验

（第2版）

（供药学类、中药学类、制药工程及相关专业使用）

主 编 池玉梅

副主编 许光明 张玉萍 贺吉香

黄荣增 陈 丽

编 者 （以姓氏笔画为序）

韦国兵（江西中医药大学）

任 波（成都中医药大学）

刘 芳（湖南中医药大学）

池玉梅（南京中医药大学）

许光明（湖南中医药大学）

杨 蕾（南京中医药大学翰林学院）

张玉萍（天津中医药大学）

张浩波（甘肃中医药大学）

陈 丽（福建中医药大学）

孟庆华（陕西中医药大学）

贺吉香（山东中医药大学）

黄荣增（湖北中医药大学）

韩疏影（南京中医药大学）

韩魏丽（山西中医药大学）

薛 璇（安徽中医药大学）



中国健康传媒集团
中国医药科技出版社

内 容 提 要

本教材是“全国普通高等中医药院校药学类专业‘十三五’规划教材（第二轮规划教材）”之一，依照教育部相关文件精神，根据本专业教学要求和课程特点，结合《中国药典》和相关执业考试要求编写而成。全书共分五章，分别介绍了分析化学实验基础知识、分析化学实验基本操作、化学分析实验、仪器分析实验、综合及设计性实验。其中包括 26 个化学分析实验（含 34 个备选实验内容）、30 个仪器分析实验（含 35 个备选实验内容）、13 个综合性实验与 5 个设计性实验。此外，书末附录中还介绍了分析化学实验常用表、常见分析仪器操作规程等内容。

本教材实用性强，主要供全国普通高等院校药学类、中药学类、制药工程及相关专业使用，也可作为医药行业考试与培训的参考用书。

图书在版编目（CIP）数据

分析化学实验 / 池玉梅主编. —2 版. —北京：中国医药科技出版社，2018. 8

全国普通高等中医药院校药学类专业“十三五”规划教材（第二轮规划教材）

ISBN 978 - 7 - 5214 - 0255 - 1

I. ①分… II. ①池… III. ①分析化学 - 化学实验 - 中医学院 - 教材 IV. ①O652. 1

中国版本图书馆 CIP 数据核字（2018）第 097862 号

美术编辑 陈君杞

版式设计 诚达誉高

出版 中国健康传媒集团 | 中国医药科技出版社

地址 北京市海淀区文慧园北路甲 22 号

邮编 100082

电话 发行：010 - 62227427 邮购：010 - 62236938

网址 www. cmstp. com

规格 889 × 1194mm $\frac{1}{16}$

印张 11 $\frac{1}{2}$

字数 272 千字

初版 2014 年 8 月第 1 版

版次 2018 年 8 月第 2 版

印次 2018 年 8 月第 1 次印刷

印刷 三河市潮河印业有限公司

经销 全国各地新华书店

书号 ISBN 978 - 7 - 5214 - 0255 - 1

定价 28.00 元

版权所有 盗版必究

举报电话：010 - 62228771

本社图书如存在印装质量问题请与本社联系调换

全国普通高等中医药院校药学类专业“十三五”规划教材（第二轮规划教材）

编写委员会

主任委员 彭 成（成都中医药大学）

副主任委员 朱 华（广西中医药大学）

杨 明（江西中医药大学）

冯卫生（河南中医药大学）

刘 文（贵阳中医学院）

彭代银（安徽中医药大学）

邱智东（长春中医药大学）

委 员 （以姓氏笔画为序）

王 建（成都中医药大学）

文红梅（南京中医药大学）

邓 赟（成都中医药大学）

池玉梅（南京中医药大学）

严 琳（河南大学）

杨 云（云南中医学院）

杨武德（贵阳中医学院）

李小芳（成都中医药大学）

吴 虹（安徽中医药大学）

吴启南（南京中医药大学）

何 宁（天津中医药大学）

张 梅（成都中医药大学）

张朔生（山西中医药大学）

陈振江（湖北中医药大学）

周长征（山东中医药大学）

郑里翔（江西中医药大学）

胡 明（四川大学）

郭 力（成都中医药大学）

容 蓉（山东中医药大学）

巢建国（南京中医药大学）

蒋桂华（成都中医药大学）

傅超美（成都中医药大学）

裴 瑾（成都中医药大学）

王诗源（山东中医药大学）

尹 华（浙江中医药大学）

史亚军（陕西中医药大学）

许 军（江西中医药大学）

严铸云（成都中医药大学）

杨怀霞（河南中医药大学）

李 峰（山东中医药大学）

李学涛（辽宁中医药大学）

吴培云（安徽中医药大学）

吴锦忠（福建中医药大学）

张 丽（南京中医药大学）

张师愚（天津中医药大学）

陆兔林（南京中医药大学）

金传山（安徽中医药大学）

周玖瑶（广州中医药大学）

赵 骏（天津中医药大学）

夏厚林（成都中医药大学）

郭庆梅（山东中医药大学）

康文艺（河南大学）

彭 红（江西中医药大学）

韩 丽（成都中医药大学）

曾 南（成都中医药大学）

全国普通高等中医药院校药学类专业“十三五”规划教材（第二轮规划教材）

出版说明

“全国普通高等中医药院校药学类‘十二五’规划教材”于2014年8月至2015年初由中国医药科技出版社陆续出版，自出版以来得到了各院校的广泛好评。为了更新知识、优化教材品种，使教材更好地服务于院校教学，同时为了更好地贯彻落实《国家中长期教育改革和发展规划纲要（2010-2020年）》《“十三五”国家药品安全规划》《中医药发展战略规划纲要（2016-2030年）》等文件精神，培养传承中医药文明，具备行业优势的复合型、创新型高等中医药院校药学类专业人才，在教育部、国家药品监督管理局的领导下，在“十二五”规划教材的基础上，中国健康传媒集团·中国医药科技出版社组织修订编写“全国普通高等中医药院校药学类专业‘十三五’规划教材（第二轮规划教材）”。

本轮教材建设，旨在适应学科发展和食品药品监管等新要求，进一步提升教材质量，更好地满足教学需求。本轮教材吸取了目前高等中医药教育发展成果，体现了涉药类学科的新进展、新方法、新标准；旨在构建具有行业特色、符合医药高等教育人才培养要求的教材建设模式，形成“政府指导、院校联办、出版社协办”的教材编写机制，最终打造我国普通高等中医药院校药学类专业核心教材、精品教材。

本轮教材包含47门，其中39门教材为新修订教材（第2版），《药理学思维导图与学习指导》为本轮新增加教材。本轮教材具有以下主要特点。

一、教材顺应当前教育改革形势，突出行业特色

教育改革，关键是更新教育理念，核心是改革人才培养体制，目的是提高人才培养水平。教材建设是高校教育的基础建设，发挥着提高人才培养质量的基础性作用。教材建设以服务人才培养为目标，以提高教材质量为核心，以创新教材建设的体制机制为突破口，以实施教材精品战略、加强教材分类指导、完善教材评价选用制度为着力点。为适应不同类型高等学校教学需要，需编写、出版不同风格和特色的教材。而药学类高等教育的人才培养，有鲜明的行业特点，符合应用型人才培养的条件。编写具有行业特色的规划教材，有利于培养高素质应用型、复合型、创新型人才，是高等医药院校教育教学改革的体现，是贯彻落实《国家中长期教育改革和发展规划纲要（2010-2020年）》的体现。

二、教材编写树立精品意识，强化实践技能培养，体现中医药院校学科发展特色

本轮教材建设对课程体系进行科学设计，整体优化；对上版教材中不合理的内容框架进行适当调整；内容（含法律法规、食品药品标准及相关学科知识、方法与技术等）上吐故纳新，实现了基础学科与专业学科紧密衔接，主干课程与相关课程合理配置的目标。编写过程注重突出中医药院校特色，适当融入中医药文化及知识，满足21世纪复合型人才培养的需要。

参与教材编写的专家以科学严谨的治学精神和认真负责的工作态度，以建设有特色的、教师易用、学生易学、教学互动、真正引领教学实践和改革的精品教材为目标，严把编写各个环节，确保教材建设质量。

三、坚持“三基、五性、三特定”的原则，与行业法规标准、执业标准有机结合

本轮教材修订编写将培养高等中医药院校应用型、复合型药学类专业人才必需的基本知识、基本理论、基本技能作为教材建设的主体框架，将体现教材的思想性、科学性、先进性、启发性、适用性作为教材建设灵魂，在教材内容上设立“要点导航”“重点小结”模块对其加以明确；使“三基、五性、三特定”有机融合，相互渗透，贯穿教材编写始终。并且，设立“知识拓展”“药师考点”等模块，与《国家执业药师资格考试考试大纲》和新版《药品生产质量管理规范》(GMP)、《药品经营管理质量规范》(GSP)紧密衔接，避免理论与实践脱节，教学与实际工作脱节。

四、创新教材呈现形式，书网融合，使教与学更便捷、更轻松

本轮教材全部为书网融合教材，即纸质教材与数字教材、配套教学资源、题库系统、数字化教学服务有机融合。通过“一书一码”的强关联，为读者提供全免费增值服务。按教材封底的提示激活教材后，读者可通过PC、手机阅读电子教材和配套课程资源，并可在线进行同步练习，实时反馈答案和解析。同时，读者也可以直接扫描书中二维码，阅读与教材内容关联的课程资源（“扫码学一学”，轻松学习PPT课件；“扫码练一练”，随时做题检测学习效果），从而丰富学习体验，使学习更便捷。教师可通过PC在线创建课程，与学生互动，开展在线课程内容定制、布置和批改作业、在线组织考试、讨论与答疑等教学活动，学生通过PC、手机均可实现在线作业、在线考试，提升学习效率，使教与学更轻松。此外，平台尚有数据分析、教学诊断等功能，可为教学研究与管理提供技术和数据支撑。

本套教材的修订编写得到了教育部、国家药品监督管理局相关领导、专家的大力支持和指导；得到了全国高等医药院校、部分医药企业、科研机构专家和教师的支持和积极参与，谨此，表示衷心的感谢！希望以教材建设为核心，为高等医药院校搭建长期的教学交流平台，对医药人才培养和教育教学改革产生积极的推动作用。同时精品教材的建设工作漫长而艰巨，希望各院校师生在教学过程中，及时提出宝贵的意见和建议，以便不断修订完善，更好地为药学教育事业发展和保障人民用药安全有效服务！

中国医药科技出版社

2018年6月

前 言

分析化学实验是分析化学课程的重要组成部分，旨在通过实验课程的实践训练，使学生加深理解和巩固所学的理论知识，同时可使学生正确、熟练地掌握化学分析和仪器分析的基本操作与技能，学会正确合理地选择实验条件和实验仪器，善于观察实验现象并进行实验记录，正确处理数据与表达实验结果；培养学生良好的实验习惯，实事求是的科学态度和严谨细致的工作作风，以及独立思考与分析问题、解决问题的能力。

本教材是“全国普通高等中医药院校药学类专业‘十三五’规划教材（第二轮规划教材）”之一，依照教育部相关文件精神，根据本专业教学要求和课程特点，结合《中国药典》和相关执业考试要求编写而成。全书共分五章，分别介绍了分析化学实验基础知识、分析化学实验基本操作、化学分析实验、仪器分析实验、综合与设计性实验。此外，附录中还介绍了分析化学实验常用表、仪器操作规程等内容。本教材不仅对各类、各种分析方法配备了一定量的基础实验，并且选编了一些综合性与设计性实验供选择，以期通过综合性实验的训练，使学生贯通所学理论知识；通过设计性实验的训练，在查阅资料、拟定实验方案并完成实验的过程中，使学生能够灵活应用所学分析方法。通过系列训练，使学生逐步掌握科学研究的技能和方法，为后续专业课程学习与将来工作奠定良好的基础。

本教材的编写成员均为全国普通高等中医药院校多年从事分析化学教学的教师，具有较高的学术水平和丰富的教学实践经验。此次修订，以上版教材内容为基础，对部分不合理的内容进行调整修改。本教材涉及的实验与主干教材的理论知识紧密联系，可提高学生对理论知识的理解能力，满足应用型、服务型药学人才培养需求。可作为全国普通高等院校药学类、中药学类、制药工程及相关专业的实验教学用书，也可作为医药行业考试与培训的参考用书。

在编写本教材的过程中，得到各编者所在院校的大力支持，同时参阅了相关书籍和资料，在此致以衷心地感谢。由于编写时间与编者水平所限，书中难免存在不足之处，敬请指正。

编 者
2018年6月

目 录

第一章 分析化学实验基础知识

第一节 实验课程任务和要求	1
第二节 分析化学实验一般知识	1
第三节 实验数据处理与实验报告	4

第二章 分析化学实验基本操作

第一节 分析天平及基本操作	8
第二节 分析化学实验常用玻璃器皿	11
第三节 重量分析法基本操作	13
第四节 滴定分析器皿的基本操作	15
第五节 常用分析仪器及其使用	19

第三章 化学分析实验

实验一 电光分析天平称量	27
实验二 电子分析天平称量	29
实验三 挥发重量法测定组分含量	31
实验四 沉淀重量法测定组分含量	33
实验五 滴定分析器皿使用与校准	34
实验六 滴定分析法基本操作	37
实验七 0.1mol/L NaOH 标准溶液配制与标定	39
实验八 水溶液中多元酸含量测定	41
实验九 0.1mol/L HCl 标准溶液配制与标定	42
实验十 水溶液中碱含量测定	44
实验十一 0.1mol/L HClO ₄ 标准溶液配制与标定	46
实验十二 非水酸碱滴定法测定弱碱含量	47
实验十三 银量法的标准溶液配制与标定	49
实验十四 溴化钾含量测定	51
实验十五 0.01mol/L EDTA 标准溶液配制与标定	52

实验十六	水的硬度测定	54
实验十七	0.01mol/L ZnSO ₄ 标准溶液配制与标定	56
实验十八	明(白)矾中硫酸铝钾含量测定	57
实验十九	0.1mol/L Na ₂ S ₂ O ₃ 标准溶液配制与标定	58
实验二十	间接碘量法测定胆矾中硫酸铜含量	60
实验二十一	0.05mol/L I ₂ 标准溶液配制与标定	61
实验二十二	直接碘量法测定维生素 C 含量	62
实验二十三	0.02mol/L KMnO ₄ 标准溶液配制与标定	63
实验二十四	医用过氧化氢溶液中 H ₂ O ₂ 含量测定	65
实验二十五	绿矾中硫酸亚铁含量测定	66
实验二十六	重铬酸钾法测定黑氧化铁含量	67

第四章 仪器分析实验

实验一	酸度计操作与溶液 pH 测定	69
实验二	弱酸的电位滴定	71
实验三	永停滴定法测定碘量法滴定液浓度	73
实验四	紫外-可见分光光度计操作与性能检验	75
实验五	邻二氮菲法测定微量铁含量	77
实验六	显色法测定溶液中芦丁浓度	79
实验七	KMnO ₄ 紫外-可见吸收曲线绘制与含量测定	81
实验八	丹皮酚紫外吸收曲线绘制与含量测定	83
实验九	橙皮苷紫外吸收曲线绘制与含量测定	85
实验十	双波长等吸收法测定安钠咖注射液中咖啡因含量	86
实验十一	双波长等吸收法测定复方片剂中磺胺甲噁唑含量	88
实验十二	喹啉类药物荧光光谱绘制与含量测定	90
实验十三	荧光分析法测定盐酸土霉素含量	92
实验十四	原子吸收分光光度法测定水中铜(钙与镁)含量	93
实验十五	FT-IR 分光光度计操作与性能检验	95
实验十六	固体样品红外光谱测定——KBr 压片法	96
实验十七	硅胶薄层板制备与活度测定	97
实验十八	薄层色谱法分离与鉴别药物	99
实验十九	氧化铝的活度测定	102
实验二十	柱色谱法纯化黄连生物碱	105
实验二十一	纸色谱法分离与鉴别有机酸	106
实验二十二	气相色谱仪基本操作与系统适应性试验	108
实验二十三	气相色谱法测定溶剂残留甲苯含量	110
实验二十四	气相色谱法测定合成冰片含量	112

实验二十五	高效液相色谱仪基本操作与系统适应性试验	114
实验二十六	高效液相色谱法测定溶剂残留苯含量	116
实验二十七	高效液相色谱法测定橙皮苷含量	117
实验二十八	高效液相色谱法测定黄芩苷含量	119
实验二十九	高效液相色谱法测定对乙酰氨基酚含量	120
实验三十	高效液相色谱法测定咖啡因含量	121

第五章 综合及设计性实验

实验一	食用白醋中总酸含量测定 (综合)	123
实验二	混合磷酸盐分析 (设计)	124
实验三	葡萄糖酸钙锌口服液含量测定 (设计)	124
实验四	昆布中碘含量测定 (综合)	125
实验五	水中化学耗氧量测定 (综合)	126
实验六	紫外-可见分光光度法分析维生素 B ₁₂ 质量 (综合)	128
实验七	邻二氮菲法测定铁含量的条件优化 (设计)	130
实验八	蔬菜与水果中总抗坏血酸含量测定 (综合)	131
实验九	大豆中钙、镁、铁含量测定 (设计)	132
实验十	苯系物气相色谱法定性与归一化法定量 (综合)	133
实验十一	气相色谱法分析麝香祛痛搽剂质量 (综合)	135
实验十二	程序升温法测定药物中溶剂残留量 (综合)	136
实验十三	HS-GC 法测定维生素 C 中甲醇和乙醇残留量 (综合)	137
实验十四	高效液相色谱法分析心可舒片质量 (综合)	138
实验十五	水杨酸有关物质检查与含量测定 (综合)	140
实验十六	高效液相色谱法测定维生素 B ₁₂ 含量 (设计)	141
实验十七	GC-MS 法鉴别薄荷油挥发性成分	142
实验十八	HPLC-MS 法鉴定复方中药中活性组分	143

附 录

附录 I	分析化学实验常用表	146
附录 II	常见分析仪器操作规程	152

参考文献		172
------	--	-----

第一章 分析化学实验基础知识

第一节 实验课程任务和要求

一、基本任务

分析化学 (analytical chemistry) 是研究获取物质的组成、含量、结构和形态等化学信息的分析方法及相关理论的一门科学。其主要任务是通过各种方法与手段, 获取图像、数据等相关信息用于鉴定物质体系的化学组成、测定其中有关成分的含量和确定体系中物质的结构和形态。根据分析原理可分为化学分析和仪器分析, 是理论与实验并重的一门课程, 分析化学实验课程是分析化学教学过程中十分重要的教学环节, 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类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, 激发学习兴趣和探索精神, 为后续专业课程的学习以及将来从事各专业工作打下良好的基础。

二、基本要求

- 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, 做好实验数据记录表格、查好有关数据, 以便实验时及时正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数据, 不得随意涂改甚至篡改数据; 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, 注意节约、安全。
- 3. 实验后** 实验完毕及时洗涤、清理, 做好实验室卫生; 及时处理数据、完成实验报告, 并运用所学理论知识解释实验现象, 分析实验中的问题。

第二节 分析化学实验一般知识

一、试剂的基本知识

(一) 试剂的规格与选用

- 1. 规格** 以所含杂质量划分, 化学试剂一般可分为 4 个等级, 见表 1-1。

表 1-1 化学试剂规格

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
四等品	实验试剂	Laboratorial reagent	LP	棕色等
	生物试剂	Biological reagent	BR 或 CR	黄色等

2. 一般选用原则 选用试剂时,应根据工作的具体要求合理取用,注意节约原则。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,在滴定分析法中用于直接法配制或标定标准溶液;色谱纯试剂以在最高灵敏度下无杂质峰表示;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。一般选用试剂原则如下。

(1) 配制滴定液 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(例如对分析结果要求不是很高的实验),也可以用分析纯试剂代替基准物质。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。色谱分析配制流动相一般用色谱纯试剂。

(3) 指示剂 其纯度往往不太明确,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”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适应实验方法,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,而应使用更高规格的蒸馏水,所用器皿的质量也要求比较高。

(二) 试剂使用

1. 防止污染 ①取用试剂时瓶塞不许随意放置,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,以防试剂被污染或使变质。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液体试剂用吸管吸取时,绝对不能用未经洗净的吸管插入试剂瓶中取用。

2. 正确标签 ①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。②绝对不能在试剂瓶中装入不是标签所写的试剂,因为这样往往会造成差错。③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。④书写标签最好用碳素墨水,以免日久褪色,并将标签贴于试剂瓶 2/3 处。

3. 使用适当 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,而且还可能产生副反应,得到不正确的结果。

(三) 试剂保管

试剂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、灰尘和其他物质污染。同时,根据试剂性质的不同应有不同的保管方法。

1. **浸蚀玻璃试剂** 应保存在塑料瓶或涂有石蜡的玻璃瓶中。容易浸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。

2. **不稳定试剂** 应放在棕色瓶中并置于冷暗处。常见包括:①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;②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;③易挥发的试剂,如溴、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 及乙醇等。

3. **吸湿性试剂** 吸水性强的试剂,应严格密封(蜡封)。如无水碳酸钠、苛性碱、过氧化钠等。

4. **相互作用试剂** 应分开存放。如挥发性的酸与氨、氧化剂与还原剂。

5. **易燃易爆试剂** 易燃试剂如乙醇、乙醚、苯、丙酮等;易爆炸的试剂如高氯酸、过氧化氢、硝基化合物等;应分开贮存在阴凉通风、不受阳光直射的地方。

6. **剧毒试剂** 应特别注意由专人妥善保管,严格做好记录,经一定手续取用,以免发生事故。如氰化钾、氰化钠、三氧化二砷、氯化汞等。

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

二、分析化学实验用水

分析化学实验室用水一般有蒸馏水、重蒸水、去离子水、无二氧化碳蒸馏水、无氨蒸馏水等。纯水是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。

(一) 水的规格

中华人民共和国国家标准(GB6682-92),规定了实验室用水的级别、技术指标、制备方法及检验方法,根据《分析化学实验室用水规格及试验方法》的规定,分析化学实验室用水分为三个级别,见表1-2。

表1-2 分析化学实验室用水级别及主要技术指标(GB6682-92)

项目	一级	二级	三级
pH 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	

(二) 水的选用

应根据实验对水的要求,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;大多仪器分析实验一般使用二级,如原子吸收光谱分析用水、高效液相用水等;三级水用于一般化学分析实验。

(三) 水的盛放

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(重蒸水),则需要保存在石英或聚乙烯塑料容器中。

实验室使用的蒸馏水,为保持纯净,蒸馏水瓶要随时加塞,专用虹吸管内均应保持干净。蒸馏水瓶附近不能放置浓HCl、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 等易挥发试剂,以免污染。

(四) 纯水制备方法

1. **蒸馏法** 普通蒸馏水可达到三级水的指标。由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。可除去水中非挥发性杂质，但不能除去易溶于水的气体，仍含有少量金属离子、二氧化碳等杂质。

2. 重蒸馏 重蒸水可达到二级水标准。为了获得比较纯净的蒸馏水，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）。重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，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，也简称为亚沸水或二次水。

3. 离子交换法 去离子水可达二级或一级水指标。由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而得。

去离子水纯度比蒸馏水纯度高，但对非电解质及胶体物质无效，同时会有微量有机物从树脂溶出，故可根据需要将去离子水重蒸馏得到高纯水。

4. 电渗析法 是在离子交换技术基础上发展起来的方法，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。

三、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，腐蚀性、毒性废液应倒入相应指定的废液缸内。
- (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，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、 As_2O_3 、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，残液倒入溶剂回收瓶。
- (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。

第三节 实验数据处理与实验报告

一、数据采集与处理

1. 实验记录 ①应及时、准确、清楚地记录实验过程中各种测量数据及有关现象。记录实验数据时，要有严谨的科学态度，实事求是，切忌夹杂主观因素，不能随意拼凑和伪造数据；②应记录实验中的每一个数据，即使在重复测量时，数据完全相同也应记录；③应及时准确记录实验过程中所涉及的各种仪器的型号、标准溶液浓度等。

2. 数据处理 数据不能随便增加或减少位数，记录实验数据与计算结果应保留几位数字非常重要，分析结果应反映客观事实，需与所用分析方法与测量仪器的准确程度一致。

例如，用分析天平称量时，要求记录至0.0001g；滴定管及移液管的读数，应记录至0.01ml；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。

3. 记录规范 实验数据应按要求记在实验记录本或实验报告本上。要有专门的实验报告本，标上页数，不得撕去任何一页。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，不得用铅笔记录。

4. 纠错规范 在实验过程中如果发现数据算错、测错或读错，需要改动时，可将原数据用一横线划去，在其上方写上正确数字，并在改动处签名。

二、有效数字与运算规则

在科学实验中，要得到准确的测量结果，不仅要准确地测定、正确地记录各种数据，而且还要正确地计算。分析结果的数值不仅表示试样中待测成分含量的多少，而且还反映了测定的准确程度。怎样记录与处理实验数据，需要“有效数字”的概念。

(一) 有效数字

在分析工作中实际上能测量到的数字称为有效数字，其位数由全部准确数字和最后一位可疑数字组成。有效数字既能表示数值的大小，又能反映测量的精度。例如称量记录0.4010g，是四位有效数字，使用的是万分之一（精确度0.1mg）的分析天平，可知物品质量为 (0.4010 ± 0.0002) g；如滴定液体积记录20.41ml，为四位有效数字，表明滴定管的一次读数误差是 ± 0.01 ml，消耗标准溶液体积为 (20.41 ± 0.02) ml。

同时，有效数字的位数，直接与测定的相对误差有关。例如，称得某物品为0.4010g，表示该物品实际质量是 (0.4010 ± 0.0002) g，其相对误差为：

$$\pm \frac{0.0002}{0.4010} \times 100\% = \pm 0.05\%$$

但如果称得该物品记录为0.401g，则表示该物品实际质量是 (0.401 ± 0.002) g，其相对误差为：

$$\pm \frac{0.002}{0.401} \times 100\% = \pm 0.5\%$$

由此可见，在测量准确度范围内，有效数字位数越多，测量也越准确。但是必须指出，若超过测量准确度范围，数据过多的位数毫无意义。

(二) 运算规则

1. 运算法则 根据加减法传递绝对误差、乘法传递相对误差的规则，在数据处理时，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（即绝对误差最大者）的数据为依据。例如0.0121、25.64及1.05782三数相加。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者为依据。如求0.0121、25.64和1.05782三数相乘之积。第一个数是三位有效数字，其相对误差最大，应以此数据为依据，则 $0.0121 \times 25.64 \times 1.058 = 0.328$ 。

(3) 对数运算 所取对数位数应与真数有效数字位数相等。如pH、logK等对数，其有效数字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 $[\text{H}^+] = 2.1 \times 10^{-13} \text{ mol/L}$ 其有效数字为二位，而不是四位。

2. 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 ①测量值中被修约者等于或小于4时,舍弃;②等于或大于6时进位;③等于5时,若“5”的后面尾数全部是“0”,当“5”前面是奇数时,进位,如12.21500→12.22。当“5”前面是偶数,舍弃,如12.22500→12.22。若“5”的后面尾数不全是“0”,无论“5”前面是奇数还是偶数,均进位。如12.21510→12.22,12.22501→12.23。

(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2.2349修约为三位数。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 当数值首位大于等于8时,有效数字可多算一位。

(4) 偏差修约 绝对偏差与标准偏差保留与测定结果的小数位一致;修约相对偏差和RSD时,在大多数情况下,取一位有效数字即可,最多取二位。

(5) 常数 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。

三、测量数据取舍

在重复多次测量时,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。 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,其递增顺序为 $x_1, x_2, \dots, x_{n-1}, x_n$,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,可由下式计算 Q 。

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

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 ;⑤根据测定次数和要求的置信度,查表1-3得到 $Q_{\text{表}}$ 。若计算的 Q 大于 $Q_{\text{表}}$,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 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

四、实验报告基本要求

(1) 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交给老师。

(2) 实验报告的各项内容的繁简取舍,可根据各个实验的具体情况而定,以清楚、简练、整齐为原则。

(3) 实验报告中的一些内容,如目的要求、原理、计算公式、数据记录表格等,要求在实验预习时准备好,在实验过程中及时记录实验数据,实验完成后计算并完成实验报告撰写。

附:实验报告一般包括的内容与要求

1. 实验名称和日期

2. 目的要求

3. 基本原理或实验提要 简要地用文字与化学反应说明（如标定和滴定反应的方程式或基准物和指示剂的选择），或实验设计的依据，试剂浓度和分析结果的计算公式等。
4. 实验步骤 简明扼要写出。
5. 数据记录 根据相应实验设计将实验数据记录于表格。
6. 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。