



# 目

# 录

|                                        |    |
|----------------------------------------|----|
| 第一章 基本知识 .....                         | 1  |
| 第一节 化学实验课的要求 .....                     | 1  |
| 第二节 实验室规则和安全知识 .....                   | 3  |
| 第三节 实验中意外事故处理 .....                    | 5  |
| 第四节 化学试剂常识 .....                       | 7  |
| 第五节 化学实验中的数据表达与处理 .....                | 9  |
| 第二章 基本操作 .....                         | 14 |
| 第一节 实验室常用玻璃仪器的洗涤和干燥 .....              | 14 |
| 第二节 实验室常用玻璃仪器的使用 .....                 | 16 |
| 第三节 常用仪器设备的使用 .....                    | 21 |
| 第四节 试剂的取用 .....                        | 27 |
| 第五节 沉淀的过滤、洗涤、烘干 .....                  | 28 |
| 第三章 基本实验 .....                         | 34 |
| 实验 3.1 容量瓶、移液管的使用 .....                | 34 |
| 实验 3.2 称量练习 .....                      | 38 |
| 实验 3.3 溶液的配制 .....                     | 39 |
| 实验 3.4 酸碱溶液的配制和滴定 .....                | 41 |
| 实验 3.5 解离平衡和缓冲溶液 .....                 | 45 |
| 实验 3.6 盐酸滴定液的配制与标定 .....               | 48 |
| 实验 3.7 生理盐水中氯化钠的含量测定 .....             | 50 |
| 实验 3.8 EDTA 滴定液的标定 .....               | 53 |
| 实验 3.9 自来水的硬度测定 .....                  | 55 |
| 实验 3.10 高锰酸钾滴定液 (0.02 mol/L) 的标定 ..... | 58 |
| 实验 3.11 双氧水的含量测定 .....                 | 60 |

|                                                                               |    |
|-------------------------------------------------------------------------------|----|
| 第四章 提高实验 .....                                                                | 62 |
| 实验 4.1 硫酸亚铁铵的制备 .....                                                         | 62 |
| 实验 4.2 明矾 $[\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}]$ 的制备 ..... | 64 |
| 实验 4.3 容量器皿的校正 .....                                                          | 65 |
| 实验 4.4 $\text{NaOH}$ 滴定液的标定 .....                                             | 68 |
| 实验 4.5 氨水中氨含量的测定 .....                                                        | 70 |
| 实验 4.6 混合碱的测定 .....                                                           | 72 |
| 实验 4.7 高锰酸钾法测定钙含量 .....                                                       | 74 |
| 实验 4.8 硫代硫酸钠滴定液的配制和标定 .....                                                   | 77 |
| 实验 4.9 氯化物中氯含量的测定 (莫尔法) .....                                                 | 79 |
| 实验 4.10 水体中溶解氧的测定——碘量法 .....                                                  | 82 |
| 第五章 实验考核 .....                                                                | 84 |
| 考核项目一 食醋总酸度的测定 .....                                                          | 84 |
| 考核项目二 维生素 C 原料药中抗坏血酸的含量测定 .....                                               | 86 |
| 附 录 .....                                                                     | 89 |
| 附录一 酸、碱和氨的溶液在 298 K 时的密度 ( $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ) .....            | 89 |
| 附录二 常用酸、碱溶液在 298 K 时的浓度 .....                                                 | 89 |
| 附录三 原子量表 .....                                                                | 90 |
| 附录四 实验报告书写格式示例 .....                                                          | 91 |
| 附录五 常用缓冲溶液的配制 .....                                                           | 92 |
| 附录六 化学试剂的规格 .....                                                             | 93 |
| 主要参考文献 .....                                                                  | 94 |

# 第一章 基本知识

## 第一节 化学实验课的要求

根据药品食品行业岗位要求，本着“强化应用、培养技能为教学重点”的原则，突出实践技能培养，对无机化学和分析化学实验内容进行整合与优化，形成的无机及分析化学实验，是与《无机及分析化学》课程同步进行而又相对独立的一门实践性课程。

本课程着重强调无机及分析化学实验的基本知识、基本操作和基本技能训练，并在此基础上适当安排能解决实际问题的综合性实验内容，在内容编排上，注重简明扼要、由浅入深、逐层提高，并兼顾药品、食品等不同专业的学生使用，强调学生自主学习的能力和综合素质的培养。

### 一、无机及分析化学实验课教学目的和任务

《无机及分析化学实验》是药品食品类专业的一门必修专业基础课，是将无机及分析化学课程相衔接，以基本操作技能训练为主，突出能力和素质培养，以适应学生个性发展的一门实践性课程。主要任务是使学生通过本课程的学习与试验，加深对无机及分析化学基本理论和基础知识的理解，学习并掌握无机及分析化学实验的基本方法和操作技能，培养学生的动手能力，为后继的课程及将来的工作打下基础。通过实验，达到以下四个方面的目的：

#### 1. 形成化学概念、探究化学理论，加深对化学知识的识记和理解

在化学实验的过程中，学生在教师的指导下通过仔细观察实验现象，首先获得有关化学基础知识的感性认识。在此基础上，与认识结构中已有的知识信息相联系，通过分析比较、抽象概括等一系列思维过程，得出实验结论，最终逐步形成对化学概念、理论等化学知识的科学认识。

#### 2. 获得实验技能，培养观察能力、分析问题和解决问题的能力

在化学实验教学中，学生在教师的指引下，通过理解实验原理、操作实验仪器、观察实验现象、感受实验过程、分析实验结果、探究实验结论、评价实验方案等一系

列手脑并用的练习和体验，不仅获得熟练而科学的实验技能，而且能够使观察能力、分析问题和解决问题的能力得到充分的发展。

### 3. 提高科学素养，养成科学的思维方法和工作习惯

科学素养的形成和提高就是建立在科学实验的过程当中的，化学实验教学是学生科学素养形成的重要途径之一。学生通过参与化学实验，可以提高科学素养，养成科学的思维方法，培养敬业、一丝不苟和团队协作的工作精神，养成良好的实验室工作习惯。

### 4. 增强安全意识、节约意识、环保意识

化学实验教学中，学生通过实验，了解实验室工作的有关知识，如实验室试剂与仪器的管理、实验可能发生的一般事故及其处理、实验室废液的处理方法等，增强学生的安全意识、节约意识、环保意识。

## 二、无机及分析化学实验课的要求

学生通过对《无机及分析化学实验》课程的学习，使学生获得从事药品食品相关职业岗位必需的化学分析基本理论、基础知识，获得从事药物分析技术及相关职业岗位必需的基本操作技能，应用所学的知识分析和解决药物分析生产中的实际问题，为学习专业后续课程和毕业后从事相关职业岗位工作，培养药品食品类专业技术技能型人才打下坚实的基础。

### 1. 知识要求

- (1) 通过实验加深对无机及分析化学基本理论和基础知识的理解；
- (2) 掌握玻璃仪器的洗涤和使用方法；
- (3) 掌握分析天平、分光光度计、酸度计等仪器的使用方法；
- (4) 掌握溶液的配制方法；
- (5) 掌握无机及分析化学实验中的称量、滴定、过滤等基本操作。

### 2. 能力要求

- (1) 具有独立选择和使用仪器进行无机及分析化学实验的基本能力，达到能够独立分析问题和解决问题的实际工作能力。
- (2) 能正确规范的进行溶液的配制及标定操作；
- (3) 能用滴定分析法测定一些物质的含量；
- (4) 能初步运用分析化学知识，解释后续课程中的一些问题。

### 3. 学习要求

能够很好地完成实验任务，达到相应的实验目的。无机及分析实验课的学习要求如下：

#### (1) 课前预习

为了使实验能够获得良好的效果，在进行实验之前必须进行预习，通过阅读实验

教材、书和参考资料，明确实验目的与要求，理解实验原理，理清操作步骤和注意事项，明确实验中每一步如何进行，为什么要这样做。这样才能够较好地完成实验课的任务，防止原理上、方法上的错误，因为这些错误有时甚至会导致整个实验失败。了解记录哪些数据，写好预习报告。并于实验前对时间作好统筹安排，然后才能进入实验室有条不紊地进行各项操作。

### (2) 实验过程

①提前 10 分钟进入实验室，完成实验前的预备工作如玻璃仪器的清洗、干燥等。

②认真听指导教师讲解实验，有疑问及时提出。

③实验过程中要遵守操作规程，进行规范操作。

④充分利用实验时间，观察现象，记录数据。必须准备一个实验记录本，所有的数据和感官现象，以及出现的问题，都应进行完整而实事求是的记录。

⑤实验室内应保持安静，不应高声说话及任意走动，公用物品用完后马上放回原处。保持实验室卫生。严格遵守实验室安全守则，以保证实验顺利进行。

### (3) 实验报告

实验进行完毕后，必须写实验报告。做完课堂实验只是完成实验的一半，余下更为重要的是分析实验现象，整理实验数据，将感性认识提高到理性思维阶段。

无机及分析化学实验报告一般应包括：实验目的、实验原理、仪器装置、实验步骤、实验现象和实验数据、实验结果、问题及讨论等项。在实验进行前，对原理、每一步具体操作以及所要达到的目的，都要了解清楚，这样更能加深理解实验内容，有效地进行工作。书写实验报告，可以有自己的风格，但必须清楚简要，用简练的语言，完整地表达所说明的问题。要求开动脑筋，钻研问题，耐心计算，认真撰写。

## 第二节 实验室规则和安全知识

### 一、实验室规则

在化学实验中，许多药品都是可燃、易爆、有腐蚀性或有毒的危险品，实验过程中常常需要用明火加热，使用的仪器、装置大部分是容易破碎的玻璃器皿。稍有不慎，就会发生意外事故。所以，师生都必须牢固树立安全、规范操作的思想，遵循安全守则，严肃认真地完成实验。

1. 遵守实验室的一切规章制度，服从教师指导，保持实验室的整洁、安静，不准随地吐痰、乱扔杂物。

2. 实验前应认真预习，明确探究实验的目的和要求，掌握所用仪器的性能及操作

方法，按要求做好实验的准备工作。经教师检查许可后方可进行实验。

3. 实验课不得迟到，衣冠不整不许进入实验室，不准将与实验课无关的物品带进实验室。

4. 开始做实验前认真检查仪器是否有损坏、缺少等问题，检查出缺损后报告实验指导老师，并进行破损仪器登记。

5. 做实验时保持室内安静，实验室内严禁打闹。

6. 酒精灯用完后应用灯帽熄灭，切忌用嘴吹灭。

7. 要注意安全用电，不要用湿手、湿物接触电源，实验结束后应及时切断电源。

8. 加热或倾倒液体时，切勿俯视容器，以防液滴飞溅造成伤害。给试管加热时，切勿将管口对着自己或他人，以免药品喷出伤人。

9. 不得用手直接摸拿化学药品，不得用口尝方法鉴别物质，不得直接正面嗅闻化学气味。

10. 凡做有毒和有恶臭气体的实验，应在通风橱内进行。

11. 取用药品要选用药匙等专用器具，不能用手直接拿取，防止药品接触皮肤造成伤害。

12. 未经许可，绝不允许将试剂或药品随意研磨或混合，以免发生爆炸、灼伤等意外事故。

13. 要勤俭节约，不浪费水、电、材料。

14. 废弃的有害固体药品严禁倒入生活垃圾处，必须经处理解毒后丢弃。

15. 实验完毕，应将实验仪器清洗干净，按指定位置摆好，桌面整理干净，洗净双手，关闭水、电、气等，并且填写实验记录单。

16. 实验室所有药品、仪器不得带出室外。

17. 要爱护实验室内一切设施，不得乱写乱画，禁止动用与本实验无关的仪器设备、器材和设施。

18. 对于不遵守纪律和实验不认真者，教师有权令其停止或重做。

## 二、实验室的安全知识

1. 使用易燃、易爆的物质要严格遵守操作规则，取用时必须远离火源，用后把瓶塞塞严，于阴凉处保存。

2. 涉及能产生有毒或有刺激性气体的实验，应在通风橱内（或通风安全处）进行。需要借助于嗅觉判别少量的气体时，绝不能直接用鼻子对着瓶口或管口，而应该用手将气体轻轻扇向自己，然后再嗅。

3. 加热、浓缩液体时，不能俯视加热的液体，加热的试管口不能对着自己或别人。浓缩液体时，要不停搅拌，避免液体或晶体溅出而受到伤害。

4. 使用酒精灯时，盛酒精不能超过其容量的三分之二。酒精灯要随用随点燃，不

用时马上盖上灯罩。不可用点燃的酒精灯去点燃别的酒精灯，以免酒精流出而失火。

5. 有毒药品（如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞及汞的化合物，氰化物等）不得误入口内或接触伤口。氰化物不能碰到酸（氰化物与酸作用放出无色无味的HCN气体，剧毒！要特别小心！）。剩余的产（废）物及金属等不能倒入下水道，应倒入指定的回收容器内集中处理。

6. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性，切勿溅在皮肤、眼睛或衣服上。稀释时应不断搅拌（必要时加以冷却）将它们慢慢加入水中混合，特别是稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢加入水中，边加边搅拌，千万不可将水加入浓硫酸中。

7. 使用药品和仪器时，严格按操作规程进行实验，严格控制药品含量，绝对不允许随意混合各类化学药品。

8. 使用的玻璃管或玻璃管切断后，应将断口熔烧圆滑，玻璃碎片要放入回收容器内，绝不能丢在地面或实验台上。

10. 实验室内严禁饮食、吸烟。

11. 实验完毕，应洗净双手后才离开实验室。

### 第三节 实验中意外事故处理

实验过程中，如发生意外事故，要保持冷静，可采取如下救护措施：

#### 一、创伤急救

用药棉或纱布把伤口清理干净，若有碎玻璃片要小心除去，用双氧水擦洗或涂红汞水，也可涂碘酒（红汞与碘酒不可同时使用），再用创可贴外敷。

#### 二、烫伤

遇烫伤，切勿用水清洗，可在烫伤处抹上苦味酸溶液或烫伤膏，烫伤达二度灼伤（皮肤起泡）或三度灼伤（皮肤呈蜡白色或焦炭状，坚硬且不会疼痛）时，应送医院治疗。

#### 三、浓酸和浓碱等强腐蚀性药品

使用时应特别小心，防止皮肤或衣物被腐蚀。如果酸（或碱）流在实验桌上，立即用 $\text{NaHCO}_3$ 溶液（或稀醋酸）中和，然后用水冲洗，再用抹布擦干。如果只有少量酸或碱液滴到实验桌上，立即用湿抹布擦净，再用水冲洗抹布。

如果不慎将酸沾到皮肤或衣物上，应立即用较多的水冲洗，再用3%~5%的

$\text{NaHCO}_3$  溶液冲洗。如果是碱溶液沾到皮肤上，要用较多的水冲洗，再涂上硼酸溶液。

### 四、眼睛的化学灼伤

应立即用大量流水冲洗，边洗边眨眼睛。如为碱灼伤，再用 20% 的硼酸溶液淋洗；若为酸灼伤，则用 3% 的  $\text{NaHCO}_3$  溶液淋洗。

### 五、受溴腐蚀致伤

用苯或甘油洗涤伤口，再用水洗。

### 六、受磷灼伤

用 1% 硝酸银，5% 浓硫酸铜或浓高锰酸钾洗涤伤口，然后包扎。

### 七、受苯酚灼伤

先用大量水洗，再用乙醇擦洗，最后用肥皂水、清水洗涤。

### 八、吸入刺激性或有毒气体

应立即到室外呼吸新鲜空气。严重者应立即送医院急救。

### 九、触电

应立即切断电源，用干燥木棒或竹竿使触电者与电源脱离接触，在必要时，进行人工呼吸、急救。

### 十、毒物入口

可将 5~10 mL 稀硫酸铜溶液加入一杯温水中，内服后，用手伸入咽喉部，促使呕吐。

### 十一、废液和废渣的处理

化学实验的废液大多数是有害或有毒的，不能直接排到下水管道中，可先用废液缸收集储存，以后再集中处理。但一些能相互反应产生有毒物质的废液不能随意混合，如强氧化剂与盐酸、硫化物、易燃物，硝酸盐和硫酸，有机物与过氧化物，磷和强碱，亚硝酸盐和强酸， $\text{MnO}_2$ 、 $\text{KMnO}_4$ 、 $\text{KClO}_3$  等不能与浓盐酸混合；挥发性酸与不挥发性酸等。

### 十二、起火

立即设法灭火，采取措施防止火势蔓延（如切断电源、移走易燃和易爆物品等）。

灭火方法要根据起火原因选用适合的方法，如遇有机溶剂（如酒精、苯、汽油、乙醚等）起火应立即用湿布、石棉或砂子覆盖燃烧物灭火，切勿泼水，泼水反而会使火势蔓延，如遇电器设备着火，必须先切断电源，只能使用四氯化碳灭火器灭火，不能使用泡沫灭火器，以免触电，实验人员衣服着火时，切勿惊慌逃跑，而应立即脱下衣服灭火，或用石棉布覆盖着火处，如果着火面积大来不及脱衣服时，就地卧倒打滚，也可起到灭火作用。无论何种原因起火，必要时应及时通知消防部门来灭火。我国的火警电话号码为 119。

常用灭火器的性能及特点列于表 1-1。不管用哪一种灭火器，都是从火的周围向中心扑灭。

表 1-1 常用灭火器的性能及特点

| 灭火器类型    | 药液成分                                                                 | 适用范围                                     |
|----------|----------------------------------------------------------------------|------------------------------------------|
| 二氧化碳灭火器  | 液态 CO <sub>2</sub>                                                   | 适用于扑灭电设备、小范围的油类及忌水的化学药品失火                |
| 泡沫灭火器    | NaHCO <sub>3</sub> 和 Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> | 适用于油类着火，但污染严重，后处理麻烦                      |
| 四氯化碳灭火器  | 液态 CCl <sub>4</sub>                                                  | 适用于扑灭电设备、小范围的汽油、丙酮等着火。不能用于扑灭活泼金属如钾、钠的起火。 |
| 干粉灭火器    | 主要成分是碳酸氢钠等盐类物质同适量的润滑剂和防潮剂                                            | 适用于扑灭油类、可燃性气体、电器设备、精密仪器及图书文件等物品的初起火灾。    |
| 酸碱灭火器    | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 和 NaHCO <sub>3</sub>                  | 适用于扑灭非油类和电器的初起火灾                         |
| 1211 灭火器 | CF <sub>2</sub> ClBr 液化气体                                            | 特别适用于油类、有机溶剂、精密仪器及高压电器设备失火               |

第四节 化学试剂常识

化学试剂是实验中不可缺少的物质，化学试剂在贮存、运输和销售过程中会受到温度、光辐照、空气和水份等外在因素的影响，容易发生潮解、霉素、变色、聚合、氧化、挥发、升华和分解等物理化学变化，使其失效而无法使用。因此，了解试剂的性质、分类、等级以及使用、保管常识是非常必要的。

一、化学试剂的分类

化学试剂的品种繁多，分类方法国际上尚未有统一的规定。可以按应用范围来划

分,如通用试剂、分析试剂、标准试剂、临床化学试剂、电子工业用试剂等几类至几十类,每类下面还可分为若干亚类。也可以用组成来分类的,如无机试剂、有机试剂、生化试剂、同位素标记试剂等。除上述两种主要的分类法外,化学试剂还可按纯度分为高纯试剂、优级纯试剂、分析纯试剂、化学纯试剂,并将纯度等级标明在容器上,以使用户选择使用。

根据化学试剂纯度及杂质含量的多少,可分为以下几个等级:

(1) 优级纯试剂 (Analytical reagent) 亦称保证试剂,为一级品,纯度高,杂质极少,主要用于精密分析和科学研究,常以 GR 表示。

(2) 分析纯试剂 (Guarantee reagent) 亦称分析试剂,为二级品,纯度略低于优级纯,杂质含量略高于优级纯,适用于重要分析和一般性研究工作,常以 AR 表示。

(3) 化学纯试剂 (Chemically pure) 为三级品,纯度较分析纯差,但高于实验试剂,适用于工厂、学校一般性的分析工作,常以 CP 表示。

(4) 实验试剂 (Laboratory reagent) 为四级品,纯度比化学纯差,但比工业品纯度高,主要用于一般化学实验,不能用于分析工作,常以 LR 表示。

## 二、化学试剂的选用

化学试剂的选用应分析要求,包括分析任务、分析方法、对结果准确度等为依据,来选用不同等级的试剂。如痕量分析要选用高纯或优质纯,以降低空白值和避免杂质干扰。在以大量酸碱进行样品处理时,其酸碱也应该选择优级纯试剂。同时,对所有的纯水的制取方法和玻璃仪器的洗涤方法也应该做特殊的要求。做仲裁分析也常选用优级纯、分析纯试剂。一般车间控制分析,选用分析纯、化学纯试剂。某些制备实验、冷浴或热浴的药品可选用工业品。

不同分析方法对试剂的要求不同。如配位滴定,最好选用分析纯试剂和去离子水,否则因试剂或水中的杂质金属离子封闭指示剂,使滴定终点难以观察。

不同等级的试剂加工不同,纯度越高价格越贵。若试剂等级选择不当,将会造成资金的浪费或影响化验结果。

虽然化学试剂必须按照国家标准进行检验合格才可出厂销售,但不同厂家、不同原料和加工工艺的试剂在性能上有时有明显差异。甚至同一厂家,不同批号的同一试剂,其性质也是很难完全一致的。因此,在某些要求较高的分析中,不仅要考虑试剂的等级,还应注意生产厂家、产品批号等。必要时应作专项检验和对照实验。

有些试剂由于包装或分装不良,或放置时间太长,可能变质,使用前应做检查。

所有试剂、溶液以及样品的包装上必须要有标签。标签要完整、清晰,表明试剂的名称、规格、质量。溶液除了表明品名外,还应表明浓度、配置日期等。万一标签脱落,应照原样贴牢。绝不允许在容器内装入与标签不相符的物品。无标签的试剂必须取小样检定后才可使用。不能使用的化学试剂要慎重处理,不能随意乱倒。

为了保证试剂不受污染,应当用清洁的牛角勺或不锈钢小勺从试剂瓶中取出试剂,绝不可以用手抓取。若试剂结块,可用洁净的玻璃棒或瓷药铲将其捣碎后取出。液体试剂可用洗干净的量筒到取,不要用吸管伸入原试剂中吸取液体。从试剂瓶中取出的、

没有用完的剩余药品,不可再倒回原瓶。

### 三、化学试剂的贮存与保管

化学试剂应单独贮藏于专用的化学试剂贮存柜内。该贮存柜应阴凉避光,防止由于阳光照射及室温偏高造成试剂变质、失效。

化学试剂贮存柜应设在安全位置。化验室应配备消防灭火设施和器材,万一发生事故时使用,减少损失和伤害。

化学试剂贮藏柜应有良好的耐腐蚀、避光的性能,且取用方便。

化学性质相互抵触的化学危险物品,不得在同一柜内存放。

危险品应贮藏于专柜中,易燃液体和爆炸品贮藏温度均不得超过规定限度。

化学试剂的贮存由指定人员负责,此人必须具备一定的专业知识,经过专业培训且经考核合格,具有高度的责任心,能保证化学试剂按规定要求贮存。

检验中使用的化学试剂种类繁多,须严格按其性质(如剧毒、麻醉、易燃、易爆、易挥发、强腐蚀性等)和贮存要求分类存放。

易潮解吸湿、易失水风化、易挥发、易吸收二氧化碳、易氧化、易吸水变质的化学试剂需密闭或蜡封保存。

见光易变色、分解、氧化的化学试剂需避光保存。

爆炸品、剧毒品、易燃品、腐蚀品等应单独存放。

溴、氨水等应该放在普通冰箱内,某些高活性试剂应干燥保存。

各种试剂均应包装完好,封口严密,标签完整,内容清晰,贮存条件明确。

发现试剂瓶上标签掉落或将要掉落时,应立即重新贴好标签。

剧毒试剂试药应执行双人双锁专柜管理,设专帐保管。使用时实行复核制。

## 第五节 化学实验中的数据表达与处理

实验数据的可靠性是分析与阐明实验结果并作出必要结论的关键所在,所以在整个实验过程中都应注意将实验误差限制在尽可能小的范围内,因此,对每一项实验的操作、读数、记录都应认真对待,一丝不苟。

### 一、实验数据记录

实验前应该作好充分准备,弄清实验原理、目的、要求以及实验条件和可能产生偏差的因素等。在实验过程中应该操作准确,观察细心,正确地记录有关实验数据,并把实验过程中的异常现象及时记录下来。

实验数据的可靠性是分析与阐明实验结果并作出必要结论的关键所在,所以在整个实验过程中都应注意将实验误差限制在尽可能小的范围内,因此,对每一项实验的操作、读数、记录都应认真对待,一丝不苟。

数据记录应用钢笔或档案圆珠笔及时填写在原始记录表格中,不得记在纸片或其他本子上再誊抄。填写记录字迹应端正,内容真实、准确、完整,不得随意涂改。改正时应在原数据上划一横线,再将正确数据填写在其上方,不得涂擦、挖补。记录内容包括检测过程中出现的问题、异常现象及处理方法等说明。数据记录中有效位数要根据计量器具的精度和仪器刻度来确定,不得任意增删。

在记录测量数据相计算结果时,应根据所用仪器的精度和对分析结果准确程度的要求,使必须保留的有效数字中,只有最后一位数是可疑数字。因而,使用电子天平称量时,物质的质量应记录至  $0.0001\text{ g}$ ; 确定滴定管所放出溶液的体积时,应记录至  $0.01\text{ mL}$ ; 滴定液的浓度,应取四位有效数字; 被测组分的质量百分数,一般要求计算至  $0.01\%$ 。

## 二、准确度与精密度

### (一) 准确度

准确度表示测量值 ( $x$ ) 与真值 ( $x_T$ ) 之间符合的程度。即表示测量结果的准确性。体现一个(一组)数据的准确性,以真值为参考。

真实值是个可以接近而不可达到的理论值。在实际工作中,常把化学试剂的理论含量作为真实值,而实际上并无绝对纯的试剂,也就是说真实值本身也都有一定的误差。所谓的真实值,实际上是把有经验的人用最可靠的方法进行多次测定所得的平均值作为真实值。

#### 1. 准确度的表示——绝对误差

绝对误差: 测量值 ( $x$ ) 与真值 ( $x_T$ ) 之差,用  $E$  表示: 若以  $x$  代表测量值,  $\mu$  代表真实值,则绝对误差  $E$  为:

$$E = |x - \mu|$$

误差越小,准确度就越高,所以误差的大小是衡量准确度高低的尺度,表示测量结果的准确性。

#### 2. 准确度的表示——相对误差

分析结果的准确度用相对误差 ( $R_E$ ) 表示: 相对误差是绝对误差占真值  $x_T$  的百分率,即:

$$R_E = E/x_T \times 100\% = (x - x_T)/x_T \times 100\%$$

相对误差越小,准确度越高; 绝对误差相等不等于相对误差相等; 用相对误差来比较各种情况下测定结果的准确度是比较科学的。

### (二) 精密度

精密度是指在相同的条件下多次重复(平行)测定值之间的吻合程度(个别测定值与平均值之间的吻合程度),表示测定结果的再现性。

精密度用“偏差”表示。偏差越小精密度越高,所以偏差的大小是衡量精密度高低的尺度。

偏差分为绝对偏差和相对偏差。

## 1. 偏差

偏差是指测量值与平均值之差。偏差越大，精密度越低。若令  $\bar{x}$  代表一组平行测定值的均值，则单次测量值  $x_i$  的偏差  $d = x_i - \bar{x}$ ， $d$  值有正有负。

## 2. 平均偏差

各单个偏差绝对值的平均值称为平均偏差 ( $\bar{d}$ )。

$$\bar{d} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|$$

式中  $n$  表示测量次数。应当注意，平均偏差都是正值。

## 3. 相对平均偏差

平均偏差与平均值之比称为相对平均偏差 ( $R_{\bar{d}}$ )。

$$R_{\bar{d}} = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\%$$

## 4. 标准偏差

标准偏差 ( $S$ ) 是反映一组供试品测定值离散程度的统计指标。

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

标准偏差可以更好地将较大的偏差和测定次数对精密度的影响反映出来，即用  $S$  比用  $d$  好，

## 5. 相对标准偏差

由于测量数值大小不同，只用标准偏差不足以说明测定的精密度情况，可以用相对标准偏差 ( $RSD$ ) 来说明精密度，其计算公式如下

$$RSD = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\%$$

总结：

(1) 误差表示测定值与真实值之差，偏差表示测定值与平均值之差。

(2) 所谓的“真实值”，其实是采用多种方法进行多次平行分析所得到的相对正确的平均值。在实际工作中不严格区分误差和偏差。

(3) 精密度只检验平行测定值之间的符合程度，和真值无关。只反映测量的偶然误差的大小，而准确度则检验测定值与真值的符合程度，同时反映了系统误差和偶然误差的大小。

应该从准确度和精密度两个方面评价数据优劣。

## 3. 准确度与精密度的关系

(1) 精密度是保证准确度的先决条件，精密度差，所测结果不可靠，也就失去了衡量准确度的前提；

(2) 高的精密度不一定能保证高的准确度，但只有高的精密度才可能有高的准确度。

## (三) 提高分析准确度的方法

要想得到准确的分析结果，必须设法避免在分析过程中出现各种误差。避免分析

误差的主要方法有：

1. 选择合适的分析方法
2. 减少测量误差

(1) 校正仪器 仪器不准引起的系统误差可以通过校正仪器来克服。如对砝码、移液管和滴定管等进行校正。

(2) 对照试验 对照试验是检查系统误差的有效方法，把含量已知的标准试样或纯物质当作样品，以所用方法进行定量分析，由分析结果与其已知含量的差值，便得出分析的误差，用此误差值可对测定结果加以校正。应当指出，用纯物质作样品进行对照试验不如用标准试样好，因为纯物质中不存在样品中的非被测成分，情况和实际不一样。

(3) 回收试验 在没有标准试样又不宜用纯物质进行对照时，可以往样品中加入已知量被测物质，用同法进行分析。由分析结果中被测组分的增大值与加入量之差，便能估计出分析的误差以评估方法的准确度，必要时应改进方法。

(4) 空白试验 在不加样品的情况下，用与样品相同的方法、步骤进行分析，把所得结果作为空白值从样品分析结果中减去。这样可以消除由于试剂不纯或容器不符合要求所产生的误差。

在消除系统误差的前提下，增加平行测定次数可以减小偶然误差。

## 三、有效数字的记录、修约和运算

### (一) 有效数字的记录

数据中能够正确反映一定量（物理量和化学量）的数字叫有效数字。包括所有的确定数字和最后一位不确定性的数字。有效数字中只允许保留一位不确定的数字。有效数字必须与所用的分析方法和使用仪器的准确度相适应。

为获取可靠的分析结果，不仅要准确地测量，而且要正确地记录和计算。一个分析数据，不仅能说明数值的大小，其位数的多少还表明它的准确程度。测量值的记录，必须与测量的准确度相符合。在分析工作中实际能测量到的数字我们称之为有效数字。记录有效数字时，规定只允许数的末位欠准，而且只能上下差 1。

记录测量值时，一般只保留一位可疑值。记录的位数超过恰当的有效数字的位数，不仅不能提高测量值的实际可靠性，反而给运算带来许多麻烦。

### (二) 修约规则

在数据的处理过程中，各测量值的有效数字位数可能不同。在运算时，按一定规则舍弃多余的位数，不但可以节省时间，而且可以避免计算误差。按运算法则确定有效位数后，舍弃多余的位数，称为数的修约。其基本原则如下：

1. “四舍六入五留双”规则：测量值中被修约的那个数等于或小于 4 时舍弃，等于或大于 6 时，进位。等于 5 时（5 后无数），若进位后测量数的末位数成偶数，则进位；成奇数，则舍弃。若 5 后还有数，说明修约数比 5 大，宜进位。

2. 数字修约要求一次完成，不能分次修约。

3. 在运算过程中, 为了减少舍入误差, 可多保留一位有效数字 (不修约), 在算出结果后, 再按运算法则, 将结果修约至应有的有效数字位数。特别在运算步骤长, 涉及数据多的情况下, 尤其需要。

4. 在修约标准偏差值或其他表示不确定度时, 修约的结果应使准确度的估计值变得更差一些。例如  $S=0.213$ , 若取两位有效数字, 宜修约为  $0.22$ , 取一位为  $0.3$ 。

### (三) 运算法则

在计算分析结果时, 每个测量值的误差都要传递到结果中, 即误差传递。必须根据误差传递规律, 按有效数字运算法则, 合理取舍, 就不会影响结果准确度的表达。

在做数学运算时, 对于有效数字的处理, 加减法与乘除法不同。做加减法是各数值绝对误差的传递, 所以结果的绝对误差必须与各数中绝对误差最大的那个相当。通常为了便于计算, 可按照小数点后位数最少的那个数保留其他各数的位数, 然后再相加减。

在乘法当中, 因为是各数值相对误差的传递, 所以结果的相对误差必须与各数中相对误差最大的那个相当。通常为了便于计算, 可按照有效数字位数最少的那个数保留其他各数的位数, 然后再相乘除。

## 四、可疑数据的取舍

在测量中往往会出现过高或过低的测量值, 叫做可疑数据或溢出值。例如, 测得 4 个数据:  $22.30$ 、 $20.25$ 、 $20.30$ 、 $20.32$ , 显然第一个测量值可疑。我们怀疑它可能是由于测量中发生了差错, 自然想在计算平均值和标准偏差时把它舍弃。但是舍弃一个测量值要有根据, 不能采取“合意者取之, 不合意者舍之”的不科学的态度。

在准备舍弃某测量值之前, 首先应检查该数据是否计算错误, 核对计算有无错误, 回想试验过程中是否有不正常的现象发生等等。如果找到了原因, 就有了舍弃这个数据的明确理由。若不能找到确定的原因, 就要用统计检验的方法确定可疑值是否来源于同一总体, 以决定取舍。在测量次数多, 一个逸出值对平均值的影响小, 所以问题容易解决。在测量次数少, 如  $3\sim5$  次的情况, 问题就比较困难, 因为这时不易把总体的标准偏差估计准确, 而且可疑值对于均值的影响也大。

## 第二章 基本操作

### 第一节 实验室常用玻璃仪器的洗涤和干燥

#### 一、玻璃仪器的洗涤

化学实验中使用的器皿应洗净，其内壁被水均匀润湿而无条纹、不挂水珠。

##### 1. 用去污粉、洗涤剂洗

实验室中常用的烧杯、锥形瓶、量筒等一般的玻璃器皿，可用毛刷蘸些去污粉或合成洗涤剂刷洗。

去污粉是由碳酸钠、白土、细沙等混合而成的。将要刷洗的玻璃仪器先用少量水润湿，撒入少量去污粉，然后用毛刷擦洗。利用碳酸钠的碱性去除油污，细沙的磨擦作用和白土的吸附作用增强了对玻璃仪器的清洗效果。玻璃仪器经擦洗后，用自来水冲掉去污粉颗粒，然后用蒸馏水洗三次，去掉自来水中的钙、镁、铁、氯等离子。

洗干净的仪器倒置时，仪器中存留的水可以完全流尽而仪器不留水珠和油花。出现水珠或油花的仪器应当重新洗涤。洗净的仪器不能用纸或抹布擦干，以免将脏物或纤维留在器壁上面沾污了仪器。仪器倒置时应放在干净的仪器架上（不能倒置于实验台上）。锥形瓶、容量瓶等仪器可倒挂在漏斗板或铁架台上。小口径的试管等可倒插在特别的干净的支架上。

##### 2. 铬酸洗液

滴定管、移液管、容量瓶等具有精确刻度的仪器，常用铬酸洗液浸泡 15 min 左右，再用自来水冲净残留在器皿上的洗液，然后用蒸馏水润洗 2~3 次。

铬酸洗液的配制：在台秤上称取 10 g 工业纯  $K_2Cr_2O_7$ （或  $Na_2Cr_2O_7$ ）置于 500 mL 烧杯中，先用少许水溶解，在不断搅动下，慢慢注入 200 mL 浓硫酸（工业纯），待  $K_2Cr_2O_7$  全部溶解并冷却后，将其保存于带磨口的试剂瓶中。所配的铬酸洗液为暗红色液体。因浓硫酸易吸水，用后应将磨口玻璃塞子塞好。

使用洗液应按以下顺序操作：

（1）用洗液洗涤前，凡能用毛刷洗刷的仪器必须先用自来水和毛刷洗刷，倾尽水，以免洗液被稀释后降低洗涤效果。

（2）洗液用过后倒回原磨口瓶中，以备下次再用。当洗液变为绿色而失效时，可

倒入废液桶中，绝不能倒入下水道，以免腐蚀金属管道。

(3) 用洗液洗涤过的仪器，先用自来水冲净，再以蒸馏水润洗内壁 2~3 次。

(4) 洗液为强氧化剂，腐蚀性强，使用时特别注意不要溅在皮肤和衣服上。

必须指出：洗液不是万能的，以为任何污垢都能用它洗去的说法是不对的。如被  $\text{MnO}_2$  沾污的器皿，用洗液是无效的，此时可用草酸、盐酸或酸性  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  等还原剂洗去污垢。

### 3. 用其他溶剂洗

光度法中所用比色皿，是由光学玻璃制成的，不能用毛刷刷洗。通常视沾污的情况，选用铬酸洗液、 $\text{HCl}$ -乙醇、合成洗涤剂浸泡后，用自来水冲洗净，再用蒸馏水润洗 2~3 次。

#### (1) $\text{NaOH}$ - $\text{KMnO}_4$ 水溶液

称取 10 g  $\text{KMnO}_4$  放入 250 mL 烧杯中，加入少量水使之溶解，再慢慢加入 100 mL 10%  $\text{NaOH}$  溶液，混匀即可使用。该混合液适用于洗涤油污及有机物。洗后在器皿中留下的  $\text{MnO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  沉淀物可用  $\text{HCl}$ - $\text{NaNO}_2$  混合液、酸性  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  或热草酸溶液等洗去。

#### (2) $\text{KOH}$ -乙醇溶液

适合于洗涤被油脂或某些有机物沾污的器皿。

#### (3) $\text{HNO}_3$ -乙醇溶液

适合于洗涤油脂或有机物沾污的酸式滴定管。使用时先在滴定管中加入 3 mL 乙醇，沿壁加入 4 mL 浓  $\text{HNO}_3$ ，盖住滴定管管口，利用反应所产生的氧化氮洗涤滴定管。

## 二、玻璃仪器的干燥

### 1. 烘干

洗净的仪器可以放在电热干燥箱（烘箱）内烘干，但放进去之前应尽量把水倒净。放置仪器时，应注意使仪器的口朝下（倒置后不稳的仪器则应平放）。

### 2. 烤干

烧杯等可以放在石棉网上用小火烤干。试管可以直接用小火烤干，操作时，试管要略为倾斜，管口向下，并不时地来回移动试管，把水珠赶掉。

### 3. 晾干

洗净的仪器可倒置在干净的实验柜内的仪器架上（倒置后不稳定的仪器如量筒等，则应平放），让其自然干燥。

### 4. 吹干

急用的仪器可用玻璃仪器气流烘干器干燥（温度在 60~70℃ 为宜）或用吹风机将仪器吹干。

### 5. 有机溶剂干燥

一些带有刻度的计量仪器，不能用加热方法干燥，否则会影响仪器的精密度。这时可以将一些易挥发的有机溶剂（如酒精或酒精与丙酮的混合液）加到洗净的仪器中，

把仪器倾斜，转动仪器，使器壁上的水与有机溶剂混合，然后倾出，待少量残留在仪器内的混合液挥干后，仪器即可干燥完毕。

## 第二节 实验室常用玻璃仪器的使用

实验室常用的玻璃仪器有试管、烧杯、试剂瓶、量筒、移液管、吸量管、容量瓶和滴定管等。

### 一、试管

试管根据其玻璃化学组成和对热的稳定性及大小的不同，分为硬质试管和软质试管等。试管有平口试管 [图 2-2-1 (a)]、卷口试管 [图 2-2-1 (b)]、具塞试管 [图 2-2-1 (c)]、有刻度或无刻度试管等多种。

试管的规格常以管口外径 (mm)  $\times$  管长 (mm)，或管口内径 (mm)  $\times$  管长 (mm) 表示，刻度试管和离心管还以容量 (mL) 表示。试管用作少量试剂的反应容器，便于操作和观察。试管可以加热至高温，但不能骤热骤冷，特别是软质试管更容易破裂。加热时要不断移动试管，使其受热均匀。小试管一般用水浴加热。

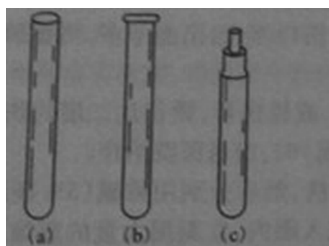


图 2-2-1 试管



图 2-2-2 烧杯

### 二、烧杯

烧杯的规格以容量 (mL)、全高 (mm)、外径 (mm) 表示 (图 2-2-2)。烧杯用作反应物量多时的反应容器。加热时应在热源 (如酒精灯) 与杯底之间加隔石棉网或使用其他热浴 (如砂浴、水浴、油浴等)，使其受热均匀，加热时勿使温度变化过于剧烈。

### 三、试剂瓶

试剂瓶的规格以容量 (mL)、瓶高 (mm)、瓶外径 (mm)、瓶口外径 (mm) 表示。一般有无色试剂瓶和棕色试剂瓶；有广口 (或大口) 试剂瓶 (图 2-2-3) 和细口 (或小口) 试剂瓶 (图 2-2-4) 等种类。棕色试剂瓶多用于容装见光易分解的试剂或溶液，如碘、硝酸银、高锰酸钾、碘化钾等试剂。广口试剂瓶多用于容装固体试剂。

细口试剂瓶容装对玻璃侵蚀性小的液体试剂。试剂瓶容装碱性物质时，应取下瓶塞改用橡皮塞或软木塞（注意保存原瓶塞），或用塑料试剂瓶装。使用时要注意保持原瓶塞与瓶相符，瓶塞不能互换，以利密封。取用试剂时应将瓶塞倒放在桌上以免弄脏瓶塞。试剂瓶不能用火直接加热烘干，只能用恒温干燥箱或电吹风进行干燥，或用容装溶液淌洗后使用。试剂瓶只能用于贮存试剂，不能用作加热器皿，也不能注入使其骤冷骤热的试剂。试剂瓶不用时，应清洗干净，并在瓶口与瓶塞之间隔一纸条，以防因搁置久后互相黏结。



图 2-2-3 广口试剂瓶



图 2-2-4 细口试剂瓶

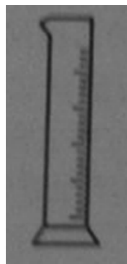


图 2-2-5 量筒

#### 四、量筒

量筒用于量取一定体积的试剂用，在量取要求不太准确的溶液时，使用量筒比较方便。量筒规格以其容量（mL）、筒高（mm）、筒身内径（mm）及最小分度（mL）表示。量筒（图 2-2-5）有 10 mL、25 mL、50 mL、100 mL 等，实验中可根据所取溶液的体积来选用。使用时，必须选用合适规格的量筒，不要用大量筒量取小体积，也不可用小量筒多次量取大体积溶液，以免增加误差。量取体积时以液面的弯月面的最低点为准。量筒不能加热，不能注入使其骤冷骤热的液体，也不能作反应器。

#### 五、移液管和吸量管

要求准确移取一定体积溶液时，可用移液管。经常用的移液管有 5 mL、10 mL、25 mL 等。移液管一般是中部有近球形的玻璃管，管的上部有一刻度线表明体积，流出的溶液的体积与管上所标明的体积相同。

吸量管一般只用于取小体积的溶液。管上带有分度，可以用来吸取不同体积的溶液。但用吸量管取溶液的准确度，不如移液管。上面所指的溶液均以水为溶剂，若为非水溶剂，则体积稍有不同。（图 2-2-6）

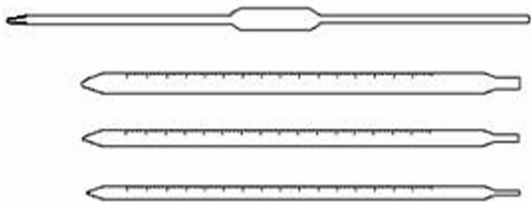


图 2-2-6 移液管和吸量管

移液管和吸量管的使用方法简单介绍如下：

### 1. 洗涤

使用前用少量洗液润洗后，依次用自来水润洗三次、蒸馏水润洗三次，洗净的移液管和吸量管整个内壁和下部的内壁不挂水珠。

移取溶液前再用少量移液管润洗三次。润洗移液管时，为避免溶液稀释或沾污，可将溶液转移至小烧杯中吸取。首先吸入少量溶液至移液管中，将移液管慢慢放平，并旋转使移液管内壁全部洗过。然后将管直立，将管中液体沿烧杯内壁放出，然后再将小烧杯的液体沿管的外壁下部倒出（弃去）。这样一次即可将移液管内壁、小烧杯内壁和移液管下端的外壁同时润洗一遍。如此操作三次后，将移液管直接插入容量瓶中或将溶液倒入小烧杯中吸取。

用移液管润洗的工作也可按下法进行：用蒸馏水洗净后，用吸水纸将移液管尖端内外的水除去，然后用待吸液洗三次。方法是：用吸水纸处理过的移液管直接插入容量瓶中，将待吸溶液吸至球部，立即用右手按住管口（尽量勿使溶液回流，以免稀释溶液）。每次用吸水纸除去管尖端内外液体，后面操作同前。

### 2. 吸取溶液

用移液管移取溶液时，右手拇指和中指拿住管颈标线的上部（见图 2-2-7），将移液管垂直插入液面以下 1~2 cm 深度，不要插入太深，以免外壁粘带溶液过多；也不要插入太浅，以免液面下降时吸空。随着液面的下降，移液管逐渐下移。左手拿洗耳球将溶液吸入管内至标线以上，拿去洗耳球，随即右手食指按住管口。将移液管离开液面，靠在器壁上，稍微放松食指，同时轻轻转动移液管，使液面缓慢下降，当液面与标线相切时，立即按紧食指使溶液不再流出。

### 3. 放出溶液

把移液管的尖嘴靠在接收容器内壁上，让接收容器倾斜而移液管直立。放开食指使溶液自由流出，如图 2-2-7 所示。待溶液不再流出时，等 15 s 后再取出移液管。最后尖嘴内余下的少量溶液，不必用力吹入接收器中，因原来标定移液管体积时，这点体积已不在其内（如移液管上有一个吹字，则一定要将尖嘴内余下的少量溶液吹入接收容器中）。这样，从管中流出的溶液正好是管上标明的体积。

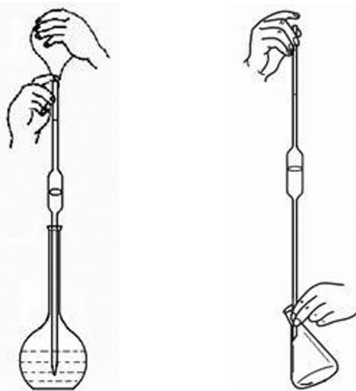


图 2-2-7 吸取溶液和放出溶液

## 六、容量瓶

配制准确浓度的溶液时要用容量瓶。它是细颈的平底瓶，配有磨口玻璃塞或塑料塞，容量瓶上标明使用的温度和容积，瓶颈上有刻线。容量瓶使用方法如下：

### 1. 检查瓶塞是否严密

在容量瓶内加水，塞上瓶塞，右手食指按住瓶盖，其余手指拿瓶颈标线以上部分，左手用指尖托住瓶底边缘，将瓶倒置 2 min，如不漏水，将瓶直立，瓶盖旋转 180°后再次捡漏，如不漏水才能使用。为避免塞子打破或遗失，应用橡皮套把塞子系在瓶颈上。

### 2. 洗涤

容量瓶的洗涤方法与移液管相似。使用前用少量洗液润洗后，依次用自来水洗三次、蒸馏水洗三次。

### 3. 配制溶液

用容量瓶配制溶液，如是固体物质，先要在烧杯内溶解，再转移到容量瓶中，转移溶液时用搅拌棒引流（见图 2-2-8）。用蒸馏水冲洗烧杯几次，洗涤液转入容量瓶中。然后慢慢往容量瓶中加入蒸馏水，当液面接近刻线约 1 cm 时，稍停后待附在瓶颈上的水流下后，用洗瓶或用烧杯溶样时所用的搅拌棒蘸水（尽量不用滴管）滴加水到水的弯月面与标线相切。盖好瓶塞，按图 2-2-9 将容量瓶倒置摇动，重复几次，使溶液混合均匀。

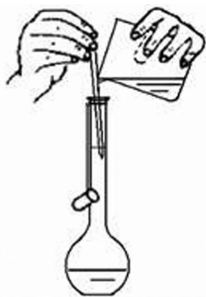


图 2-2-8 转移溶液到容量瓶中

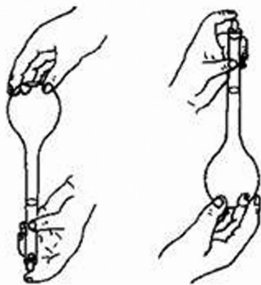


图 2-2-9 容量瓶的翻动

如固体是经加热溶解的，溶液冷却后才能转入容量瓶内。如果要把浓溶液稀释，要用移液管吸取一定体积浓溶液放入容量瓶中，然后按上述操作加水稀至刻度线。

配好的溶液如需保存，应转移到清洁、干燥的磨口试剂瓶中。容量瓶用毕后应立即用水冲洗干净。如长期不用，磨口处应洗净擦干，并用纸片将磨口隔开。容量瓶不得在烘箱中烘烤，也不能用其他任何方法进行加热。

## 七、滴定管

滴定管分酸式滴定管和碱式滴定管两种。除碱性溶液用碱式滴定管外，其他溶液一般都用酸式滴定管。

酸式滴定管下端有一个玻璃活塞，用于控制溶液的滴出速度。使用前先取出活塞用滤纸吸干，然后用手指粘少量凡士林油在塞子的两头涂一薄层（见图 2-2-10），将