

A photograph of a long, straight road lined with large, mature trees with dense green foliage, creating a canopy effect. The road has a yellow double line in the center and white lines on the sides. The text 'Welcome to Peking University Health Sciences Center' is overlaid on the image in a stylized, multi-colored font. The word 'Welcome' is blue, 'to' is white, 'Peking' is blue, 'University' is yellow, 'Health' is yellow, 'Sciences' is purple, and 'Center' is purple.

Welcome to Peking
University Health
Sciences Center

无机及定量分析实验

导论

尹富玲

实验地点：**药学院 28 教。**

实验室	28 教楼下、楼上
万分之一 分析天平室	102
实验准备室	126 (28 教对面)

实验教材

曾慧慧、刘俊义主编
《现代实验化学》（上册）
北京大学医学出版社

参
考
书

《基础化学》

《无机及分析化学》

蔡炳新、陈贻文主编《基础化学实验》

科学出版社

刘约权、李贵深主编《实验化学》（上册）

高等教育出版社

张勇、胡忠鯁主编《现代基础化学实验》

科学出版社

基础化学实验

- 一、实验室工作基本要求和基础知识
- 二、实验化学基本要求
- 三、实验化学操作技能

(一) 化学实验室学生守则

1. 实验前准备：预习、查阅资料、预习报告。
2. 实验中仔细观察各种现象，如实地记录，保持工作区整洁、有序；实验后废纸→垃圾桶、废液→废液缸。
3. 爱护财物，损坏仪器要登记，节约水电；电热板、电热套、水浴等加热设备用毕后，立即关闭；实验结束后拔掉插销、擦拭干净。



(一) 化学实验室学生守则

4. **大型仪器**使用，须遵循操作规程；
5. **切记不要湿手接触插座。**
6. 实验完毕**教师签字**后，清洗仪器放回原处、揩净实验台。**值日生**——整理仪器和试剂，擦拭实验台、边台和黑板，检查门、窗、水、电，扫地、拖地，最后请实验准备教师检查完后方可离开。
7. 及时书写**实验报告**，课代表收齐后交教师批阅。

(二) 实验室安全守则

1. **浓酸、浓碱**具有强腐蚀性，使用时要小心。
2. **有机溶剂**易燃，使用时须远离火源；用后盖紧瓶塞，置于阴凉处。
3. 涉及**刺激性气味的、恶臭的、有毒的气体**，加热或蒸发**盐酸、硝酸、硫酸**须开通风橱。
4. **有毒药品**严防进入口内或接触伤口，**有毒废液**统一回收处理。

(二) 实验室安全守则

5. 加热试管时，切勿将试管口指向别人或自己；不要俯视正在加热的液体；浓缩液体时，应不断搅拌。
6. 熟悉实验室水、电、气的安装情况、总闸位置及消防器材存放处，以便应急处理。
7. 实验室所有药品不得携带出室外。
8. 实验完毕，洗净手后再离开实验室。

(三) 实验室事故处理

- 1. 割伤：**先取出伤口内的异物，不要用水洗伤口。轻者可涂以紫药水（或红汞药水、碘酒）；重者先用酒精清理消毒，再用纱布按住伤口，压迫止血，立即医院治疗。
- 2. 烫伤：**先用10% KMnO_4 溶液冲洗灼伤处，再涂上烫伤膏或万花油。
- 3. 打碎水银温度计：**收集 Hg \rightarrow 硫磺粉或 FeSO_4 覆盖。

(三) 实验室事故处理

- 4. 酸腐蚀：**先用大量水冲洗，再用饱和 NaHCO_3 溶液（或稀氨水，肥皂水）冲洗，最后再用水冲洗。若溅入眼睛内：立即大量水冲洗 \rightarrow 稀 NaHCO_3 溶液 \rightarrow 水洗。
- 5. 碱腐蚀：**先用大量水冲洗，再用 1% 柠檬酸（或 $0.3 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1} \text{ HAc}$ ，硼酸溶液）冲洗，最后再用水冲洗。若溅入眼睛内：立即大量水冲洗 \rightarrow 硼酸溶液 \rightarrow 水洗。

6. **起火**：关闭燃气龙头、切断电源、移走易燃易爆品，根据起火原因灭火：

- **有机溶剂**：沙土， CO_2 、1211、干粉灭火器；
- **电器**：1211、干粉、 CCl_4 灭火器；
- **活泼金属**（Na、Mg等）：沙土、干粉灭火器；
- **身上衣服**：脱下衣服或就地卧倒打滚。

7. **触电**：立即切断电源或用绝缘物将触电者与电源隔开，必要时可人工呼吸。

(四) 化学试剂及有关知识

1. 化学试剂的分类

P_{10~12}

- 一般试剂
- 标准试剂
- 高纯试剂
- 专用试剂

2. 化学试剂的选用 P_{12~13}

3. 化学试剂的贮存 P₁₃

4. 化学试剂的取用 P_{13~15}

5. 常用试剂使用注意事项 P_{15~27}

就低不就高

应少取，多取的
试剂倒入回收瓶
不能倒回原瓶



二、实验化学基本要求

(一) 实验化学基本要求

I 实验记录要求

一丝不苟
实事求是

- 注意看
- 积极想
- 认真做
- 及时记
- 善于论

II 实验报告格式

1. 实验名称
2. 实验目的
3. 实验原理
4. 实验步骤及实验现象
5. 实验数据及其处理
6. 实验结果与讨论
7. 思考题

(二) 实验结果处理和数据表达 (P₆₀)

I 误差产生的原因和分类

error { **systematic error**
accident error

1、**系统误差** \swarrow **determinate error**

- 由某些固定原因引起的。

(1) 特点

- **重现性**: 重复测定重复出现;
- **单向性**: 测定误差都或正或负;
- **可测性**: 误差恒定, 可以校正。

(2) 产生原因

- **方法误差**（errors of method）：由分析方法本身的缺陷或不够完善而产生的误差。
- **仪器和试剂误差**（instrumental errors and those due to reagent）：仪器不够准确、试剂不纯所造成的误差。
- **操作误差**（operative errors）：由于操作者习惯上的或主观因素所造成的误差。

2、偶然误差

random error

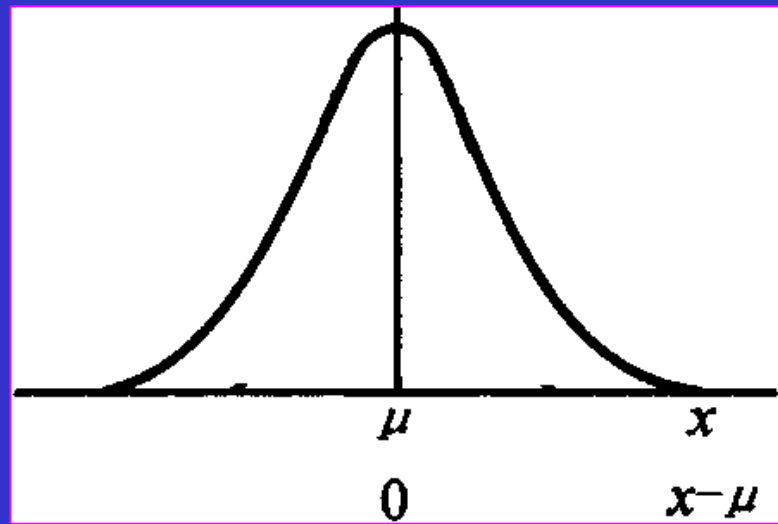
- 由某些随机的偶然因素造成的误差。

(1) 偶然误差的性质

- 误差的大小、正负都是不固定的。
- 不可消除（原因不定）。
- 消除系统误差后，在同样条件下多次测定，可发现偶然误差服从统计规律。

indeterminate error

(2) 偶然误差统计规律— 正态分布



- 👉 大小相等的正负误差出现的概率相等。
- 👉 小误差出现的概率大，大误差出现的概率小。
- 👉 在平均值附近的测量值出现概率最大。
- ✓ 偶然误差的减小：增加平行测定次数。

II 误差的表示方法

1. 误差和准确度

- **准确度**：测定值 (x) 与真实值 (μ) 的符合程度。
 - **绝对误差** (E) : $E = x - \mu$
 - **相对误差** (RE) : 绝对误差 (E) 在真实值 (T) 中所占的百分率。

$$RE = \frac{E}{T} \times 100\%$$

例 用分析天平称取两份 Na_2CO_3 ，其质量分别为 **1.6380g** 和 **0.1638g**，假定这两份的真实值分别为 **1.6381g** 和 **0.1639g**，求它们的 E 和 RE 。

$$\text{解 } E_1 = 1.6380\text{g} - 1.6381\text{g} = -0.0001\text{g}$$

$$E_2 = 0.1638\text{g} - 0.1639\text{g} = -0.0001\text{g}$$

$$RE_1 = \frac{-0.0001\text{g}}{1.6381\text{g}} \times 100\% = -0.006\%$$

$$RE_2 = \frac{-0.0001\text{g}}{0.1639\text{g}} \times 100\% = -0.06\%$$

RE 更能反映测定结果的准确度。

2. 偏差与精密度

- **精密度** (precision) : 在相同条件下, 多次平行测定结果的接近程度。
- **算术平均值** (\bar{x}) : 对同一种试样, 在同样条件下重复测定 n 次, 结果分别为:
 x_1, x_2, \dots, x_n 。

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

- **绝对偏差** (absolute deviation) :
单次测量值与平均值之差。 $d_i = x_i - \bar{x}$

- **绝对平均偏差** absolute mean deviation

$$\bar{d} = \frac{|d_1| + |d_2| + \cdots + |d_n|}{n} = \frac{\sum |d_i|}{n}$$

- **相对平均偏差** relative

mean deviation: 绝对平均偏差在算术平均值中所占的百分率。

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

- **标准偏差** standard deviation:

$$s = \sqrt{\frac{d_1^2 + d_2^2 + \cdots + d_n^2}{n-1}}$$

- **相对标准偏差**: $RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\%$

例 测定食醋中HAc的含量，5次平行测定结果为：4.82%、4.85%、4.75%、4.80%、4.78%，计算测定结果的绝对平均偏差、相对平均偏差、标准偏差和相对标准偏差。

解 平均值：

$$\bar{x} = \frac{4.82\% + 4.85\% + 4.75\% + 4.80\% + 4.78\%}{5} = 4.80\%$$

绝对平均偏差：

$$\bar{d} = \frac{0.02\% + 0.05\% + 0.05\% + 0 + 0.02\%}{5} = 0.03\%$$

相对平均偏差:

$$\overline{Rd} = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{0.03\%}{4.80\%} \times 100\% = \mathbf{0.6\%}$$

标准偏差:

$$s = \sqrt{\frac{(0.02\%)^2 + (0.05\%)^2 + (0.05\%)^2 + 0^2 + (0.02\%)^2}{5-1}}$$
$$= \mathbf{0.04\%}$$

相对标准偏差: $RSD = \frac{0.04\%}{4.80\%} \times 100\% = \mathbf{0.8\%}$

➤ 平均偏差与标准偏差的说明

- ✓ 平均偏差比标准偏差计算简便。
- ✓ 当测定次数少时，一般用相对平均偏差表示精密度即可。
- ✓ 当测定次数较多时，标准偏差能更好地反映出小偏差和大偏差的差别。
 - 因为将偏差平方后，大偏差能更显著地表示出来，因而能更清楚地说明数据分散的程度。

3、准确度与精密度的关系



	甲▽	乙×	丙●
精密度	高	高	低
准确度	高	低	低
结果	可靠	系统误差	不可靠

- (1) 精密度高不一定准确度高。
- (2) 准确度高一定要求精密度高。
- (3) 好的结果，准确度和精密度应都高。

精密度是保证准确度的先决条件

III 提高分析结果准确度的方法

1. 选择合适的分析方法

- 根据对测定结果要求的准确度与试样的组成、性质和被测组分的相对含量选择合适的分析方法。

2. 减少测量误差

- 所用仪器和量器的测量误差。

(1) 称量试剂或试样质量的要求;



(2) 消耗标准溶液体积的要求。



3. 减少或消除系统误差

(1) 对照试验

- 将已知准确含量的标准试样按照测定试样相同的方法和条件进行分析。
- 检验、校正方法误差的有效方法。

(2) 空白试验

- 在不加试样的情况下，按照分析试样同样的条件、方法、步骤进行分析。
- 可以消除或减少试剂误差。

(3) 校正仪器

- 消除或减少仪器误差。
- 在精确的分析中，砝码、滴定管、移液管、容量瓶等仪器须经常校准，并在计算结果时采用校正值。

4. 减小偶然误差

- 增加平行测定次数。
- 一般要求平行测定 3—5 次。

IV 有效数字及其运算规则

1. 有效数字 (significant figure)

- 在实际测量时所得到的全部数字。
- 它包括所有的准确数字和最后一位可疑数字。 23.26 mL 0.2229 g

- 可疑数字上有 ± 1 个单位的误差。

- 有效数字位数的计位规则

(1) 非“0”数字都计位。

(2) “0”看前后。



① 以“0”开头的小数，数字前面的“0”都不计位，仅起定位的作用。

如， 0.0123g ， 1.26×10^{-8} 均3位有效数字。

② 位于非零数字之间以及小数尾数的“0”是有效数字。

如， 0.1028 ， 10.00% 均为4位有效数字。

③ 以整数结尾的“0”，有效位数难确定。

如， 1100 ，有效数字不明确，

记为， 1.1×10^3 为2位；

记为， 1.10×10^3 为3位。

(3) pH 、 $\text{p}K_a$ 、 $\lg K_s$ 等对数值，其有效数字的位数仅取决于小数部分数字的位数。

如， $\text{pH} = 10.30 \leftarrow [\text{H}^+] = 5.0 \times 10^{-11}$ ，两位

(4) 算式中的倍数或分数这些数字的位数不受有效数字位数的限制。

例 判断下列数据的有效数字的位数。

(1) 0.1030 (2) $\text{pH} = 8.60$ (3) $K_a = 5.76 \times 10^{-5}$

(4) 0.00500 (5) 1.00×10^4 (6) $\lg K_s = 10.50$

答：(1) 4 位；(2) 2 位；(3) 3 位

(4) 3 位；(5) 3 位；(6) 2 位

2. 有效数字的修约

- 修约规则：“四舍六入五留双”
 - ✓ 被修约数 ≤ 4 ，则 4 舍弃。
 - ✓ 被修约数 ≥ 6 ，则进 1。
 - ✓ 被修约数 = 5：5 后有非零数字，则进 1；5 后没数或全是“0”，则看 5 前一位数，是奇数则进 1，是偶数则舍去。
- 只能对数字进行一次修约。

例 把下面一组数修约为 4 位有效数字

0.25664	0.63266	17.0853	11.2350	15.6450
↘	↘	↘	↘	↘
0.2566	0.6327	17.09	11.24	15.64

3. 有效数字的运算规则

笔算：先修约，后运算；计算器：最后修约结果

(1) 加减法则：以小数点后位数最少（绝对误差最大）的数为准保留有效数字的位数。

$$\begin{aligned} 0.5362 + 0.0014 + 0.25 \\ = 0.54 + 0.00 + 0.25 = 0.79 \end{aligned}$$

(2) 乘除法则：以有效数字位数最少（相对误差最大）的数为准保留有效数字的位数。

$$\begin{aligned} 0.0121 \times 25.64 \times 1.05782 \\ = 0.0121 \times 25.6 \times 1.06 = 0.328 \end{aligned}$$

V 分析结果的数据处理

☞ 置信度与平均值的置信区间

☞ 显著性检验 {

- F 检验法
- T 检验法
- Q 检验

VI 实验结果的表达与处理

- 列表法
- 作图法
- 计算机数据图形处理

三、实验化学操作技能

- (一) 玻璃仪器的洗涤和干燥 (P₇₅ ~ 78)
- (二) 加热和冷却 (P₇₉ ~ 82)
- (三) 固体和液体的分离 (P₁₂₁ ~ 128)
- (四) 滴定分析基本操作 (P₈₈ ~ 94)
- (五) 天平与称量 (P₁₁₃ ~ 118)



称量是化学实验中最基本的操作之一

天平 { 台秤 (可称准至0.1g 或 1g)
分析天平

分析天平

📄 杠杆式机械
电光天平

双盘
单盘

{ 半自动
全自动

📄 电子天平

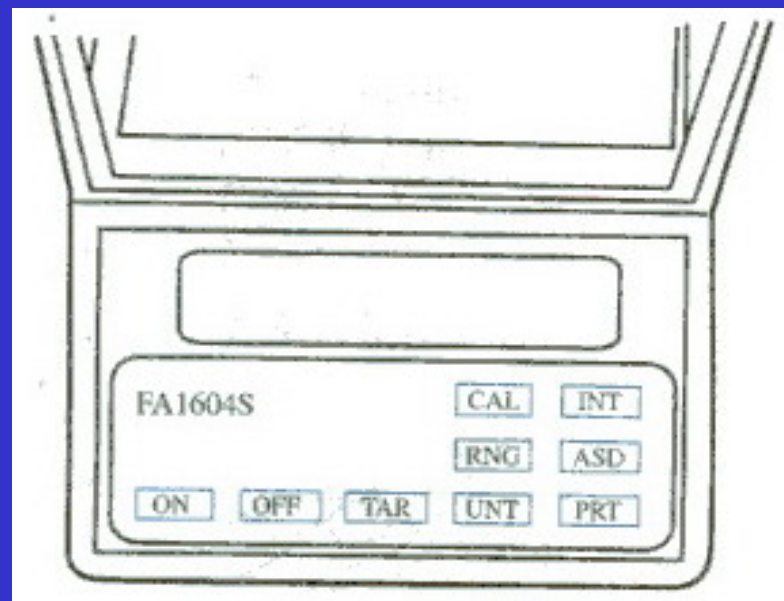
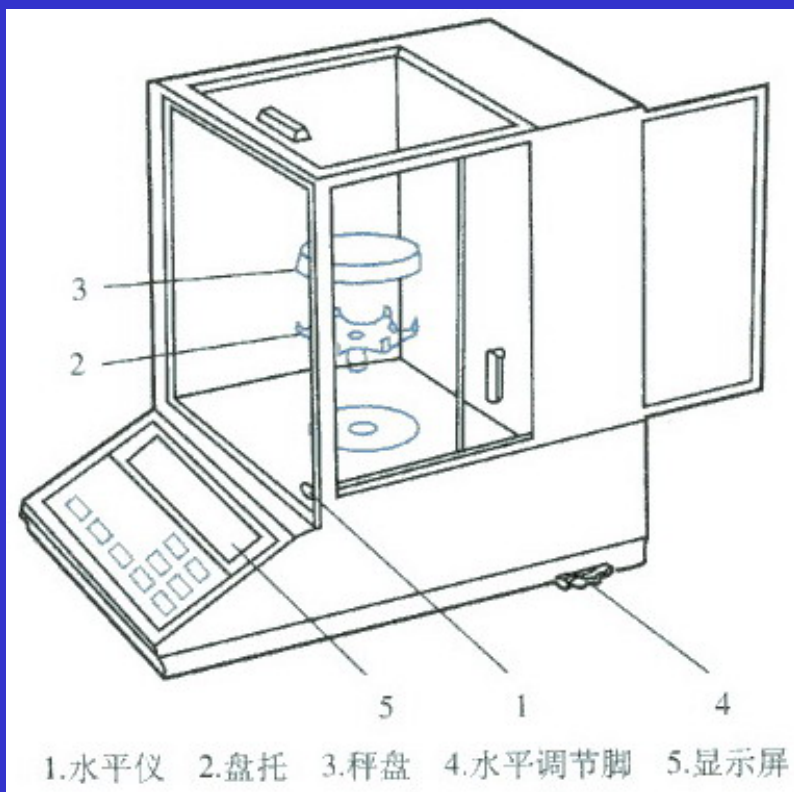
- 百分之一 → 0.01 g
- 千分之一 → 0.001 g
- 万分之一 → 0.0001 g
- 十万分之一 → 0.00001 g



电子天平



万分之一电子天平



电子天平使用注意事项

- 开机、预热、校准均由教师负责，学生只按 **TAR** 键，勿动其他键。
- 称量动作要轻，并时常检查天平是否水平。
- 称量时，克服影响天平示值变动性的各种可能因素。

称量方法

☆直接称量法

☆固定量称量法

☆差减称量法（减量法）

普通化学实验成绩评定

1. 预习报告：10分

2. 提问：10分

3. 实验操作：50分

4. 实验报告：30分

★迟到、早退：扣10分

★桌面、地面不整洁：扣10分

★无报告：0分

THE END

