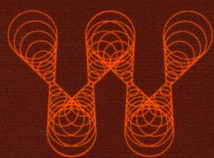


普通高等教育规划教材

分析化学实验

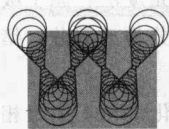


任列香 范冬梅 王中慧 主编

FENXI HUAXUE SHIYAN

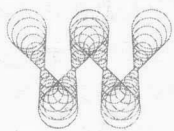


化学工业出版社



普通高等教育规划教材

分析化学实验



任列香 范冬梅 王中慧 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

《分析化学实验》重在使学生掌握定量分析的基本知识、基本理论和基本方法，掌握分析测量中的误差来源、表征及实验数据的统计处理，掌握常用的滴定分析、分离方法、吸光光度法、原子吸收、原子发射、电化学、色谱法等应用；旨在让学生建立起严格“量”的概念。本书内容分为五部分：绪论、分析实验室的一般知识、分析实验室的基本操作技术、实验内容、附录。

本书适用于高等院校化学、应用化学、材料化学、冶金工程、生物科学等化学化工类及相关专业，也可供相关企业事业技术人员阅读参考。

分析化学实验

主编 王中慧 范冬梅 任列香

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学实验/任列香, 范冬梅, 王中慧主编. —北京:
化学工业出版社, 2017. 8
普通高等教育规划教材
ISBN 978-7-122-30044-7

I. ①分… II. ①任…②范…③王… 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 (2017) 第 149325 号

责任编辑: 张双进
责任校对: 王素芹

文字编辑: 陈雨
装帧设计: 王晓宇

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: 北京云浩印刷有限责任公司

装订: 三河市瞰发装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 16½ 字数 409 千字 2017 年 9 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: 43.00 元

版权所有 违者必究

此为试读, 需要完整PDF请访问: www.ertongbook.com

分析化学实验是高等院校化学学科的一门必修基础实验课。分析化学实验包括化学分析实验和仪器分析实验两大部分。本书是在范冬梅主编的《分析化学实验》(化学工业出版社出版)基础上,进行了修改,并增加了仪器分析实验内容,与王中慧等主编的《分析化学》(化学工业出版社出版)教材配套使用。

分析化学实验重在使学生掌握定量分析的基本知识、基本理论和基本方法,掌握分析测量中的误差来源、表征及实验数据的统计处理,掌握常用的滴定分析、分离方法、吸光光度法、原子吸收、原子发射、电化学、色谱法 etc 应用;旨在让学生建立起严格的“量”的概念。加强素质教育,注重培养学生从事理论研究、实际工作的能力和严谨的科学作风,提倡创新精神。

本书编写过程中注重学生自学能力的培养和提高,在每个实验之前都有关于该实验的预习提要,引导学生做好实验前的准备工作。在基本训练实验项目中,附有基本操作达标考核内容,学生可以自行评价对实验操作的掌握程度。设计了一些开放性实验项目,以供学有余力的学生实践,提高其发现问题、分析问题和解决问题的能力,培养学生勇于探索、严谨求实、团结协作的精神,对于培养高素质、创新型人才有重要意义。

本书分为五部分。第一部分为绪论,主要介绍分析化学实验的目的和任务、分析化学实验的要求以及实验数据的记录、处理等要求。第二部分为分析实验室的一般知识,主要介绍分析化学实验用水、仪器的洗涤及干燥、化学试剂、标准物质等相关知识。第三部分为分析实验室的基本操作技术,主要介绍了分析天平的使用、称量方法、滴定分析常用的量器、重量分析基本操作、分光光度计的使用等。第四部分为实验部分,共编入 68 个实验。第五部分为附录。

本书由任列香编写第一章、第二章、第三章(第一节、第四节)、第四章(第四节、第十二节、第十三节),范冬梅编写第三章(第二节)、第四章(第一节、第二节),王中慧编写第三章(第三节)、第四章(第五节、第六节),刘金编写第四章(第三节、第七节)、附录,韩晓晶编写第三章(第五节)、第四章(第八节),周慧编写第三章(第六节、第七节)、第四章(第九节、第十节),王莹编写第三章(第八节)、第四章(第十一节)。全书由任列香统稿,任列香、范冬梅、王中慧任主编。

限于编者水平,书中可能存在不妥之处,敬请读者提出批评和建议,以促进教材质量的不断提高,谨致谢意。

编者

2017年5月

第一章 绪论

一、分析化学实验的任务、目的	001
二、分析化学实验的要求	001
三、怎样做好分析化学实验	003
四、实验数据的记录、处理和实验报告	004

第二章 分析实验室的一般知识

第一节 实验室安全知识	008
一、实验室安全规则	008
二、化学实验室意外事故处理	009
三、分析人员环境意识	011
第二节 分析化学实验用水	011
一、分析用水的规格	011
二、蒸馏水、去离子水、反渗透水及超纯水的制备	012
三、分析用水的检验	014
四、分析用水的合理使用	015
第三节 玻璃器皿的洗涤及干燥	015
一、仪器的洗涤	015
二、仪器的干燥	017
第四节 化学试剂	018
一、化学试剂的分类、规格	018
二、化学试剂的包装和选用	021
第五节 标准物质	022
一、标准物质的定义	022
二、标准物质的作用	023
三、标准物质的分级	023
四、化学试剂中的标准物质	024
第六节 滤纸、滤器及其应用	024
一、滤纸	024
二、烧结过滤器	025

第三章 分析实验室的基本操作技术

第一节 分析天平和称量方法	028
一、天平的分类	028

二、分析天平的主要技术规格	029
三、分析天平的质量和计量性能的检定	030
四、双盘分析天平	032
五、单盘电光天平	041
六、电子天平	042
七、称量方法	043
八、分析天平的使用规则	045
第二节 滴定分析常用的量器及其基本操作	046
一、量器使用中的常用名称及量器的分类	046
二、滴定管及其使用	048
三、容量瓶及其使用	053
四、移液管和吸量管	055
五、容量仪器的校正	057
第三节 重量分析基本操作	060
一、试样的干燥	060
二、试样的溶解	061
三、沉淀的形成	062
四、过滤和洗涤	062
五、沉淀的烘干、炭化、灰化和灼烧	066
第四节 紫外-可见分光光度计	070
一、722 型光栅分光光度计	070
二、UV-2100 紫外-可见分光光度计(双光束全自动扫描型)	073
三、吸收池和比色管	076
第五节 原子吸收分光光度计	076
一、GGX-1 型原子吸收分光光度计	076
二、WFX-1F2B 型原子吸收分光光度计	079
三、最佳实验条件的选择	080
第六节 原子发射光谱分析的主要仪器	081
一、31W _{II} A 型二米平面光栅摄谱仪	081
二、8W-WTY 型光谱投影仪	083
三、9W 型测微光度计	083
四、ICP-AES 光电直读光谱仪	084
第七节 电位分析仪器	086
一、pHS-3C 型酸度计	086
二、PXD-12 型数字式离子计	088
三、ZD-2 型电位滴定仪	090
第八节 色谱仪	093
一、SP-3420A 型气相色谱仪	093
二、SY-8100 型高效液相色谱仪	094

第四章 实验部分

第一节 基本操作练习实验	096
实验一 分析实验基本知识和仪器的认领、洗涤	096
实验二 分析天平的称量练习	097
实验三 滴定分析基本操作练习	101
实验四 定容练习	106
实验五 容量仪器的校正	108
第二节 酸碱滴定实验	111
实验六 酸碱标准溶液的配制及标定	111
实验七 有机酸摩尔质量的测定	115
实验八 铵盐中氮含量的测定	116
实验九 混合碱的分析(双指示剂法)	118
实验十 酸碱滴定设计实验	121
第三节 配位滴定实验	123
实验十一 EDTA 标准溶液的配制与标定	123
实验十二 水的总硬度测定	126
实验十三 溶液中铋和铅的连续滴定	129
实验十四 铝合金中铝含量的测定	130
实验十五 多种金属离子溶液中铜、锡、镍含量的测定	132
实验十六 配位滴定设计实验	134
第四节 氧化还原滴定实验	135
实验十七 高锰酸钾溶液的配制和标定	135
实验十八 高锰酸钾法测定过氧化氢的含量	137
实验十九 软锰矿中 MnO_2 含量的测定	138
实验二十 水样中化学耗氧量(COD)的测定(高锰酸钾法)	139
实验二十一 铁矿石中全铁含量的测定	141
实验二十二 I_2 和 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液的配制及标定	142
实验二十三 间接碘量法测定铜盐中铜的含量	145
实验二十四 葡萄糖含量的测定	147
实验二十五 水果中抗坏血酸含量的测定	148
实验二十六 氧化还原滴定设计实验	149
第五节 沉淀滴定法实验	150
实验二十七 氯化物中氯含量的测定	150
实验二十八 银合金中银含量的测定	152
实验二十九 沉淀滴定设计实验	153
第六节 重量分析法实验	153
实验三十 氯化钙中结晶水含量的测定(气化法)	153
实验三十一 硝酸镍中镍含量的测定——丁二酮肟重量法	155

实验三十二 钡盐中钡含量的测定(沉淀重量法)	156
第七节 紫外-可见分光光度法实验	159
实验三十三 邻二氮菲分光光度法测定微量铁的条件实验	159
实验三十四 邻二氮菲分光光度法测定石灰石中的微量铁	162
实验三十五 高锰酸钾和重铬酸钾混合物中各组分含量的测定	164
实验三十六 分光光度法测定邻二氮菲-铁(II)配合物组成	166
实验三十七 有机化合物的紫外吸收光谱及溶剂性质对吸收光谱的影响	168
实验三十八 食品中亚硝酸根含量的测定	169
实验三十九 紫外吸收光谱测定蒽醌试样中蒽醌的摩尔吸收系数和含量	171
第八节 原子吸收光谱法实验	172
实验四十 火焰原子吸收法最佳条件的选择和自来水中钠的测定(标准曲线法) ...	172
实验四十一 原子吸收光谱法测定水中钙的含量(标准加入法)	177
实验四十二 原子吸收光谱法测定奶粉中的锌	179
实验四十三 石墨炉原子吸收光谱法测定菜叶中铅的含量	181
实验四十四 冷原子吸收光谱法测定水样及人发中汞	183
第九节 原子发射光谱法实验	185
实验四十五 原子发射光谱摄谱法定性分析合金中的元素(原子发射光谱定性分析)	185
实验四十六 ICP-AES测定水样中的微量 Cu、Fe 和 Zn	187
实验四十七 ICP-AES测定不同茶叶水中的微量金属元素	191
实验四十八 ICP-AES测定人发的微量元素	194
第十节 电位分析法实验	196
实验四十九 玻璃电极响应斜率和溶液 pH 的测定	196
实验五十 自来水中 F ⁻ 含量测定	198
实验五十一 硫酸和磷酸混合酸的电位滴定	200
实验五十二 氯化钠与碘化钠混合物的电位连续滴定法	202
实验五十三 红色食醋中乙酸浓度的自动电位滴定	203
实验五十四 电位滴定法测定果汁中的可滴定酸	205
第十一节 色谱法实验	207
实验五十五 载气流速及柱温变化对分离度的影响	207
实验五十六 气相色谱的定性和定量分析	210
实验五十七 气相色谱法测定土壤中农药的残留量	211
实验五十八 气相色谱法测定酒中甲醇含量	214
实验五十九 毛细管气相色谱法测定白酒的成分	216
实验六十 高效液相色谱法测定果汁中有机酸含量	217
第十二节 常用的分离方法实验	220
实验六十一 离子交换树脂交换容量的测定	220
实验六十二 离子交换法分离 Co ²⁺ 和 Cr ³⁺	224
实验六十三 纸色谱法分离食用色素	226

实验六十四	自来水中总磷的测定(萃取光度法)	228
第十三节	综合实验	229
实验六十五	蛋壳中钙镁含量的测定——酸碱滴定法;EDTA络合滴定法;高锰酸钾法	229
实验六十六	水泥中铁、铝、钙、镁含量的测定	232
实验六十七	小麦胚芽油营养胶囊中维生素E的定量分析(UV-Vis法和HPLC法)	238
实验六十八	水中污染物分析	240

附录

附录 1	学生常用分析化学实验仪器表	243
附录 2	常用浓酸、浓碱的密度和浓度	244
附录 3	常用酸碱溶液的配制	244
附录 4	常用指示剂	245
附录 5	常用缓冲溶液的配制	249
附录 6	元素的原子量表	250
附录 7	常用化合物的分子量表	251
附录 8	常用干燥剂	252
附录 9	原子吸收分光光度法中常用的分析线	252
附录 10	原子吸收分光光度法中的常用火焰	253
附录 11	气相色谱常用固定液	253
附录 12	气相色谱相对质量校正因子(f) [®]	253

参考文献

1. 分析化学. 北京: 高等教育出版社, 1990.

2. 定量分析化学. 北京: 化学工业出版社, 1985.

3. 仪器分析. 北京: 科学出版社, 1988.

4. 环境监测. 北京: 中国环境科学出版社, 1992.

5. 食品分析. 北京: 中国轻工业出版社, 1995.

6. 水质分析. 北京: 中国环境科学出版社, 1993.

7. 土壤分析. 北京: 中国环境科学出版社, 1994.

8. 空气分析. 北京: 中国环境科学出版社, 1995.

9. 固体废物分析. 北京: 中国环境科学出版社, 1996.

10. 噪声分析. 北京: 中国环境科学出版社, 1997.

11. 辐射分析. 北京: 中国环境科学出版社, 1998.

12. 环境化学. 北京: 中国环境科学出版社, 1999.

13. 环境毒理学. 北京: 中国环境科学出版社, 2000.

14. 环境流行病学. 北京: 中国环境科学出版社, 2001.

15. 环境健康风险评估. 北京: 中国环境科学出版社, 2002.

16. 环境政策与法规. 北京: 中国环境科学出版社, 2003.

17. 环境经济学. 北京: 中国环境科学出版社, 2004.

18. 环境管理学. 北京: 中国环境科学出版社, 2005.

19. 环境规划. 北京: 中国环境科学出版社, 2006.

20. 环境评价. 北京: 中国环境科学出版社, 2007.

21. 环境预测. 北京: 中国环境科学出版社, 2008.

22. 环境决策. 北京: 中国环境科学出版社, 2009.

23. 环境教育. 北京: 中国环境科学出版社, 2010.

24. 环境文化. 北京: 中国环境科学出版社, 2011.

25. 环境艺术. 北京: 中国环境科学出版社, 2012.

26. 环境哲学. 北京: 中国环境科学出版社, 2013.

27. 环境伦理. 北京: 中国环境科学出版社, 2014.

28. 环境美学. 北京: 中国环境科学出版社, 2015.

29. 环境心理学. 北京: 中国环境科学出版社, 2016.

30. 环境行为学. 北京: 中国环境科学出版社, 2017.

31. 环境社会学. 北京: 中国环境科学出版社, 2018.

32. 环境人类学. 北京: 中国环境科学出版社, 2019.

33. 环境地理学. 北京: 中国环境科学出版社, 2020.

34. 环境生态学. 北京: 中国环境科学出版社, 2021.

35. 环境生物学. 北京: 中国环境科学出版社, 2022.

36. 环境医学. 北京: 中国环境科学出版社, 2023.

37. 环境法学. 北京: 中国环境科学出版社, 2024.

38. 环境新闻学. 北京: 中国环境科学出版社, 2025.

39. 环境传播学. 北京: 中国环境科学出版社, 2026.

40. 环境公共关系学. 北京: 中国环境科学出版社, 2027.

41. 环境危机管理. 北京: 中国环境科学出版社, 2028.

42. 环境应急管理. 北京: 中国环境科学出版社, 2029.

43. 环境恢复生态学. 北京: 中国环境科学出版社, 2030.

44. 环境修复技术. 北京: 中国环境科学出版社, 2031.

45. 环境修复工程. 北京: 中国环境科学出版社, 2032.

46. 环境修复案例. 北京: 中国环境科学出版社, 2033.

47. 环境修复展望. 北京: 中国环境科学出版社, 2034.

48. 环境修复政策. 北京: 中国环境科学出版社, 2035.

49. 环境修复法规. 北京: 中国环境科学出版社, 2036.

50. 环境修复标准. 北京: 中国环境科学出版社, 2037.

51. 环境修复指南. 北京: 中国环境科学出版社, 2038.

52. 环境修复手册. 北京: 中国环境科学出版社, 2039.

53. 环境修复问答. 北京: 中国环境科学出版社, 2040.

54. 环境修复论坛. 北京: 中国环境科学出版社, 2041.

55. 环境修复研讨会. 北京: 中国环境科学出版社, 2042.

56. 环境修复年会. 北京: 中国环境科学出版社, 2043.

57. 环境修复峰会. 北京: 中国环境科学出版社, 2044.

58. 环境修复大会. 北京: 中国环境科学出版社, 2045.

59. 环境修复论坛. 北京: 中国环境科学出版社, 2046.

60. 环境修复研讨会. 北京: 中国环境科学出版社, 2047.

61. 环境修复年会. 北京: 中国环境科学出版社, 2048.

62. 环境修复峰会. 北京: 中国环境科学出版社, 2049.

63. 环境修复大会. 北京: 中国环境科学出版社, 2050.

第一章

绪论

一、分析化学实验的任务、目的

分析化学实验是化学专业一门重要的基础课，在工农业生产、科学研究及国民经济各部门中起着重要的作用。通过本课程的学习，学生可进一步加深对分析化学基础理论、基本知识理解，正确和熟练地掌握分析化学实验的基本操作技能，提高观察、分析和解决实际问题的能力，培养严谨的工作作风和实事求是的科学态度，树立严格的“量”的概念，为学习后续课程和将来从事化学教学和科研等工作打下坚实的基础。

二、分析化学实验的要求

为达到上述实验目的，对教师、实验员、学生提出如下要求。

1. 对教师的要求

实验教师是实验室教学工作和实验室建设的主体，是完成实验教学任务，确保实验教学质量的骨干力量。为了充分调动广大实验教师的积极性，更好地完成实验教学工作，特对指导教师提出如下要求。

(1) 认真撰写实验教案，准时参加集体备课会

指导教师必须仔细阅读实验教材及有关参考资料，认真备课和撰写实验教案。实验教案应包括：实验目的，实验原理，实验所需仪器和试剂的要求，实验方案，步骤和要点，实验结果的数据记录与图表，注意事项，特别要提醒实验的安全、废弃物的处理等事项。

在充分备课的前提下，准时出席集体备课会，若因事不能出席必须事先请假。

(2) 认真准备实验讲解提纲

指导教师撰写实验教案、参加集体备课会的基础上，应特别重视实验前的讲解与讨论。讲解应简明扼要，内容包括：实验方法原理、仪器设备工作原理及使用方法、实验内容、实验操作和注意事项等。提倡采用启发和引导式的讲解模式，包括提问或讨论等，讲解的时间控制在 60min 左右。

(3) 认真地进行实验前的准备工作

指导教师要对实验内容进行验证，首次指导实验的教师必须预做两次以上实验，并写出实验报告和讲解提纲。预做实验的同时要检查实验的准备情况。

每次实验应提前 15min 进入实验室，穿白色实验服，检查实验设施，熟悉药品摆放，检查天平水平、预热情况。

(4) 认真检查学生预习实验的情况

实验前,指导教师要认真检查学生的预习实验报告,记录学生预习情况。没有预习实验的同学不准进行实验。

(5) 认真负责地指导实验,培养学生良好的作风

在学生进行实验过程中,指导教师必须在实验室巡回走动,及时进行有针对性的个别指导,纠正不正确的操作与习惯,督促学生合理地安排实验进度和记录实验数据,准确回答学生提出的问题,及时处理实验事故。

在指导实验的同时,指导教师还应注意帮助学生树立严谨认真、实事求是、爱护仪器设备、节约试剂等良好的实验作风;对弄虚作假、马虎、浪费现象给予批评教育。对于因责任原因引起的仪器设备损坏,要责令损坏者检讨,并按规定赔偿。

实验过程中不得擅自离开,若临时有事须请假。

(6) 认真检查实验结果

实验完毕应认真检查学生的实验记录情况,签字后学生方可离开实验室。实验失败的学生,需要重新做实验。

(7) 督促检查实验结束工作

认真负责实验过程中的安全、卫生工作,检查实验结束工作与值日情况。

(8) 认真批改,及时发还实验报告

要求学生按时交实验报告,指导教师应及时批改,并在下一次实验时及时发还给学生。对实验报告中的问题和错误必须指出,错误较多的实验报告要重写。根据评分标准在实验报告上评定成绩,并签上姓名和日期。对实验中发现的问题,应及时向实验室或教研室提出建议和改进意见。

2. 对实验员的要求

① 实验员必须在开课的前一周准备好教学仪器、各种试剂,仪器正常待用,以便教师预做实验或检查。

② 实验前与教师一起预做实验,并做好记录,写出实验报告。

③ 上实验课,提前 15min 开门,检查天平水平、预热情况,保证正常开课。

④ 在实验课进行中,必须坚守岗位,及时补充试剂、药品;协助教师及时处理实验中出现的各种特殊情况;如有急事须向实验教师或实验主持人请假。

⑤ 下课时实验员应督促学生关好门、窗、水、电、气等,搞好卫生,并收拾好实验用具等。

3. 对学生的要求

(1) 实验前认真预习,并写出预习实验报告

认真预习,查阅有关书籍或文献,领会实验原理,了解实验步骤和注意事项,做到心中有数。实验前先写好预习实验报告,即实验报告的部分内容。包括实验题目、目的、原理(简单地用文字、化学反应式、计算式说明)、主要试剂和仪器、步骤(简单流程)、数据及分析结果的处理(列好表格)、问题讨论等,查好有关数据,以便实验时及时、准确地记录和进行数据处理。对于没预习实验的同学不准做实验。实验课时,除预习报告外,不得携带实验书。

(2) 不能迟到、早退

学生一般要提前 5min 到实验室,不得迟到或早退。迟到者,本次实验成绩扣 20 分。老师检查实验数据、结果并签字后,方可离开实验室。

(3) 要严格按照操作规范进行实验

实验时要认真操作,基本操作要规范化,熟练掌握基本实验技能。仔细观察实验现象,并及时记录实验现象和数据。要善于思考,学会运用所学理论知识解释实验现象,研究实验中的问题。

(4) 养成良好的实验习惯

实验过程中要保持实验室肃静,仪器摆放整齐,保持实验台和整个实验室的整洁,不乱扔废纸杂物,保持水池清洁。

(5) 认真写实验报告

实验报告一般在实验室完成,离开实验室前交给老师。实验报告格式要规范化,或按指导教师的要求写。若在实验室不能完成实验报告,实验后应尽快写好,及时交给实验指导教师。

(6) 搞好卫生、做好实验结束工作

实验后将实验台、试剂瓶、试剂架等擦拭干净,将垃圾倒在指定位置。值日生负责打扫地面和通风橱等,离开实验室前关好实验室的煤气、水、电源和门窗等,待教师认可后,方可离开实验室。

(7) 爱护公物,注意节约

注意节约实验试剂和用品,爱护公物。损坏仪器要按规定及时赔偿。

(8) 不能无故缺实验课

请病假的学生,必须有医院的证明。缺实验课者一般不能补做。

(9) 注意安全

不准在实验室内吃东西;实验过程中不要将有腐蚀性、有毒的试剂溅到皮肤上,出现意外应及时处理。

三、怎样做好分析化学实验

分析化学实验的学习,不仅需要每个学生有正确的学习态度,而且还需要有正确的学习方法。现将学习方法归纳如下:

1. 预习

认真阅读与本次实验有关的章节、相关教材及参考资料。做到明确实验目的,理解实验原理,熟悉实验内容、主要操作步骤,提出注意事项,合理安排实验时间,预习或复习基本操作、有关仪器的使用,列出实验所需的物理、化学数据,认真写好预习报告。

2. 讨论

实验前以提问的形式,师生共同讨论,以掌握实验原理、操作要点和注意事项;观看操作录像,或由教师操作示范,使基本操作规范化;实验后组织课堂讨论,对实验现象、结果进行分析,对实验操作和素养进行评说,以达到提高的目的。

3. 实验

① 按拟定的实验步骤独立操作,既要大胆,又要细心,仔细观察实验现象,认真测定数据,并做到边实验、边思考、边记录。

② 观察到的现象、测定的数据，要如实记录在实验记录本上。不能用铅笔记记录，不记在草稿纸、小纸片上。不凭主观意愿删去自己认为不对的数据，而是画一道杠，再在旁边写上正确值。

③ 实验中要勤于思考，仔细分析，力争自己解决问题。碰到疑难问题，可查资料，也可与教师讨论，获得指导。

④ 如对实验现象有怀疑，在分析和查找原因的同时，可以做对照试验、空白试验，或自行设计实验进行核对，必要时应多次实验，从中得到合理的结论。

⑤ 如果实验失败，要检查原因，经教师同意后重做实验。

4. 实验后

做完实验只是完成了实验的一半，余下更为重要的是分析实验现象，整理实验数据，把直接的感性认识提高到理性思维阶段。要做到：

① 认真、独立完成实验报告。对实验现象进行解释，写出相关反应式，得出结论，对实验数据进行处理（包括计算、作图、误差表示）。

② 分析产生误差的原因；对实验现象以及出现的问题进行讨论，敢于提出自己的见解；对实验提出意见或改进的建议。

③ 回答思考题或习题。

5. 实验报告

要求按一定格式书写，字迹端正，叙述简明扼要，实验记录、数据处理使用表格形式，作图图形准确清楚，报告整齐清洁。

① 实验报告的书写，一般分以下三部分。

a. 预习部分 实验前完成。按实验目的、原理（扼要）、步骤（简明）几项书写。

b. 记录部分 实验时完成。包括实验现象、测定数据，这部分称原始记录。

c. 实验结果与讨论部分 实验后完成。包括对实验现象的分析、解释、结论；原始数据的处理、误差分析；讨论。

② 实验报告的格式，见本章后面相关内容。

四、实验数据的记录、处理和实验报告

1. 实验数据的记录

实验数据的记录应保证实验数据的完整、客观、真实，也是为了培养学生形成良好的习惯。为此提出如下要求。

① 学生要有专门的实验记录本，标上页码，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，否则万一遗忘或丢失都将带来麻烦。

② 要养成随时记录所有实验现象和原始数据的良好习惯。进行记录时，对文字记录，应整齐清洁，必要时用流程图；对数据记录，应采用一定的表格形式，这样更为清楚明白。

如用甲醛法测定铵盐中氮的含量，实验过程中用到两种指示剂，经历了如下颜色变化：

样品 $\xrightarrow{\text{甲基红}}$ 红色 $\xrightarrow[\text{除游离酸}]{\text{NaOH}}$ 黄色 $\xrightarrow{\text{甲醛}}$ 红色 $\xrightarrow{\text{酚酞}}$ 红色 $\xrightarrow{\text{NaOH 滴定}}$ 淡红 $\xrightarrow{\text{NaOH 滴定}}$ 黄色
 色 $\xrightarrow{\text{NaOH 滴定}}$ 淡红

应搞清楚各种颜色是哪一种指示剂在起作用。

在记录称量的质量时，应按以下表格形式记录：

项目	1	2	3
$m_{\text{样品+称量瓶}}$ (倾出前)/g	19.8563		
$m_{\text{样品+称量瓶}}$ (倾出后)/g	19.5212		
$m_{\text{样品}}$ (倒出量)/g	0.3351		

而不能只记下： $m_{\text{样品}}=0.3351$ 。

③ 所记录的实验数据应准确、清晰，不得随意涂改。在实验过程中，若发现数据读错、测错或算错，而需要改动时，可将该数据用一横线划去，并在其上方写上正确的数字，并加以说明，保留原数据备查。如在读取滴定管计数时，将 23.50mL 错看成 22.50mL，这时不可将 2 涂改成 3，而应按以下方式改正：

$$V = \frac{23.50\text{mL}}{22.50\text{mL}} \text{ (看错)}$$

④ 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。

⑤ 记录实验数据时，应注意其有效数字的位数。用万分之一分析天平称量时，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 的读数。常用仪器有效数字的位数见表 1-1。

表 1-1 常用仪器的精度及数据表示

仪器名称	仪器平均偏差	记录数据示例	有效数字位数
托盘天平	$\pm 0.1\text{g}$	$(13.2 \pm 0.1)\text{g}$	3
电光天平	$\pm 0.1\text{mg}$	$(14.8000 \pm 0.0001)\text{g}$	6
10mL 量筒	$\pm 0.1\text{mL}$	$(10.0 \pm 0.1)\text{mL}$	3
100mL 量筒	$\pm 1\text{mL}$	$(100 \pm 1)\text{mL}$	3
25mL 移液管	$\pm 0.01\text{mL}$	$(25.00 \pm 0.01)\text{mL}$	4
50mL 滴定管	$\pm 0.01\text{mL}$	$(50.00 \pm 0.01)\text{mL}$	4
100mL 容量瓶	$\pm 0.1\text{mL}$	$(100.0 \pm 0.1)\text{mL}$	4

⑥ 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。

2. 实验数据的处理

从实验得到的数据包含了许多信息。所以就需对这些数据用科学的方法进行归纳与整理，提取出有用的信息，这是分析化学实验的主要目的。对实验数据进行处理，首先要剔除不可靠的数据。然后用列表或作图的方法将实验数据以一定的规律表达出来，再根据测定的目的要求进行数据处理，最后报告结果或对测定结果进行分析和评价。不同的要求要用不同的数据处理方法。如一般物质组成的测定，只需求出测定数据的集中趋势（即平均值），以及测定数据的分散程度（即精密度）；而要求较高的测定，有时需要使用回归分析的方法求

出结果的可靠性范围等。

(1) 可疑值的取舍

在实验采集到的数据中,若个别数据差异较大,就要将实验数据进行整理和分析。如果数据是由于过失误差造成的,比如试样溶解时有溶液溅出、滴定过量等,则这一数据必须弃去。若非这种情况,则对可疑值不能随意取舍,可利用统计学处理可疑值的方法,如Q检验法、格鲁布斯法等对可疑值进行检验。

(2) 数据列表

对可疑数据进行检验后,应该将获得的大量数据尽可能整齐地、有规律地列表表达出来,这样简单、直观、清晰明了,便于处理运算。列表时应注意以下几点:

① 每一个表都应有简明完备的名称;

② 在表的每一行或每一列的第一栏,要详细地写出名称、单位等;

③ 实验数据一般按实验顺序填写,要有规律地递增或递减,数字排列要整齐,位数或小数点要对齐;

④ 有效数字的位数要合理;

⑤ 原始数据可与处理的结果写在一张表上,在表中或者表下面注明处理方法和选用的公式。

(3) 结果的表示

结果可用平均值或者平均值的置信区间表示,学生实验一般用平均值表示;分析测定结果的好坏可用精密度评价。精密度可用平均偏差、相对平均偏差、标准偏差等表示,其中相对平均偏差是分析化学实验中最常用的。有关计算见《分析化学》教材中的相应章节。

3. 实验报告

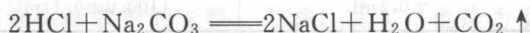
实验完毕后,要及时而认真地写出实验报告。并在离开实验室前或指定时间交给老师。实验报告一般包括以下内容:

① 实验名称和日期;

② 实验目的;

③ 实验原理。

简要地用文字和化学反应式说明。如“盐酸标准溶液的配制和标定”实验原理可表述为:盐酸标准溶液采用间接法配制,然后以甲基橙为指示剂,用优级纯无水 Na_2CO_3 作为基准物质进行标定。反应式如下:

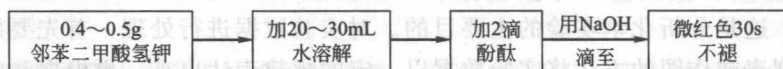


4. 主要仪器与试剂

列出实验中所使用的主要仪器与试剂。

5. 实验步骤

简明扼要地写出实验步骤、流程。例如,氢氧化钠溶液的标定:



6. 数据记录及实验数据的处理

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并计算出精密度或准确度。

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应进行讨论和分析,以提高自己分析问题和解决问题的能力。

上述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。

第二章

分析实验室的一般知识

第一节 实验室安全知识

实验室安全包括人身安全及实验室、仪器、设备的安全。化学实验时，经常使用水、电、煤气、各种药品及仪器，如果马马虎虎，不遵守操作规则，不但实验会失败，还可能造成事故（如失火、中毒、烫伤或烧伤等）。出了事故，国家财产受到损失，还可能会损害自己或他人的健康。只要我们思想上重视，又遵守操作规则，那么事故是很可能避免的。所以特制定了如下实验室安全规则，并对分析人员进行环境意识教育。

一、实验室安全规则

① 实验前要了解电源、消防栓、灭火器、紧急洗眼器等的位置及正确的使用方法；熟悉实验室安全出口和紧急情况的逃生路线。

② 实验时要身着长袖、过膝的实验服，禁止穿拖鞋、高跟鞋、大开口鞋、凉鞋、底部带铁钉的鞋、背心、短裤（裙）进入实验室。

③ 长发（过衣领）必须束起或藏于帽内。

④ 实验室内严禁饮食、吸烟或把食具带进实验室，一切化学药品严禁入口。实验完毕，必须洗净双手。

⑤ 不要用湿手、湿物接触电源，水、电、煤气使用完毕后，应立即关闭。

⑥ 加热试管时，不要将试管口对着自己或别人，也不要俯视正在加热的液体，以防液体溅出伤害人体。

⑦ 嗅闻气体时，应用手轻拂气体，把少量气体扇向自己再闻，能产生有刺激性或有毒气体（如 H_2S 、 Cl_2 、 CO 、 NO_2 、 SO_2 等）的实验必须在通风橱内进行或注意实验室通风。

⑧ 洗液、浓酸、浓碱具有强腐蚀性，应避免溅落在皮肤、衣服、书本上，更应防止溅入眼睛内。用浓 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等溶解样品时均应在通风橱中进行操作，不准在实验台上直接进行操作。

⑨ 稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢注入水中，并不断搅动，切勿将水倒入浓硫酸中，以免迸溅，造成灼伤。

⑩ 有毒试剂（如氰化物、汞盐、钡盐、铅盐、重铬酸钾、砷的化合物等）不得进出口