



医药卫生类专业“互联网+”精品教材

分析化学

主 编 付菜花



北京出版集团公司
北 京 出 版 社

分析化学

主 编 付菜花

北京出版集团公司
北京出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

分析化学 / 付菜花主编. — 北京 : 北京出版社,
2016.8 (2024 重印)
ISBN 978-7-200-12353-1

I. ①分… II. ①付… III. ①分析化学—教材 IV.
① O65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 191824 号

分析化学

FENXI HUAXUE

主 编: 付菜花
出 版: 北京出版集团公司
北 京 出 版 社
地 址: 北京北三环中路 6 号
邮 编: 100120
网 址: www.bph.com.cn
总发行: 北京出版集团公司
经 销: 新华书店
印 刷: 定州市新华印刷有限公司
版 次: 2016 年 8 月第 1 版 2021 年 10 月修订 2024 年 8 月第 5 次印刷
开 本: 787 毫米 × 1092 毫米 1/16
印 张: 10
字 数: 194 千字
书 号: ISBN 978-7-200-12353-1
定 价: 32.00 元

质量监督电话: 010-82685218 010-58572341 010-58572393

目 录

项目一	绪论	1
	任务一 基础理论 基本知识	1
	任务二 自我检测	5
	任务三 实验	5
项目二	误差和分析数据的处理	12
	任务一 基础理论 基本知识	12
	任务二 自我检测	24
	任务三 实验	27
项目三	滴定分析法	32
	任务一 基础理论 基本知识	32
	任务二 自我检测	42
	任务三 实验	45
项目四	酸碱滴定法	51
	任务一 基础理论 基本知识	51
	任务二 自我检测	67
	任务三 实验	70
项目五	沉淀滴定法	73
	任务一 基础理论 基本知识	73
	任务二 自我检测	80
	任务三 实验	81
项目六	配位滴定法	84
	任务一 基础理论 基本知识	84
	任务二 自我检测	94
	任务三 实验	96

项目七	氧化还原滴定法	99
任务一	基础理论 基本知识	99
任务二	自我检测	108
任务三	实验	110
项目八	紫外 - 可见分光光度法	116
任务一	基础理论 基本知识	116
任务二	自我检测	134
任务三	实验	137
附表		141
附表一	元素的相对原子质量表	141
附表二	弱酸弱碱在水中的电离常数	143
附表三	难溶化合物的溶度积常数表	146
附表四	标准电极电位表	148
附表五	化合物的相对分子质量表	152
参考文献		154

北京出版社



项目二

误差和分析数据的处理

任务一 基础理论 基本知识

► 学习目标

1. 掌握误差产生的原因及减小误差的方法。
2. 掌握准确度与精密度的表示方法。
3. 掌握有效数字位数的判断、修约及运算规则。
4. 理解准确度与精密度的关系。
5. 了解可疑值的取舍方法。

定量分析的任务是通过实验准确测定试样中被测组分的含量。因此，必须使分析结果具有一定的准确性。不准确的分析结果可能导致生产上的损失及资源的浪费，甚至是科学上的错误结论。

在定量分析中，受分析方法、测量仪器、试剂和分析人员主观条件等各方面的限制，测得的结果不可能与真实值完全一致；同时，定量分析要经过一系列步骤，并不只是一次简单的测量，每个步骤测量的误差都会影响分析结果的准确性。因此，即使是技术娴熟的分析人员，用最完善的分析方法和最精密的仪器，对同一试样进行多次测量，也很难得到完全一致的结果。这说明客观上存在着难以避免的误差，使得测量结果不可能绝对准确。随着科学技术的进步和人类认识客观世界能力的提高，误差可以被控制得越来越小，但难以降至零。所以，在进行定量分析时，必须根据对分析结果准确度的要求，合理安排实验，对分析结果的可靠性进行合理评价，并予以正确表达。

知识链接

测量

测量是人类认识事物本质所不可缺少的手段。通过测量和实验能使人们对事物获得定量的概念和发现事物的规律性。科学上很多新的发现和突破都是以实验测量为基础的。测量就是用实验的方法，将被测物理量与所选用的作为标准的同类量进行比较，从而确定它的大小。

2.1 测量值的准确度和精密度

2.1.1 准确度与精密度

1. 准确度与误差

准确度是指测量值与真实值接近的程度,测量值与真实值越接近,测量越准确。误差是指测量值与真实值之间的差值,因此,可以用误差来衡量准确度的高低,误差越小,表示测定结果与真实值越接近,准确度越高;反之,误差越大,准确度越低。误差可分为绝对误差与相对误差。

绝对误差是指测量值与真实值之间的差值。绝对误差用符号 E 表示,测量值用符号 x 表示,真实值用符号 μ 表示,绝对误差的计算式为:

$$E = x - \mu$$

绝对误差以测量值的单位为单位,误差可为正值,也可为负值。当测量值大于真实值时,误差为正值,表示测定结果偏高;当测量值小于真实值时,误差为负值,表示测定结果偏低。

相对误差是指绝对误差与真实值的比值的百分率。相对误差用符号 RE 表示,相对误差的计算式为:

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

相对误差反映了误差在真实值中所占的比例,它同样可为正值,也可为负值,但没有单位。

► 案例分析

案例 2-1

学生小李用同一台万分之一分析天平称量两份无水碳酸钠样品的质量,分别为 2.146 3 g 和 0.214 6 g。假定两份样品的真实质量分别为 2.146 2 g 和 0.214 5 g,试分析小李的两次称量结果的准确度是否一致?

分 析

小李用同一台万分之一分析天平称量两份无水碳酸钠样品的质量,称量的绝对误差分别为:

$$E_1 = 2.146\ 3 - 2.146\ 2 = 0.000\ 1\ (\text{g})$$

$$E_2 = 0.214\ 6 - 0.214\ 5 = 0.000\ 1\ (\text{g})$$

称量的相对误差分别为:

$$RE_1 = \frac{0.000\ 1}{2.146\ 2} \times 100\% = 0.005\%$$

$$RE_2 = \frac{0.000\ 1}{0.214\ 5} \times 100\% = 0.05\%$$

从上述计算结果来看,两份样品称量的绝对误差相等,但相对误差不同。第一份样品称量结果的相对误差是第二份样品称量结果的相对误差的 $\frac{1}{10}$ 。由此说明小李的两次称量结果的准确度不同,第一份样品称量的准确度比第二份的高,故第一份样品称量的误

差更小。

由上述案例可知,当测量值的绝对误差恒定时,测量的试样量(或组分含量)越高时,相对误差就越小,准确度就越高;反之,则准确度越低。因此,用相对误差来表示测量结果的准确度更为确切。在实际分析工作中,分析结果的准确度常用相对误差表示。

知识链接

真实值

真实值也称真值,是待测物理量客观存在的确定值。一般来说,真值是未知的,由于任何测量都存在误差,因此,实际测量不可能得到真值,只能是尽量接近真值。在分析工作中真值常用的是约定真值与相对真值。

约定真值包括国际计量大会决议通过的单位(国际单位)的计量标准及我国的法定计量单位的计量标准。如国际单位制的基本物理量长度、质量、时间、物质的量等的七个单位的计量标准,各元素的相对原子质量及一些常数等。

相对真值是由权威机构提供试样通过采用高精度仪器测量而获得的更加接近真值的值。又称为标准值,求得标准值的试样称为标准试样或标准参考物质。

2. 精密度与偏差

精密度是平行测量的各测量值之间相互接近的程度。各测量值之间越接近,测量的精密度越高。精密度的高低用偏差来衡量。偏差表示数据的离散程度,偏差越小,数据越集中,精密度越高,反之亦然。由于真实值往往是不知道的,因此,在实际分析工作中,一般要对试样进行多次平行测量,以求得测量结果的算术平均值,并用精密度的高低来反应测量结果的好坏,即一般分析结果的准确度实际上是分析结果的精密度。

(1) 偏差:单个测量值与测量平均值之间的差值称为偏差。单个测量值用符号 x_i ($i=1, 2, \dots, n, \dots$) 表示,测量平均值用符号 $\bar{x}$ 表示,偏差用符号 d_i 表示。偏差的计算式为:

$$d_i = x_i - \bar{x}$$

设 $x_1, x_2, \dots, x_n$ 为各次测量值, n 代表测量次数,则算术平均值 $\bar{x}$ 为:

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

(2) 平均偏差:各单次测量偏差的绝对值的平均值称为平均偏差,用符号 $\bar{d}$ 表示。平均偏差的计算式为:

$$\bar{d} = \frac{|d_1| + |d_2| + \dots + |d_n|}{n}$$

(3) 相对平均偏差:平均偏差与测量平均值的比值的百分率称为相对平均偏差,用符号 $R\bar{d}$ 表示。相对平均偏差的计算式为:

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

(4) 标准偏差:标准偏差用符号 S 表示,对少量测量值 ($n \leq 20$) 而言,标准偏差的定义式为:

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

(5) 相对标准偏差: 标准偏差与测量平均值的比值的百分率称为相对标准偏差, 用符号 RSD 表示, 也曾称为变异系数, 用符号 CV 表示。相对标准偏差的计算式为:

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

在实际工作中多用 RSD 表示分析结果的精密度。

(6) 极差: 一组测量数据中, 最大值与最小值之差称为极差。最大值用符号 $x_{\max}$ 表示, 最小值用符号 $x_{\min}$ 表示, 极差用符号 R 表示。极差的计算式为:

$$R = x_{\max} - x_{\min}$$

$$\text{相对极差} = \frac{R}{\bar{x}} \times 100\%$$

例 1 标定某溶液的浓度, 测得结果分别为 0.102 3 mol/L、0.102 5 mol/L、0.101 9 mol/L、0.102 1 mol/L。计算测定结果的平均值、平均偏差、相对平均偏差、标准偏差及相对标准偏差。

$$\text{解: } \bar{x} = \frac{0.102\ 3 + 0.102\ 5 + 0.101\ 9 + 0.102\ 1}{4} = 0.102\ 2 \text{ (mol/L)}$$

$$d_1 = 0.102\ 3 - 0.102\ 2 = 0.000\ 1 \text{ (mol/L)}$$

$$d_2 = 0.102\ 5 - 0.102\ 2 = 0.000\ 3 \text{ (mol/L)}$$

$$d_3 = 0.101\ 9 - 0.102\ 2 = -0.000\ 3 \text{ (mol/L)}$$

$$d_4 = 0.102\ 1 - 0.102\ 2 = -0.000\ 1 \text{ (mol/L)}$$

$$\bar{d} = (|0.000\ 1| + |0.000\ 3| + |-0.000\ 3| + |-0.000\ 1|) \div 4 = 0.000\ 2 \text{ (mol/L)}$$

$$R\bar{d} = \frac{0.000\ 2}{0.102\ 2} \times 100\% = 0.20\%$$

$$S = \sqrt{\frac{(0.000\ 1)^2 + (0.000\ 3)^2 + (-0.000\ 3)^2 + (-0.000\ 1)^2}{4 - 1}} = 0.000\ 3$$

$$RSD = \frac{0.000\ 3}{0.102\ 2} \times 100\% = 0.29\%$$

知识链接

重复性、中间精密度及重现性

重复性、中间精密度及重现性均反映了测定结果的精密度, 但三者的概念不同。重复性是指用相同的方法, 同一操作者, 同一设备, 同一实验室和短暂的时间间隔内, 对同一试样测定所得结果的接近程度。中间精密度是指在同一实验室内, 由于某些试验条件的改变, 如时间、分析人员、仪器设备等, 对同一试样测定所得结果的接近程度。重现性是指用相同的方法, 由不同操作者、不同实验室、不同或相同的时间内, 对同一试样测定所得结果的接近程度。

2.1.2 误差的分类

根据误差的性质和产生的原因不同, 可将误差分为系统误差和偶然误差。

1. 系统误差

系统误差也称为可定误差, 是由某种确定的原因引起的误差, 一般有固定的方向

(正或负)和大小,重复测定时重复出现。根据误差的来源,系统误差可分为方法误差、试剂误差、仪器误差以及操作误差等。

(1) 方法误差:方法误差是由分析方法本身不完善或选用不当所造成的。例如,重量分析中的沉淀溶解、共沉淀、沉淀分解等因素造成的误差;容量分析中滴定反应不完全、干扰离子的影响、指示剂不合适、其他副反应的发生等原因造成的误差。

(2) 试剂误差:试剂误差是由于试剂不符合要求而造成的误差。例如,试剂不纯或蒸馏水不符合要求等。

(3) 仪器误差:仪器误差是由于仪器不够准确或未经校正所造成的误差。例如,天平的灵敏度低,砝码本身质量不准确,滴定管、容量瓶、移液管的刻度不准确等造成的误差。

(4) 操作误差:主要是指在正常操作情况下,由于个人的主观原因,造成操作者操作不符合要求所引起的误差。例如,操作者对滴定终点颜色改变的判断偏深或偏浅,对要求指针位置或容量仪器读数偏高或偏低等所造成的误差。

系统误差以固定的方向和大小影响测量结果,并且具有重复性,可以找出原因并加以校正。

2. 偶然误差

由于偶然的或不确定的因素所造成的误差称为偶然误差或随机误差。例如,温度、压力、湿度的微小波动,仪器性能的微小变化及操作人员的细小变化等原因所造成的误差。

偶然误差对测量结果的影响时大时小,时正时负,没有确定的规律,偶然误差一般难以预测和控制,因此不能用校正的方法减小或避免。但偶然误差的出现服从统计学规律,即大误差出现的概率小,小误差出现的概率大,绝对值相同的正、负误差出现的概率几乎相等,它们之间常能部分或完全抵消。

需要说明的是系统误差与偶然误差的划分没有严格的界限。当人们对某些误差产生的原因尚未认识清楚时,往往将其作为偶然误差。另外,虽然两者在定义上不难区别,但在实际分析过程中除了较明显的情况外,常常难以进行直观的区别和判断。例如,滴定终点颜色变化的判断产生的误差属于系统误差中的操作误差,但在多次观察时,又不能完全一致,因而又产生偶然的误差。

此外,由于分析人员粗心大意或工作过失所产生的差错称为过失误差,不属于误差的范畴。例如,溶液溅失,加错试剂,读错刻度,记录和计算错误等,这些纯属错误,应该舍弃相应数据。只要分析人员加强工作责任心,严格遵守操作规程,做好原始记录并反复核对,就能避免这类错误的发生。

2.1.3 准确度与精密度的关系

准确度与精密度的定义不同,它们从不同的侧面反映了测量结果的可靠性,准确度表示测量结果的正确性,精密度表示测量结果的重复性或再现性。

图2-1是甲、乙、丙和丁4个人分别对同一试样中某组分含量各平行测定四次时所得的结果。图中“.”表示各个测量值,“|”表示平均值。

由图2-1可见,甲的各个测量值不仅比较接近平均值,而且平均值也与真实值很接近,说明精密度与准确度都高;乙的各个测量值都比较接近平均值,但平均值与真实值相差较大,说明精密度高而准确度低;丙的各个测量值都比较分散,与平均值相差较大,

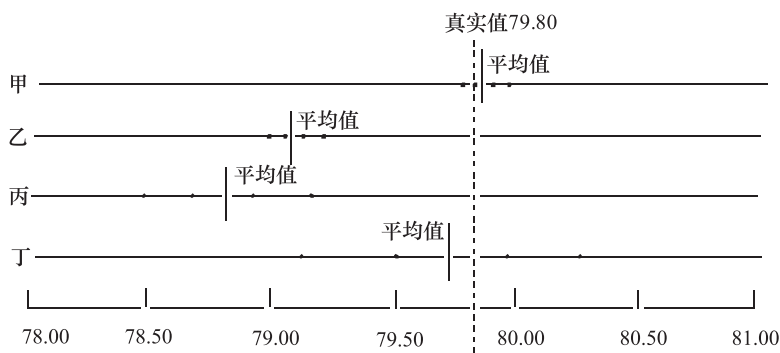


图 2-1 准确度与精密度关系示意图

平均值与真实值也相差较大,说明精密度与准确度都低,测量结果完全不可信;丁的各个测量值比较分散,与平均值相差较大,说明精密度低,虽然平均值与真实值比较接近,但这是由于大的正、负误差相互抵消的结果,纯属偶然,结果并不可靠。

由此可见,准确度高一定要求精密度好,精密度是保证准确度的前提,精密度高不一定准确度好,因为可能存在较大的系统误差,精密度差,说明偶然误差较大,所得测量结果不可靠,就失去了衡量准确度的前提,即精密度与准确度都高的测量值才是可信的。

2.1.4 提高分析结果准确度的方法

分析结果的准确程度是由准确度与精密度两方面决定的,由于系统误差影响分析结果的准确度,偶然误差影响分析结果的精密度,因此,只有减小了分析过程中的这些误差,才能提高分析结果的准确度。不同的分析结果,对准确度的要求不同,常量组分的测定,相对误差一般控制在 0.2% 以内;微量组分的测定相对误差一般控制在 1% ~ 5%,有时可能达到 5% ~ 15%。

1. 减小系统误差的影响

根据系统误差产生的原因不同,可以采用各种相应措施减小或避免对应误差。

(1) 选择合适的分析方法:根据分析对象、样品情况以及对分析结果的要求,选择合理的分析方法。如常量组分的测定用滴定分析法或重量分析法,微量组分的测定用仪器分析法。另外,选择分析方法时,还要充分考虑试样共存组分对测定的干扰等各种因素。

(2) 减小测量误差:为了保证分析结果的准确度,必须尽量减少各步测量误差。例如,一般分析天平称量的绝对误差为 $\pm 0.0001 \text{ g}$,用减重称量法称量一份试样需要称量两次,可能引起的最大误差为 $\pm 0.0002 \text{ g}$,为了使称量的相对误差小于 0.1%,试样质量必须在 0.2 g 以上。在滴定分析中,一般滴定管读数的绝对误差为 $\pm 0.01 \text{ ml}$,一次滴定需要读数两次,可能造成 $\pm 0.02 \text{ ml}$ 的最大绝对误差。为了使滴定读数的相对误差小于 0.1%,消耗滴定溶液的体积必须在 20 ml 以上,一般控制在 20 ~ 30 ml。

(3) 空白实验:空白实验是指在不加被测组分的情况下,按照试样分析同样的操作步骤和条件进行实验,所得测定结果称为空白值,从试样测定结果中扣除空白值,即可消除由试剂、蒸馏水、实验器皿和环境带入的杂质引起的系统误差,但空白值不可太大。

(4) 对照试验:对照试验是指用确定样品代替测定试样,以同样的方法进行试验,

常用于检查试剂是否变质失效、反应条件是否适当以及测量方法是否可靠，对照试验是检验系统误差的有效方法。对照试验分为与标准试样对照、经典分析方法对照及加入回收法对照等。

标准试样对照是指用已知准确含量的标准试样代替被测试样，在完全相同的条件下进行分析，以此对照。

经典分析方法对照也称标准方法对照，是指用可靠、公认的经典方法与被检验的方法对同一试样进行分析对照。

回收法对照是在没有标准试样或对试样的组成不太清楚时进行回收试验。回收法对照是指用某种方法测出试样中某组分含量后，可在几份相同试样（ $n \geq 5$ ）中加入适量被测组分的纯品，以相同条件进行测定。回收法对照可用回收率的高低判断准确度的高低。

$$\text{回收率} = \frac{\text{加入纯品后的测得量} - \text{加入纯品前的测得量}}{\text{纯品加入量}} \times 100\%$$

回收率接近 100% 时，系统误差越小，则方法准确度越高。回收率为 95% ~ 105%。

(5) 校准仪器：仪器不准确引起的系统误差可以通过校准仪器来减小其影响。例如，砝码、移液管和滴定管等在精确的分析中必须进行校准，并在计算结果时采用校正值。

2. 减小偶然误差的影响

在消除了系统误差的前提下，平行测定次数越多，平均值越接近真实值。因此，采用多次测量取平均值可以减小偶然误差，提高分析结果的精密性。在化学分析中，对于同一试样通常要求平行测定 2 ~ 4 次。

2.2 有效数字及其运算规则

在分析工作、科学研究与工程测量中，总是以一定位数的数字来表示测量结果或计算结果，它不仅反映了测量对象的大小或含量的多少，还反映了测量结果或计算结果准确度的高低。测量结果该用几位数字表示，取决于测量仪表的精度，一般应读到测量仪表最小刻度的十分之一位，例如，滴定管每 1 ml 有 10 个刻度，读数时可准确读出 0.1 ml，估计出 0.01 ml，因此，滴定管读数应该读到 0.01 ml。数值准确度大小由有效数字位数来确定。

2.2.1 有效数字

分析化学中的数字分为两类，一类数字为非测量所得的自然数，例如，测量次数、样品份数、计算中的倍数、反应中的化学计量关系以及各类常数等，这类数字不存在准确度的问题；另一类数字为测量所得，即测量值或数据处理的结果，这类数字不仅反映测量结果的大小，而且也反映测量结果的准确度。因此，在分析工作中，为了获得准确的测量结果，不仅要准确地测量各种数据，还必须正确地记录和计算。

1. 有效数字

有效数字是指在分析工作中能够测量到的有实际意义的数字。它包括所有的准确数字和最后一位可疑数字。

记录测量数据和计算分析结果时，保留几位有效数字，应根据分析方法和使用仪器的准确程度来确定。例如，用万分之一的分析天平称量某物体的质量为 22.578 2 g，这一数值中，22.578 是准确的，最后一位“2”存在误差，是可疑数字，该物体的质量为六

位有效数字。根据所用分析天平的准确程度,该试样的质量实际应为 $(22.5782 \pm 0.0001) \text{ g}$ 。又如,若用 10 ml 移液管量取 10 ml 某溶液,应记录为 10.00 ml,为四位有效数字。10.00 ml 中,最后一位“0”是不准确的数字,此溶液的体积可能为 $(10.00 \pm 0.01) \text{ ml}$ 。

2. 有效数字的位数

在数据中,数字 1~9 均为有效数字,0 可能是有效数字,也可能不是有效数字,一个数据有几位有效数字与 0 在数字中的位置有关。0 在其他数字之前时,0 不是有效数字,只起数量级定位作用;0 在其他数字之间时,0 是有效数字;0 在其他数字之后时,0 是有效数字。如 0.020 70 有四位有效数字。

再如, 10.201 6 g, 12.305 0	六位有效数字
2.000 7 g, 10.104	五位有效数字
0.410 0 g, 4.013×10^{-5}	四位有效数字
0.056 0 g, 1.68×10^3	三位有效数字
0.006 5 g, 0.36%	两位有效数字
0.7 g, 0.04%	一位有效数字

在实际工作中,当首位数字是 8 或 9 时,可以多记一位有效数字,如 8.67 可以看成有四位有效数字。

为了清楚地表示数值的精度,明确读出有效数字位数,常用指数的形式表示,即写成一个小数与相应 10 的整数幂的乘积。这种以 10 的整数幂来记数的方法称为科学记数法。

例如, 数据 75 200	取有效数字为四位时, 记为 7.520×10^4
	取有效数字为三位时, 记为 7.52×10^4
	取有效数字为两位时, 记为 7.5×10^4
再如, 数据 0.004 78	取有效数字为三位时, 记为 4.78×10^{-3}
	取有效数字为两位时, 记为 4.8×10^{-3}

注意: 变换单位时, 有效数字位数不变。例如, $10.00 \text{ ml} = 0.010 00 \text{ L}$ 。

定量分析中还经常遇到 pH、pK 等对数值, 它们的有效数字的位数仅取决于小数点后面数字的位数。例如, $\text{pH} = 12.68$ (即 $[\text{H}^+] = 2.1 \times 10^{-13} \text{ mol/L}$), 小数点后只有两位数字, 因此 $\text{pH} = 12.68$ 的有效数字位数是两位, 而不是四位; $\text{pH} = 3.60$ 的有效数字位数是两位, 而不是三位; $\text{pH} = 0.07$ 的有效数字位数是两位, 而不是一位等。

课堂活动

学生小张用托盘天平称量某一样品的质量为 11 g, 然后再用万分之一分析天平称量, 恰好也显示为 11 g, 小张把称量结果记录为 11 g。问此记录结果是否正确? 为什么? 应该怎样正确地记录称量结果?

2.2.2 有效数字运算规则

1. 记录规则

在记录测量数值时, 只允许记录的数据中最后一位是可疑数字, 其他数字都是能够通过测量得到的准确数字。

2. 修约规则

在对测量数据进行处理及计算时，经常会遇到有效数字位数不同的情况，为了保证分析结果的准确度，减少计算过程中不必要的麻烦，常常要按一定的规则确定计算中各种数据应保留的位数，而舍弃多余的尾数，这一过程称为数字修约。数字修约规则为“四舍六入五成双”。当被修约的数字小于或等于4时，则舍弃不计；当被修约的数字大于或等于6时，则进位；当被修约的数字等于5且5的后面无数字或数字为0时，若前一位数字为奇数，则进位，若前一位数字为偶数，则舍弃不计；当被修约的数字等于5且5的后面数字不是0时，则进位。这种舍入原则可概括为“小于5则舍，大于5则入，等于5奇变偶”。例如，将下列测量数据修约为四位有效数字：

3.717 3	3.717
11.428	11.43
7.623 5	7.624
7.436 5	7.436
24.325 0	24.32
12.325 1	12.33

在对测量数据进行修约时要一次修约到所需位数，禁止分次修约。如将5.254 8修约为三位有效数字，不能先修约成5.255，再修约成5.26，而是一次修约为5.25。

3. 运算规则

(1) 加减法：几个数据相加或相减时，它们的和或差的有效数字的保留，应以小数点后位数最少的数据为依据保留，且先修约再加减。例如，将24.65、0.008 2、1.632三个数字相加时，它们的和应以24.65为依据，保留到小数点后第二位，并将它们先修约为24.65、0.01、1.63，得到的和为：

$$24.65 + 0.01 + 1.63 = 26.29$$

(2) 乘除法：几个数据相乘或相除时，它们的积或商的有效数字的保留，应以有效数字位数最少的数据为依据保留，且先修约再乘除。例如，将158.61、0.008 6、1 001.652三个数字相乘时，它们的积应以0.008 6为依据，保留两位有效数字，并将它们先修约为 1.6×10^2 、 8.6×10^{-3} 、 1.0×10^3 ，得到的积为：

$$1.6 \times 10^2 \times 8.6 \times 10^{-3} \times 1.0 \times 10^3 = 1.4 \times 10^3$$

另外，在对数运算中，所取对数位数应与真数的有效数字位数相同。如 $[\text{H}^+] = 1.0 \times 10^{-10} \text{ mol/L}$ ，则 $\text{pH} = 10.00$ 。在表示准确度与精密度时，有效数字一般只取一到两位。如 $RSD = 0.06\%$ 。

2.2.3 有效数字在定量分析中的应用

1. 正确记录原始测量数据

各种测量数据是定量分析的基础，在实验过程中，必须及时准确地记录各种原始测量数据。记录实验数据要实事求是，严谨认真，切忌随意主观，决不能拼凑和伪造数据。用万分之一的分析天平称量物体质量时，测定结果应记录到小数点后四位（单位为g）。如15.230 0 g，不能记录成15.230 g，更不能记录成15.23 g。读取滴定管或移液管读数时，应记录到小数点后二位。如用滴定管进行滴定时消耗标准溶液的体积为20 ml，应记录成20.00 ml。

2. 正确称取样品用量和选用适当的测量仪器

例 2 万分之一的分析天平绝对误差为 $\pm 0.0001 \text{ g}$ ，为使称量时的相对误差在 $\pm 0.1\%$ ，样品的最小称取量应为多少克才能符合要求？

解： $RE = \frac{E}{\mu} \times 100\%$

即 $RE = \frac{E}{m} \times 100\%$

$$m = \frac{\pm 0.0001}{\pm 0.1\%} \times 100\% = 0.1(\text{g})$$

由此可知，称取的样品质量不能少于 0.1 g 。如果改成千分之一的分析天平称量，为使称量时的相对误差也在 $\pm 0.1\%$ 以下，样品最小称取量应为 1 g 。又如，常量滴定管的绝对误差为 $\pm 0.02 \text{ ml}$ ，若要求相对误差在 $\pm 0.1\%$ 以下，则消耗滴定溶液体积应在 20 ml 以上。在定量分析中，一般要求消耗滴定溶液体积为 $20 \sim 25 \text{ ml}$ ，就是为了减少误差。

3. 正确表示分析结果

例 3 甲、乙两人用同样的分析方法同时测定样品中某组分的含量，称取样品都为 0.2000 g ，测定结果，甲报告为 25.300% ，乙报告为 25.30% ，试问哪个报告结果准确？

解：甲分析结果的准确度为：

$$RE = \frac{E}{\mu} \times 100\% = \frac{\pm 0.001}{25.300} \times 100\% = \pm 0.004\%$$

乙分析结果的准确度为：

$$RE = \frac{E}{\mu} \times 100\% = \frac{\pm 0.01}{25.30} \times 100\% = \pm 0.04\%$$

称样的准确度为：

$$RE = \frac{E}{\mu} \times 100\% = \frac{\pm 0.0001}{0.2000} \times 100\% = \pm 0.05\%$$

乙报告的准确度与称样的准确度一致，而甲报告的准确度与称样的准确度不相符，没有意义，因此应采用乙的结果。

在定量分析中，用万分之一分析天平称量时，称量结果应记录到 0.0001 g ；滴定管读数应记录到 0.01 ml ；溶液浓度为四位有效数字，组分含量准确到 0.01% ；准确度或精密度的有效数字为一到两位。

2.2.4 定量分析结果的处理

数据处理就是对少量或有限次实验测量数据进行分析和技术加工的过程，包括对各种原始数据的合理分析、整理、计算等，来正确地、科学地评价分析结果，并用一定的方式将分析结果表示出来。定量分析中得到一组分析数据后，必须将这些分析数据加以处理。

1. 一般分析结果的处理

在忽略系统误差的情况下进行定量分析，一般每种试样平行测定 $3 \sim 5$ 次后，先计算分析数据的平均值，再计算此次测定的相对平均偏差。如果 $R\bar{d} \leq 0.2\%$ ，说明测定结果符合要求，取其平均值作为分析结果。否则，此次测定不符合要求，需重新实验。

如果进行精密的定量分析，如制定分析标准、进行科学研究等，需要对试样进行多次平行测定，将获得的分析数据用统计方法进行处理后得到分析结果。

2. 可疑值的取舍

在定量分析时, 得到的一组平行测量数据中, 有个别数据与其他数据相差较大, 这个数据称为可疑值, 又称为异常值或逸出值。若将可疑值按正常值纳入测定结果中, 可能会影响分析结果的准确度。因此, 必须查找原因, 用科学的方法进行分析, 判断是否保留这一数据。如果可疑值是由于操作失误造成的, 则此数据必须舍弃, 不必进行统计学检验。对于那些查不出原因的可疑值, 则必须进行统计学检验, 以确定其取舍。检测可疑值的取舍方法有四倍法和 Q -检验法。

(1) 四倍法: 四倍法检测可疑值取舍的方法和步骤为:

①除去可疑值外, 计算其余数据的算术平均值及平均偏差。

②按公式 $\frac{|\text{可疑值} - \bar{x}|}{\bar{d}} \geq 4$ 计算。

③可疑值的取舍, 若计算值 ≥ 4 , 则可疑值舍弃; 若计算值 < 4 , 则可疑值应保留。

例 4 对某氯化物样品平行测定了四次, 其结果分别为 0.992 2、0.993 4、0.993 8 和 0.994 2, 可疑值 0.992 2 是否应该舍弃?

解:

$$\bar{x} = \frac{0.993\ 4 + 0.993\ 8 + 0.994\ 2}{3} = 0.993\ 8$$

$$\begin{aligned}\bar{d} &= \frac{|x_1 - \bar{x}| + |x_2 - \bar{x}| + |x_3 - \bar{x}|}{n} \\ &= \frac{|0.993\ 4 - 0.993\ 8| + |0.993\ 8 - 0.993\ 8| + |0.994\ 2 - 0.993\ 8|}{3} = 0.000\ 3\end{aligned}$$

$$\frac{|\text{可疑值} - \bar{x}|}{\bar{d}} = \frac{|0.992\ 2 - 0.993\ 8|}{0.000\ 3} = 5.3 > 4$$

答: 因为计算值大于 4, 故 0.992 2 应舍弃。

(2) Q -检验法: 又称为舍弃商法, 其检验可疑值取舍的方法和步骤为:

①将各测量数据按照从小到大的顺序排列为 $x_1, x_2, x_3, \dots, x_{n-1}, x_n$ 。

②求出最大值与最小值的差值 (称为极差)。

③求出可疑值与其相邻值之间的差值 (称为临近差)。

④按公式 $Q_{\text{计算}} = \frac{|\text{可疑值} - \text{相邻值}|}{\text{最大值} - \text{最小值}}$ 计算 Q 值。

⑤根据测定次数 n 和要求的置信度 (如 95%), 通过表 2-1 查出 Q 值。

表 2-1 舍弃商 Q 值表

测量次数 n	置信度 90% 的 Q	置信度 95% 的 Q	测量次数 n	置信度 90% 的 Q	置信度 95% 的 Q
3	0.90	0.97	7	0.51	0.59
4	0.76	0.84	8	0.47	0.54
5	0.64	0.73	9	0.44	0.51
6	0.56	0.64	10	0.41	0.49

⑥若 $Q_{\text{计算}} > Q$, 则舍去可疑值, 否则应予保留。

案例分析

案例 2-2

学生小刘用基准物质邻苯二甲酸氢钾标定氢氧化钠溶液的浓度，平行测定了四次，其结果分别为 0.101 4 mol/L、0.101 2 mol/L、0.102 5 mol/L、0.101 6 mol/L，他发现第 3 个测量数据 0.102 5 mol/L 与其他几个测量数据相差较大，因此他在表示测量结果时，舍弃了 0.102 5 mol/L 这个数据，用其他 3 个测量数据计算出氢氧化钠溶液浓度的平均值为 0.101 4 mol/L，并用该数据作为分析结果。小刘这样处理数据的方法是否符合规定要求？

分析

小刘这样处理数据的方法不符合规定要求。因为小刘并没有说明 0.102 5 mol/L 这个数据与其他数据差较大是在测量过程中存在操作失误造成的，也没有对数据进行数据分析，不能人为地舍弃数据。而应分析该数据出现较大差距的原因，若排除了操作失误这一因素，则要采用 Q -检验法或四倍法检验后再决定数据的取舍。

采用 Q -检验法检验 0.102 5 mol/L 是否应该舍弃（置信度为 90%）。

将数据按从小到大的顺序排列为 0.101 2 mol/L、0.101 4 mol/L、0.101 6 mol/L、0.102 5 mol/L。

求出最大值与最小值的差值为 $0.102\ 5 - 0.101\ 2 = 0.001\ 3$ (mol/L)。

求出可疑值与其相邻值之间的差值为 $0.102\ 5 - 0.101\ 6 = 0.000\ 9$ (mol/L)。

计算 $Q_{\text{计算}} = 0.000\ 9 \div 0.001\ 3 = 0.692$ 。

测试次数为 4 次、置信度为 90% 时的 $Q = 0.76$ 。

由于 $Q_{\text{计算}} < Q$ ，所以 0.102 5 不应舍弃。因此，本次测量结果应采用 4 个平行测量值的平均值表示，即为 0.101 7 mol/L。

课堂活动

你能用四倍法检验案例中 0.102 5 是否应该舍弃吗？

需要说明的是，四倍法一般适用于三次以上的平行测定，但其对精密度要求严格，有时会把有用数据舍弃。而 Q -检验法一般只适用于 $n = 3 \sim 10$ 次的平行测定，当舍弃一次后平行数据中还有可疑值时，可依次进行舍弃检验。

知识链接

平均值的置信区间与置信度

在定量分析中，一般用平均值作为分析结果。但在准确度要求较高的分析中，只给出平均值是不够的，还应该给出测量结果的可靠性或可信度，用以说明真实值（也称总体平均值）所在的范围（置信区间）及落在此范围内的概率（置信度）。

置信区间是指在一定的置信度下，以平均值的两边各定出一个界限，两个界限之间的部分包含总体平均值的概率。对于有限次数的测定，平均值置信区间的计算方法为：

$$\mu = \bar{x} \pm t \frac{S}{\sqrt{n}}$$

μ ——真实值（也称总体平均值）；

$\bar{x}$ ——平均值；

t ——置信因数，也称概率系数，与测量次数及置信度有关， t 与测量次数及置信度的关系见表 2-2。将真实值落在此范围内的概率称为置信概率或置信度。

表 2-2 t 分布表

测量 次数 n	置信度			测量 次数 n	置信度		
	90%	95%	99%		90%	95%	99%
3	2.79	4.30	9.92	9	1.86	2.31	3.35
4	2.35	3.18	5.84	10	1.83	2.26	3.25
5	2.13	2.78	4.60	20	1.81	2.23	3.17
6	2.01	2.57	4.03	30	1.72	2.09	2.84
7	1.94	2.45	3.37	∞	1.64	1.96	2.58
8	1.90	2.36	3.50				

例 5 测定某样品铁的含量，测定结果分别为 20.39%、20.43%、20.41%，计算置信度为 95% 时的置信区间。

解：

$$\bar{x} = \frac{20.39\% + 20.43\% + 20.41\%}{3} = 20.41\%$$

$$S = \sqrt{\frac{(-0.02\%)^2 + (0.02\%)^2 + (0.00\%)^2}{3-1}} = 0.02\%$$

查表得 $n=3$ 、置信度为 95% 时 $t=4.30$ ，则：

$$\mu = 20.41\% \pm 4.30 \times \frac{0.02\%}{\sqrt{3}} = 20.41\% \pm 0.05\%$$

此例说明，通过 3 次测量，我们有 95% 的把握认为样品中铁的含量为 20.36% ~ 20.46%。

任务二 自我检测

一、名词解释

1. 有效数字 2. 准确度 3. 精密度

二、单项选择题

- 下列数据中有效数字位数为四位的是 ()
A. 0.060 B. 0.060 0 C. pH = 10.06 D. 0.600 0
- 下列数据中有效数字位数是三位的是 ()
A. 4.00×10^{-5} B. 0.040
C. 0.004 D. $\text{p}K_{\text{a}} = 4.08$
- 在下列数据中，有效数字位数是两位的是 ()
A. 0.140 B. 1.40 C. $K_{\text{a}} = 1.40 \times 10^{-4}$ D. 0.014

4. 用 50 ml 滴定管滴定, 终点时正好消耗 25 ml 溶液, 正确的记录应为 ()
 A. 25 ml B. 25.0 ml C. 25.00 ml D. 25.000 ml
5. 用分析天平准确称取 0.2 g 试样, 正确的记录应是 ()
 A. 0.2 g B. 0.20 g C. 0.200 g D. 0.200 0 g
6. 用分析天平称量试样时, 下列结果中不正确的是 ()
 A. 1.312 0 g B. 10.09 g C. 0.258 7 g D. 0.301 0 g
7. 已知某溶液的 pH 为 10.00, 其氢离子浓度的正确值为 ()
 A. 1×10^{-10} mol/L B. 1.000×10^{-10} mol/L
 C. 1.00×10^{-10} mol/L D. 1.0×10^{-10} mol/L
8. 按“四舍六入五成双”的规则, 可将下列数据修约为四位有效数字为 0.254 6 的是 ()
 A. 0.254 54 B. 0.254 549 C. 0.254 65 D. 0.254 651
9. 测定试样 CaCO_3 的质量分数, 称取试样 0.956 0 g, 滴定耗去 EDTA 标准溶液 22.60 ml, 以下结果表示正确的是 ()
 A. 47.328% B. 47.33% C. 47.3% D. 47%
10. 以下产生误差的四种表述中, 属于随机误差的是 ()
 A. 试剂中含有少量被测物质 B. 移液管未校正
 C. 称量过程中天平零点稍有变动 D. 砝码有锈蚀
11. 减少偶然误差的方法是 ()
 A. 空白试验 B. 对照试验
 C. 多次测量取平均值 D. 校正仪器
12. 表示精密度时不包括 ()
 A. 平均偏差 B. 标准偏差
 C. 相对平均偏差 D. 相对误差
13. 下列叙述正确的是 ()
 A. 准确度的高低一般用相对误差表示
 B. 精密度好, 准确度也一定好
 C. 准确度的高低与精密度无关
 D. 精密度的高低与准确度无关
14. 空白试验可以减小 ()
 A. 偶然误差 B. 仪器误差 C. 方法误差 D. 试剂误差
15. 甲、乙、丙、丁四人测定同一试样, 报告测定结果的相对误差正确的是 ()
 A. 0.1% B. 0.133% C. 0.13% D. 0.1333%
16. 下列叙述不正确的是 ()
 A. 偶然误差和系统误差产生的原因是一样的
 B. 系统误差对分析结果的影响是固定的
 C. 偶然误差对分析结果的影响是随机的
 D. 偶然误差和系统误差都会影响分析结果的准确度

三、简答题

1. 指出在下列情况下, 会引起哪种误差? 如果是系统误差, 应该采用什么方法

消除?

- (1) 砝码被腐蚀;
- (2) 天平的两臂不等长;
- (3) 容量瓶和移液管不配套;
- (4) 试剂中含有微量的被测组分;
- (5) 天平的零点有微小变动;
- (6) 读取滴定管体积时最后一位数字估计不准;
- (7) 滴定时不慎从锥形瓶中溅出一滴溶液;
- (8) 标定 HCl 溶液用的 NaOH 标准溶液中吸收了 CO_2 。

2. 滴定管的读数误差为 $\pm 0.02 \text{ ml}$ 。如果滴定中用去标准溶液的体积分别为 2 ml 和 20 ml , 读数的相对误差各是多少? 通过相对误差的大小可说明什么问题?

3. 下列数据各有几位有效数字?

- (1) 0.0330 ; (2) 10.030 ; (3) 0.01020 ; (4) 8.7×10^{-5} ; (5) $\text{p}K_{\text{a}} = 4.74$;
- (6) $\text{pH} = 10.00$; (7) 2.5678 ; (8) 7.0037 ; (9) 24.35% ; (10) 4.24×10^3 。

4. 用返滴定法测定软锰矿中 MnO_2 的质量分数, 其结果按下式进行计算:

$$w_{\text{MnO}_2} = \frac{\left(\frac{0.8000}{126.07} - 8.00 \times 0.1000 \times 10^{-3} \times \frac{5}{2} \right) \times 86.94}{0.5000} \times 100\%$$

问: 测定结果应以几位有效数字报出?

5. 两位分析工作者同时测定某一试样中硫的质量分数, 均称取试样 3.5 g , 报告结果分别是: 甲为 0.042% 、 0.041% ; 乙为 0.04099% 、 0.04201% 。哪一份报告是合理的? 为什么?

6. 某药厂生产铁剂, 对一批药品测定 5 次, 每克药剂中含铁量分别为 (mg/g) 47.44 、 48.15 、 47.90 、 47.93 和 48.03 。计算:

- (1) 测定结果的平均值;
- (2) 平均偏差;
- (3) 相对平均偏差;
- (4) 标准偏差;
- (5) 相对标准偏差。

7. 将下列数据处理成四位有效数字。

- (1) 12.0348 ; (2) 10.035 ; (3) 3.0104 ; (4) 8.7026 ; (5) 4.74250 ;
- (6) 10.0451 ; (7) 20.5651 ; (8) 2.0037 ; (9) 24.3547 ; (10) 4.2428 。

8. 提高分析结果准确度的方法有哪些?

9. 怎样表示分析结果的准确度与精密度?

10. 根据有效数字的运算规则进行计算:

- (1) $7.9936 \div 0.9967 - 5.02$;
- (2) $0.0325 \times 5.103 \times 60.06 \div 139.8$;
- (3) $(1.276 \times 4.17) + 1.7 \times 10^{-4} - (0.0021764 \times 0.0121)$ 。

任务三 实验

❊ 实验二 移液管和容量瓶的洗涤与使用练习

一、实验目标

1. 认识移液管和容量瓶。
2. 掌握移液管和容量瓶的正确洗涤方法。
3. 掌握移液管和容量瓶的正确使用方法。

二、实验原理

1. 移液管 移液管是用来准确移取一定体积溶液的量器。移液管是一种量出式仪器，用来测量它所放出溶液的体积，可准确到 0.01 ml。根据所移取溶液的体积和要求选择合适规格的移液管。在滴定分析中准确移取溶液一般使用移液管，反应需控制试液加入量时，一般使用吸量管。

2. 容量瓶 容量瓶主要用于准确地配制一定物质的量浓度的溶液。容量瓶的容积是特定的，刻度不连续，所以一种型号的容量瓶只能配制同一体积的溶液。

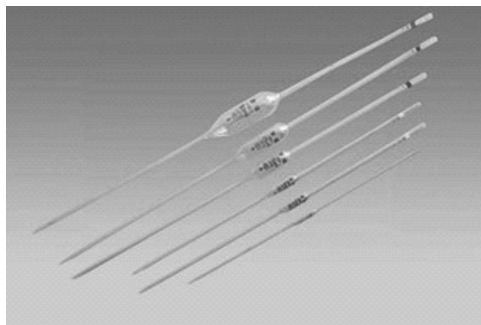
三、实验仪器

移液管、容量瓶、洗耳球、烧杯等。

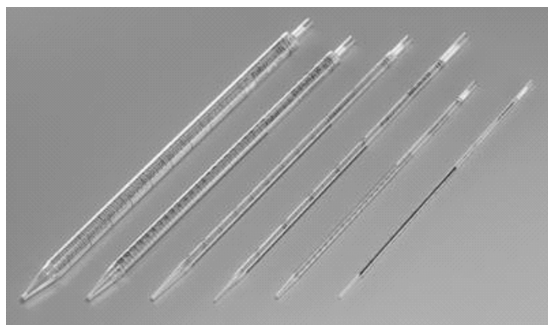
四、使用方法

(一) 移液管的使用方法

移液管如图 2-2 所示，分为腹式移液管 [图 2-2(a)] 和吸量管 [图 2-2(b)] 两种。腹式移液管（又称胖肚移液管），是一根中间有一膨大部分的细长玻璃管，其下端为尖嘴状，上端管颈处刻有一条标线，是所移取的准确体积的标志。常用的移液管有 5.00 ml、10.00 ml、25.00 ml 和 50.00 ml 等规格。吸量管（又称刻度吸管），是具有刻度的直形玻璃管。常用的吸量管有 1.00 ml、2.00 ml、5.00 ml 和 10.00 ml 等规格。腹式移液管和吸量管所移取的体积通常可准确到 0.01 ml。



(a)



(b)

图 2-2 移液管

(a) 腹式移液管 (b) 吸量管

1. 检查仪器 检查移液管的管口和尖口有无破损，若有破损则不能使用。

2. 洗净仪器 依次用洗液、自来水、蒸馏水洗涤移液管（可以用洗耳球将洗液等吸入移液管内进行洗涤），洗净的移液管内壁应不挂水珠，然后用待移取的液体润洗 2~3 次（每次用量不必太多，吸液体至刚进球部即可），以免待移取的液体被残留在移液管内壁的蒸馏水所稀释。

用铬酸洗涤液浸泡，操作方法为：用右手拿移液管上端合适位置，示指靠近管口，中指和无名指张开握住移液管外侧，拇指在中指和无名指中间位置握在移液管内侧，小指自然放松；左手拿洗耳球，持握拳式，将洗耳球握在掌中，尖口向下，握紧洗耳球，排出球内空气，将洗耳球尖口插入或紧接在移液管管口，注意不能漏气。慢慢松开左手手指，将洗涤液慢慢吸入管内至刻度线以上部分，移开洗耳球，迅速用右手示指堵住移液管管口，等待片刻后，松开食指将洗涤液放回原瓶，并用自来水冲洗移液管内、外壁至不挂水珠，再用蒸馏水洗涤 2~3 次，控干水备用。

3. 吸取溶液 吸取溶液如图 2-3 中的 1 所示，将用待吸液润洗过的移液管插入待吸液面下 1~2 cm 处，用洗耳球按上述操作方法吸取溶液（注意移液管不能插入溶液太深，并要边吸边往下插入，之后始终保持此深度）。当管内液面上升至标线以上 1~2 cm 处时，迅速用右手示指堵住管口（此时若溶液下落至标线以下，应重新吸取），将移液管提出待吸液面，在移动移液管时，应保持移液管垂直，不能倾斜。

4. 调节液面 调节液面如图 2-3 中的 2、3 所示，将移液管管尖紧靠盛待吸液容器的内壁，容器倾斜，使移液管保持垂直，刻度线和视线保持水平（左手不能接触移液管）。稍稍松开示指（可微微转动移液管），使管内溶液慢慢从尖口流出，直至溶液的弯液面最低点与标线相切为止，立即用示指按紧管口。将管尖向容器口移动少许，除去尖口处的液滴，将移液管小心移至承接溶液的容器正上方。

5. 放出溶液 放出溶液如图 2-3 中的 4、5 所示，将移液管直立，接受容器倾斜，管尖紧靠接受容器内壁，松开示指，让溶液沿接受容器内壁流下，管内溶液流完后，保持放液状态，停留 15 s，将移液管管尖在与接受容器接触处靠壁前后小距离滑动几下（或将移液管管尖靠接受容器内壁旋转一周），移走移液管（残留在管尖内壁处的少量溶液，不可用外力使其流出，因校准移液管时，已考虑了管尖内壁处残留溶液的体积。除在管身上标有“吹”字的，可用洗耳球吹出）。用以上操作，从移液管中自由流出的液体体积正好是移液管上标明的体积。如果实验所要求的准确度较高，还需要对移液管进行校正。

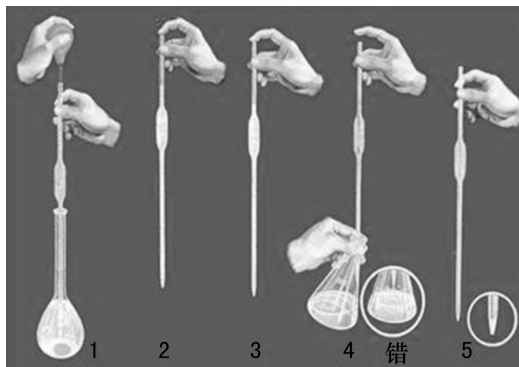


图 2-3 移液管的使用

6. 清洗仪器 洗净移液管，放置在移液管架上。

7. 注意事项

- (1) 移液管不应放在烘箱中烘干。
- (2) 移液管不能用于移取太热或太冷的溶液。
- (3) 同一实验中应尽可能使用同一支移液管。
- (4) 移液管在使用完毕后，应立即用自来水及蒸馏水冲洗干净，置于移液管架上。
- (5) 移液管和容量瓶常配合使用，因此在使用前常做两者的相对体积校准。

(6) 在使用吸量管时，为了减少测量误差，每次都应从最上面的刻度（0 刻度）处为起始点，往下放出所需体积的溶液，而不是需要多少体积溶液就吸取多少体积溶液。

(7) 移液管有老式和新式两种，老式管身标有“吹”字样，需要用洗耳球吹出管口残余液体。新式的没有，因此千万不要吹出管口残余液体，否则将导致量取液体过多。

（二）容量瓶的使用方法

容量瓶如图 2-4 所示，容量瓶是一种细长颈、梨形的平底玻璃瓶，配有磨口塞。瓶颈上刻有标线，当瓶内液体在指定温度下达到标线处时，其体积即为瓶上所注明的体积。一种规格的容量瓶只能用于配制同一体积的溶液。常用的容量瓶有 100 ml、250 ml、500 ml 等多种规格。



图 2-4 容量瓶

1. 使用前检查瓶塞处是否漏水 检查容量瓶是否漏水的方法如图 2-5 所示，在容量瓶内装入半瓶水，塞紧瓶塞，用右手食指顶住瓶塞，左手五指托住容量瓶底，将其倒立（瓶口朝下），观察容量瓶是否漏水。若不漏水，将瓶正立且将瓶塞旋转 180°后，再次倒立，检查是否漏水，若两次操作中容量瓶瓶塞周围均无水漏出，则表明容量瓶不漏水。这样做两次检查是必要的，因为有时瓶塞与瓶口不是在任何位置都是密合的。与容量瓶配套的瓶塞必须妥善保管，最好用绳或橡皮筋把它系在瓶颈上，以防跌碎或与其他容量瓶的瓶塞混淆。经检查不漏水的容量瓶才能使用。

2. 洗涤 容量瓶可先用洗液洗涤（回收），再用自来水冲洗，待洗净后用蒸馏水润洗。

3. 定量转移溶液 定量转移溶液如图 2-6 所示，先将精确称重的试样放在小烧杯中，加入少量溶剂（一般为蒸馏水），搅拌使其溶解（若难溶，可盖上表面皿，稍加热，但必须冷却至室温后才能转移）。将溶液沿玻璃棒定量地转移到洗净的容量瓶中，溶液全部流完后，将烧杯嘴沿玻璃棒向上提起 1~2 cm 并同时直立，使附在玻璃棒与烧杯嘴之间的溶液流回烧杯中。用溶剂冲洗烧杯内壁和玻璃棒 2~3 次，按上述方法转入容量

瓶中。



图 2-5 检查容量瓶是否漏水

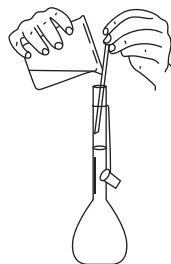


图 2-6 定量转移溶液

4. 定容和摇匀 定容和摇匀如图 2-7 所示，当蒸馏水加到容量瓶容积的 $\frac{2}{3}$ 以后，将容量瓶沿水平方向摇动几周（勿倒转），使溶液大体混匀。当容量瓶内的液体液面离标线 1 cm 左右时，应改用滴管小心滴加，最后使液体的凹液面的最低点与标线正好相切。若加水超过标线，则需重新配制。盖紧瓶塞，一只手握住瓶底，另一只手手指按紧瓶塞，用倒转和摇动的方法使瓶内的液体混合均匀。静置后如果发现液面低于按线，这是因为容量瓶内极少量溶液润湿瓶颈导致溶液有所损耗，并不影响所配制溶液的浓度，故不要向瓶内加水，否则将使所配制的溶液浓度降低。



图 2-7 定容和摇匀

5. 注意事项

(1) 容量瓶不能进行加热。如果溶质在溶解过程中放热，要待溶液冷却后再进行转移，因为一般的容量瓶是在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温度下标定的，若将温度较高或较低的溶液注入容量瓶，则容量瓶会发生热胀冷缩，导致所量体积不准确，从而导致所配制的溶液浓度不准确。

(2) 容量瓶只能用于配制溶液，不能用于储存溶液。因为溶液可能会腐蚀瓶体，从而使容量瓶的精确度受到影响。

(3) 容量瓶用完后应及时洗涤干净，塞上瓶塞，并在瓶塞与瓶口之间夹一纸条，防止瓶塞与瓶口黏连。

五、实验内容

1. 教师用实物介绍移液管和容量瓶，使学生认识移液管和容量瓶。
2. 教师边讲解，边示范移液管的正确使用方法和注意事项。

3. 教师边讲解，边示范容量瓶的正确使用方法和注意事项。
4. 学生练习移液管和容量瓶的正确使用操作。
5. 学生练习从容量瓶中移取溶液的操作。

六、实验要求

1. 教师认真巡视学生的操作情况，随时纠正学生的错误操作，对于普遍性的错误要集中讲解并示范。

2. 学生用 250 ml 的容量瓶练习溶液的配制。

3. 学生用 25.00 ml 的腹式移液管练习从容量瓶中移取溶液，重复练习多次，直至能够比较熟练地正确使用移液管。

4. 学生用 5.00 ml 的吸量管练习移取 1.00 ml、2.00 ml、3.00 ml、4.00 ml 及 5.00 ml 溶液的操作，直至能够比较熟练地控制放出所需要体积的液体。

说明：可以用自来水练习移液管和容量瓶的使用方法。

七、实验讨论

实验时间：_____ 实验结果评分：_____ 教师签名：_____