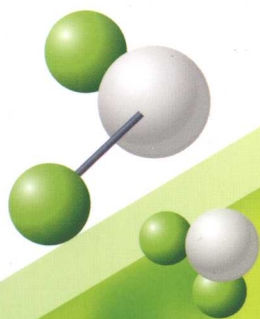


高等学校教材

基础化学实验

大连工业大学 组织编写

翟滨 王岩 主编



JICHU
HUAXUE
SHIYAN



化学工业出版社

高等学校教材

基础化学实验

大连工业大学 组织编写

翟 滨 王 岩 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书将四大化学实验有机地融合起来,配合理论课程的教学,注重学生动手能力的训练和培养。内容包括基础化学实验基本知识、基本操作、常用仪器的使用方法、无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验、物理化学实验、综合化学实验。

本书适用于化学工程、应用化学、环境工程、轻化工程、生物工程、食品工程、材料科学等相关专业使用,也可作为从事化学实验的技术人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验/大连工业大学组织编写;翟滨,王岩
主编. —北京:化学工业出版社,2010.8
高等学校教材
ISBN 978-7-122-08813-0

I. 基… II. ①大…②翟…③王… III. 化学实验-
高等学校-教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 107733 号

责任编辑:宋林青

文字编辑:林媛

责任校对:宋夏

装帧设计:史利平

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:北京永鑫印刷有限责任公司

装订:三河市万龙印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张22¼ 字数576千字 2010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:36.00 元

版权所有 违者必究

前 言

化学是一门实用性很强的基础学科。化学实验教学是化学教学的一个极为重要的组成部分,在化学人才培养中有着十分重要的作用。

20世纪90年代以来,我国教育教学思想发生了重大变革,全面推行素质教育,树立人才质量意识。高等教育要加快课程改革和教学改革,调整专业结构和设置,使学生能够尽早地参与科学研究和创新活动,因此,我们必须加强课程的综合性和实践性,重视实验课教学,培养学生的实际操作能力。

目前国内的本科化学实验教材很多,但由于各学校的教学重点、学科发展方向、实验设备及条件差异较大,所以很难找到普遍适用的实验教材;多数情况是不同学校根据教育部的基本要求,结合学校的自身特点,编写适合本学校使用的实验教材。如果四大化学实验课程均有自己的教材,而实验课程的学时又有限,教材的使用率不是很高,且有相当的内容互相重复,给学生造成很大的负担,也造成较大的浪费,学生意见较大。针对以上问题,我们经过调研,编写出版《基础化学实验》教材,该教材包含无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验、物理化学实验的实验基本要求、实验内容、常用化学数据、常用实验试剂的配制方法等内容,同时,根据我校多年的科研成果,适当增加了综合性、设计性、研究性实验内容,增加学生的实际动手能力的训练,该书将贯穿于学生的整个基础化学实验教学。同时,对学生毕业后从事的工作亦有较大的参考价值。

本书将工科轻化工类的传统四大化学实验有机地融合起来,配合理论课程的教学,注重学生动手能力的训练和培养,采用注重基础知识、注重基本操作技能训练的方式,循序渐进,加强能力的培养。所选用的实验内容,涵盖了教育部教学基本要求的所有内容,而且,综合化学实验部分是结合我校和当前国内的一些研究热点、前沿,使学生能够接触到研究领域的最新知识,扩大学生的知识面,充分调动学生主动学习的热情,使他们能够更快地适应毕业后的工作岗位,以科研促进教学,将科研成果尽快转化为最新的实验内容,让学生在第一时间充分享受到科研对教学带来的创新思维,有利于学生科研精神的培养、创新能力的培养。其中的综合性、设计性、研究性实验的开设,是我们总结近年教学、科研成果而编写的,经过教学实践的检验,效果非常明显,学生学习兴趣浓厚,综合能力大幅度提高,起到了事半功倍的效果。

该教材适用于化学工程、应用化学、环境工程、轻化工程、生物工程、食品工程、材料科学等轻化工类工学相关专业使用。

本书由大连工业大学翟滨、王岩主编,于长顺、杨大伟、许绚丽为副主编。参加编写的有:翟滨(第1章),王岩(实验六十七、六十九、七十四、七十六、七十七、七十八),杨大伟(实验五十五、五十九、八十六、八十七、八十八),于长顺(实验八十、八十一、八十二、八十三、八十四、八十五、八十九),许绚丽(第2章2.1、2.2,第3章,附录一~附录八、附录十~附录二十),李明慧(第2章2.3,实验三十九、四十、四十一、四十二),郭宏(实验四十三、四十四、四十五、四十六),付颖寰(实验五十六、五十七、五十八),朴红善(实验五十、五十一、五十二,附录二十一~附录二十五),侯传金(实验四十七、四十八、四十九、五十三、五十四),赵君(实验六十、六十六、七十、七十一、七十二、七十三),于春玲(实验六十四、六十五、七十五),戴洪义(实验六十八、七十九),

尹宇新(第2章2.4,实验六十二、六十三,附录九,附录二十六~附录三十五),邵国林(实验六十一)。高世萍、于智慧、廉锁原、闵庆旺、石晶、吕丽、尹军英等参加部分内容的编写、修改工作。

本书在编写过程中,得到了大连工业大学各级领导的大力支持,同时,基础化学教学中心的广大教师也给予了很大的帮助,在此我们编写小组表示深深的谢意!

限于编者水平,书中不当之处难免,敬请读者批评指正。

编者

2010年4月

目 录

第 1 章 基础化学实验基本知识	1
1.1 基础化学实验的目的、学习方法	1
1.1.1 基础化学实验的目的	1
1.1.2 基础化学实验的学习方法	1
1.1.3 化学实验报告的正确书写方法	2
1.1.4 实验数据处理方法	5
1.2 化学实验室规则及安全常识	10
1.2.1 化学实验室的工作规则	10
1.2.2 化学实验室的安全常识	10
1.2.3 化学试剂的使用规则	11
1.2.4 化学实验室的常见事故的处理	11
第 2 章 基础化学实验的基本操作及常用仪器的使用方法	13
2.1 基础化学实验的基本操作	13
2.1.1 实验室常用玻璃仪器的洗涤和干燥	13
2.1.2 实验室常用的加热方法	14
2.2 无机及分析化学实验基本操作及常用仪器使用方法	16
2.2.1 实验试剂、标准溶液的配制和使用	16
2.2.2 实验试纸、滤纸的使用方法	19
2.2.3 实验室中溶解、蒸发、浓缩、结晶方法	20
2.2.4 实验室分离、过滤、洗涤、干燥方法	21
2.2.5 电子天平及试样的称量方法	25
2.2.6 pHs-2 型酸度计	26
2.2.7 721 型、72 型可见光分光光度计	29
2.3 有机化学实验基本操作	31
2.3.1 磨口仪器的连接与装配	31
2.3.2 蒸馏、分馏、水蒸气蒸馏、减压蒸馏	38
2.3.3 萃取与洗涤、干燥、升华	47
2.3.4 熔点测定与温度计的校正	52
2.3.5 薄层色谱、柱色谱、纸色谱	55
2.4 物理化学实验基本操作及常用仪器使用方法	60
2.4.1 温度和温度计	60
2.4.2 温度控制装置	68
2.4.3 热电偶和电阻温度计	71
2.4.4 大气压力计	74
2.4.5 交流电桥和电导池, 电极和盐桥的制备与处理	78
2.4.6 电导和电导率的测量技术及仪器	82
2.4.7 阿贝折光仪	86

2.4.8 旋光仪	89
2.4.9 精密数字温度温差仪	92
2.4.10 数字式电子电位差计	95
2.4.11 表面张力测定仪	96
2.4.12 饱和蒸气压测量装置	98
2.4.13 ST-16B 示波器	100
2.4.14 JX-3D 型金属相图(步冷曲线)实验装置	104
2.4.15 真空技术及真空泵	107
2.4.16 气体钢瓶和减压阀	110

第3章 无机及分析化学实验

3.1 无机及分析化学基本实验	111
实验一 玻璃管的加工及酒精喷灯、煤气灯的使用	111
实验二 硫酸亚铁铵的制备	114
实验三 粗硫酸铜的提纯	115
实验四 缓冲溶液的配制和性质	116
实验五 滴定分析基本操作练习	118
实验六 滴定分析容量器皿的校准	124
实验七 酸碱标准溶液的配制与体积比较	126
实验八 氢氧化钠标准溶液的标定	128
实验九 盐酸标准溶液的标定	129
3.2 无机及分析化学提高实验	130
实验十 电势滴定法测定醋酸含量及解离常数	130
实验十一 EDTA 标准溶液的配制与标定	131
实验十二 溶液中钙、镁混合离子含量的测定	132
实验十三 返滴定法测定铝含量	134
实验十四 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	135
实验十五 硫酸铜溶液中铜含量的测定	136
实验十六 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	137
实验十七 水溶液中 COD 的测定	138
实验十八 莫尔法测定溶液中可溶性氯化物	140
实验十九 重量法测定氯化钡中钡含量	141
实验二十 离子交换法分离 Co^{2+} 和 Cr^{3+}	142
实验二十一 离子交换法测定硫酸钙的溶度积常数	144
实验二十二 分光光度法测定碘化铅的溶度积常数	146
实验二十三 分光光度法测定工业盐酸中微量铁	148
实验二十四 邻二氮菲合亚铁配合物的组成和稳定常数的测定	150
实验二十五 磺基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物的组成和稳定常数的测定	152
实验二十六 六水合钛(Ⅲ)晶体场分裂能的测定	154
3.3 金属元素的性质实验	156
实验二十七 铬、锰微型实验	156
实验二十八 铁、钴、镍微型实验	159
实验二十九 铜、银微型实验	161

实验三十 锌、镉、汞微型实验	163
实验三十一 锡、铅、铋、铊微型实验	166
实验三十二 阳离子混合溶液的分离鉴定	168
3.4 综合性、系列性实验	169
实验三十三 碳酸钠的制备与纯度分析	169
实验三十四 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备和组成测定	171
实验三十五 茶叶中微量金属元素的分离鉴定	173
实验三十六 含锌药物的制备与分析	174
实验三十七 固体超强酸的制备与表征	176
实验三十八 四氧化三铁纳米粒子的制备	178
第4章 有机化学实验	180
4.1 有机化学基本实验	180
实验三十九 环己烯的制备	180
实验四十 正溴丁烷的制备	181
实验四十一 乙酸正丁酯的制备	183
实验四十二 邻苯二甲酸二丁酯的制备	185
实验四十三 乙酰苯胺的制备	187
实验四十四 苯甲醇和苯甲酸的制备	189
4.2 有机化学提高实验	191
实验四十五 正丁基苯基醚的制备	191
实验四十六 己二酸的制备	193
实验四十七 环戊酮的制备	196
实验四十八 肉桂酸的制备	196
实验四十九 肉桂酸乙酯的制备	198
4.3 有机化学系列实验	199
实验五十 对硝基苯甲酸的制备	199
实验五十一 对氨基苯甲酸的制备	201
实验五十二 对氨基苯甲酸乙酯的制备	202
实验五十三 溴乙烷的制备	203
实验五十四 溴化四乙基铵的制备	204
实验五十五 7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的制备	205
4.4 天然有机化合物的提取	207
实验五十六 从菠菜中提取叶绿素	207
实验五十七 从茶叶中提取咖啡因	209
实验五十八 从烟叶中提取烟碱	212
4.5 设计性实验	213
实验五十九 固体酸催化合成有机酸酯	214
第5章 物理化学实验	220
5.1 物理化学基本实验	220
实验六十 燃烧热的测定	220
实验六十一 液体饱和蒸气压的测定	224

实验六十二	二元液系相图	227
实验六十三	二元合金相图	229
实验六十四	电解质溶液的电导	232
实验六十五	电池电动势的测定及其应用	235
实验六十六	乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	239
实验六十七	液体黏度的测定	242
5.2	物理化学提高实验	244
实验六十八	凝固点降低法测定摩尔质量	244
实验六十九	分配法测定碘-碘化钾配合反应的平衡常数	245
实验七十	蔗糖水解	248
实验七十一	过氧化氢分解反应的速率常数测定	250
实验七十二	液体表面吸附量的测定	253
实验七十三	固体在溶液中的吸附	257
实验七十四	黏度法测定高分子化合物的摩尔质量	258
实验七十五	溶胶的制备及电泳	262
实验七十六	胶体溶液的制备和性质	264
实验七十七	电渗	268
5.3	综合设计性实验	270
实验七十八	阳极极化曲线的测定(微型绿色实验)	270
实验七十九	微型反应器对催化剂的反应活性和选择性的测定	272
第6章	综合化学实验	274
实验八十	气相色谱定性和定量分析	274
实验八十一	微型固定床反应器与色谱联用技术评价催化剂活性	276
实验八十二	吡啶类、咪唑类离子液体的制备及表征	279
实验八十三	离子液体 [bmim] PF ₆ 在萃取含酚废水中的应用	280
实验八十四	咪唑类离子液体在裂解反应中的应用	282
实验八十五	沸石分子筛的水热合成及其比表面积的测定	284
实验八十六	沸石分子筛(HZSM-5)催化合成乙酸丁酯、乙酸乙酯	287
实验八十七	锆钛复合超强酸制备与催化酯化乙酸丁酯、邻苯二甲酸二丁酯	289
实验八十八	锆系(锆、锆钛、锆锡钨)超强酸制备与催化合成柠檬酸三丁酯性能测试	290
实验八十九	La、Eu 磷酸盐发光材料的制备与表征	292
附录		295
附录一	国际单位制的基本单位	295
附录二	国际单位制的辅助单位	295
附录三	国际单位制的一些导出单位	295
附录四	国际单位制词冠	296
附录五	一些基础化学常数	296
附录六	国际原子量表	296
附录七	常见化合物的相对分子质量表	297
附录八	常用基准试剂	299

附录九	水的饱和蒸气压表	299
附录十	弱酸的解离常数 (298.15K)	300
附录十一	弱碱的解离常数 (298.15K)	301
附录十二	常用酸、碱的浓度	301
附录十三	常用酸、碱的质量分数和相对密度 (d_{20}^{20})	302
附录十四	常用指示剂	302
附录十五	常用缓冲溶液的配制	303
附录十六	pH 标准缓冲溶液	304
附录十七	特殊试剂的配制	304
附录十八	常见难溶电解质的溶度积 (298.15K 离子强度 $I=0$)	305
附录十九	常见配离子的稳定常数	305
附录二十	常见氧化还原电对的标准电极电势 $E^\ominus$	307
附录二十一	常用有机溶剂沸点、密度表	308
附录二十二	略语表	309
附录二十三	常用无机化合物物理常数表	310
附录二十四	常用有机化合物物理常数表	314
附录二十五	恒沸混合物	330
附录二十六	不同温度下水的黏度 η 和表面张力 γ	337
附录二十七	水的折射率 (钠光)	337
附录二十八	几种有机物的蒸气压	338
附录二十九	液体的折射率	338
附录三十	不同温度的水的折射率 n_D'	338
附录三十一	无限稀释离子的摩尔电导	339
附录三十二	凝固点降低常数 K_f	339
附录三十三	饱和标准电池在 $0\sim 40^\circ\text{C}$ 内的温度校正值 ΔE_t	339
附录三十四	镍铬-镍硅 (镍铬-镍铝) 热电偶的热电势	340
附录三十五	KCl 溶液的电导率 κ	342

参考文献	343
------------	-----

第1章 基础化学实验基本知识

1.1 基础化学实验的目的、学习方法

化学是一门实践性很强的学科,在轻化工类专业学生的培养过程中,化学类课程占据十分重要的地位;基础化学实验课程的开设,不仅可以更好地帮助学生理解所学习的理论知识,更是提高学生动手能力、创新思维、严谨的科学态度的有效途径。化学发展的历史充分证明:化学科学的任何重大发现,无一例外地是经过化学实验所取得的。化学学科发展到今天,化学实验仍然是化学学科发展的基石。学生们可以在实验过程中体会到化学家科学研究的过程,获得科学研究的乐趣和成功的喜悦。

1.1.1 基础化学实验的目的

基础化学实验是高等院校化学及相关专业学生必须开设的实验课程,是学好化学课程的前提和基础。通过实验学生能够养成严谨求实的科学态度,树立勇于开拓的创新意识,为学习后续相关课程、参加实际工作和开展科学研究打下坚实的基础。

在基础化学实验中,要达到以下目的。

① 培养实事求是的科学态度和一丝不苟的工作精神。

② 通过实验学生可以直接获得大量的化学感性认识,加深对课堂上所学基本知识和基本理论的理解和掌握;通过实验学生可以全面学习化学实验的完整过程,掌握基本的实验方法和操作技能,培养解决化学问题的能力;使学生掌握基本的化学实验技术,培养独立操作实验的能力、细致观察和记录现象的能力、正确处理数据的能力,培养分析实验结果、科学研究和创新的能力。

③ 掌握物质化学变化的感性知识,熟悉化合物的重要化学性质和反应,掌握重要化合物的制备、分离、鉴定和重要化学参数的测定方法。

④ 熟悉实验室管理的一般知识、实验室的各项规则、实验工作的基本程序,熟悉实验室可能发生的一般事故及其处理方法,熟悉实验室的基本的“三废”处理。

1.1.2 基础化学实验的学习方法

要做好基础化学实验,必须要有正确的学习态度和学习方法,可归纳成以下三个方面。

(1) 课前充分预习

预习是做好化学实验的前提和保证,是实验训练能否有收获、实验能否成功的关键。预习包括阅读实验教材及有关参考资料,明确实验目的,熟悉实验原理和实验基本内容等,了解实验中涉及的有关仪器的使用方法及注意事项,完成简明扼要的预习报告。预习实验报告应包括实验题目、实验目的、实验基本原理、主要药品、仪器(装置图)、实验条件、步骤、实验记录等栏目。

实验前未进行预习者不准进行实验,必须在完成预习后择日进行实验。

(2) 认真完成实验过程

在实验教师的指导下,学生根据实验教材所要求的方法、步骤和试剂用量独立进行实验。基础化学实验阶段学生原则上应按教材上所提示的步骤、方法和试剂用量进行实验,若提出新的实验方案,需经教师批准后方可进行实验。

实验过程要求做到以下几点:

① 实验过程中应勤于思考, 仔细分析, 努力自己解决问题。实验中遇到疑难问题和异常现象时, 可请教指导老师, 若实验失败或结果误差较大时, 应努力查找原因, 并经指导教师同意后, 方可重做实验。

② 实验过程中规范操作, 仔细观察实验现象, 并在实验报告中如实详细地记录现象和数据, 绝不能弄虚作假, 随意修改数据。实验报告不得涂抹, 实验数据应交给指导教师审阅并签字。

③ 实验过程中要严格遵守实验室规则, 保持实验室的整洁和安静, 爱护仪器, 注意安全, 避免各类事故发生。

④ 实验结束后, 应及时清洗所用仪器, 整理实验台和试剂架, 关闭水、电、气等开关。经指导老师检查后方可离开实验室。

(3) 正确书写实验报告

实验结束后, 应按要求书写实验报告。实验报告的书写应按格式要求, 实验报告应包含以下内容: 实验名称、实验日期、同组实验人(单人一组实验除外)、实验目的、实验原理、实验步骤(尽量用简图或流程图表示)、实验现象或数据记录、数据处理、实验结论、结果讨论等。书写要求做到文字工整、叙述简明扼要, 实验记录和数据处理应使用表格形式, 作图准确清楚, 报告整齐清洁。

实验报告完成后应及时交指导老师批阅(一般情况下应当在实验结束后, 同时上交报告)。实验报告的基本格式请参阅 1.1.3。

1.1.3 化学实验报告的正确书写方法

实验报告是实验工作的总结和升华, 也是将来科研工作中对基本实验结果凝练的初级训练, 同学们应给予充分的重视。

1.1.3.1 实验报告封面格式

实验报告封面格式基本如下:

课程名称 _____
 实验题目 _____
 姓 名 _____ 班级学号 _____
 同组学号 _____
 实验时间 ____月____日____时____分至____月____日____时____分

如实填写以上各项内容, 其中“同组学号”只在分组实验时填写, 独立实验不填写。实验报告内部书写见以下具体形式。

1.1.3.2 无机及分析化学实验报告的书写格式

无机及分析化学实验的实验报告分三种基本形式: 制备实验、定量分析实验、元素性质系列实验。

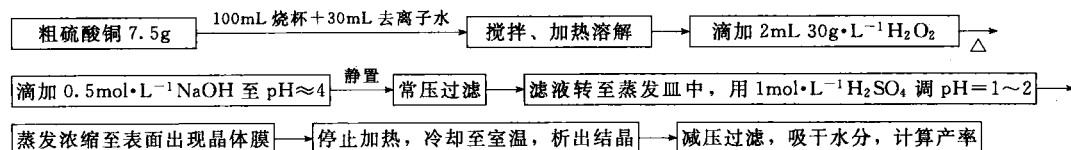
(1) 制备实验报告的基本形式(如粗硫酸铜的提纯)

实验目的: ×××××××× (见实验教材)

实验原理: ×××××××× (简单明了, 不要原书抄写)

实验仪器与试剂: ×××××××× (写出主要的)

实验步骤:



实验现象及结论:

产品外观、色泽_____。产率_____。

思考题:(简略回答)

(2) 定量分析实验报告的基本形式(如氢氧化钠标准溶液的标定)

实验目的:XXXXXXXX(见实验教材)

实验原理:XXXXXXXX(简单明了,不要原书抄写)

实验仪器与试剂:XXXXXXXX(写出主要的)

实验步骤:简略书写

数据记录与处理:

实 验 次 数		1	2	3
$m_{\text{邻苯二甲酸氢钾}}/\text{g}$				
$V_{\text{NaOH}}/\text{mL}$	终读数			
	始读数			
	ΔV			
$c_{\text{NaOH}}/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$				
$\bar{c}_{\text{NaOH}}/\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$				
个别测定的绝对偏差				
测定结果的相对平均偏差				

思考题:(简略回答)

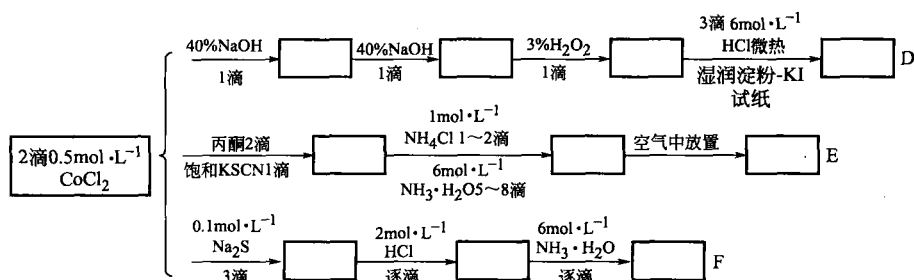
(3) 元素性质系列实验报告的基本形式(如铁、钴、镍微型系列实验)

实验目的:XXXXXXXX(见实验教材)

实验原理:XXXXXXXX(简单明了,可以将主要反应的方程式写上。)

实验仪器与试剂:XXXXXXXX(写出主要的)

实验步骤:钴的系列实验



在空格内填写上实验现象和化合物的分子式。

1.1.3.3 有机化学实验报告的书写格式(如正溴丁烷的制备实验)

实验目的:XXXXXX(学生通过预习自己总结)

实验原理:

主反应(略)

副反应(略)

药品用量、规格及主要仪器:

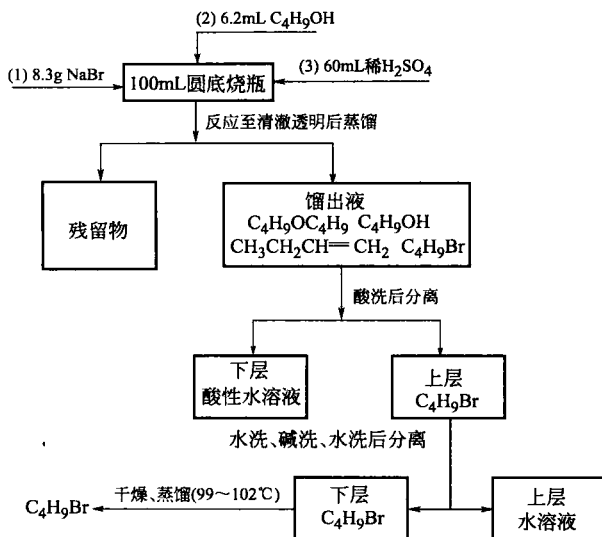
药品:XXXXXX

仪器:XXXXXX

反应原料及主副产物的物理常数：(略)

反应装置图：(略)

反应流程图：



结果与讨论：XXXXXXXX

1.1.3.4 物理化学实验报告的书写格式

物理化学实验报告的书写分两部分来完成：一、实验预习报告；二、实验数据处理报告。这两部分一起才构成一份完整的物理化学实验报告。

(1) 预习报告的内容

实验目的：

本实验要测定的物理化学数据是什么？应掌握的实验技能（通过预习总结）。

实验原理：

包括实验测定物理化学数据的原理，要求简明扼要。

仪器与药品：

实验过程中使用的仪器名称、型号，实验所需要的药品、试剂，以及试剂的浓度。

实验装置图：

用铅笔绘制出实验中所使用的关键仪器。如：液体黏度测定中的黏度计，液体饱和蒸气压测定中的蒸气压管等。

实验步骤：

简述实验过程中的具体步骤。

实验数据记录表：

为了方便实验过程中记录数据，建议学生将实验书中的实验数据表绘制在实验报告上，这样便于实验结束后指导教师审核、签字。

(2) 实验数据处理报告的内容

实验数据处理：(包括处理后的数据表，作图，计算结果等)

实验误差分析：

$$\text{计算相对误差} = \left| \frac{x_{\text{理}} - x}{x_{\text{理}}} \right| \times 100\%$$

式中 x ——实验值。

思考题的解答：

每个实验完成后，指导教师布置学生应完成的题目（具体内容略）。

(3) 实验报告实例

燃烧热的测定

实验目的：（略）

实验原理：（略）

仪器与试剂：（略）

装置图：

实验装置图见图 1-1。

实验步骤：（略）

实验数据表：

量热计系数 $14807 \text{ J} \cdot \text{K}^{-1}$ 样品质量 0.747 g

实验当日室温 16.9°C

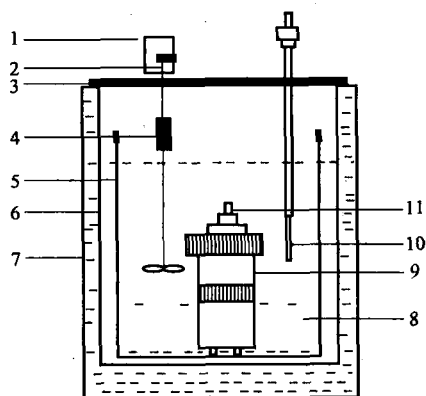


图 1-1 HR-15 型氧弹量热计结构示意图

1—电动机；2—搅拌器轴；3—外套盖；
4—绝热轴；5—量热内桶；6—外套内壁；
7—量热计外套；8—蒸馏水；9—氧弹；
10—数字式温度计；11—氧弹放气阀

测定燃烧热数据表

读数序号 (每半分钟)	温度读数 / $^\circ\text{C}$	读数序号 (每半分钟)	温度读数 / $^\circ\text{C}$	读数序号 (每半分钟)	温度读数 / $^\circ\text{C}$
1		11		21	
2		12		22	
3		13		23	
4		14		24	
5		15		25	
6		16		26	
7		17		⋮	
8		18		32	
9		19		⋮	
10		20		41	

实验数据处理：（略）

$$\text{相对误差} = \left| \frac{x_{\text{理}} - x}{x_{\text{理}}} \right| \times 100\%$$

误差分析：（略）

思考题解答：（略）

1.1.4 实验数据处理方法

1.1.4.1 实验数据的记录与有效数字

学生应有专门编有页码的实验记录本，要养成在任何情况下都不撕页的习惯。文字记录应整齐清洁，数据记录尽量采用表格形式。对于实验过程中的各种测量数据及有关现象，应及时、准确而清楚地如实记录下来，切忌带有主观因素，更不能随意拼凑和伪造数据。对于实验过程中出现的异常现象，更应如实记录。如实验中，出现测量错误或计算错误，可在其下方重新写上正确的数字。

实验数据的记录常用列表法,即用表格来表示实验结果,是指将主变量 X 与应变量 Y 一个一个地对应排列起来,以便从表格上能清楚而迅速地看出二者的关系。作表格时,应注意以下几点。

① 表格名称:每一表格均应有一完整而又简明的名称。

② 名称与量纲:将表格分成若干行。每一变量,应占表格中一行。每一行的第一列写上该行变量的名称及量纲。

③ 有效数字:每一行所记数据,应注意其有效数字位数,并将小数点对齐。如果用指数来表示数据中小数点的位置,为简便起见,可将指数放在行名旁,但此时指数上的正负号应易号。例如醋酸的电离常数 1.75×10^{-5} ,则该行行名可写成:电离常数 $\times 10^5$ 。

④ 主变量的选择:主变量的选择有时有一定的伸缩性,通常选较简单的,例如温度、时间、距离等。主变量最好是均匀地等间隔地增加的,如果实际测定结果并不这样,可以先将直接测定数据作图,由图上读出主变量是均匀等间隔地增加的一套新数据,然后再列表。

实验结果的准确性,不仅需要准确测量,还要正确记录和计算。正确记录是指记录数字的位数,数字的位数反映测量的准确程度。即所谓有效数字,也就是实际能测得的数字。例如:滴定管、移液管、吸量管,可以准确测量体积到 0.01mL ,量筒可以准确到 0.1mL ,台秤可以准确称量到 0.1g ,pHs-2 型酸度计可以准确到 0.02 ,721 型分光光度计可以准确到 0.001 等。特别是有效数字中“0”的处理,将对结果产生较大影响。

在确定有效数字位数时要注意数字“0”的意义,如:

试样的质量 1.5180g ,五位有效数字(分析天平称量)

↑
“0”作为普通数字使用,为有效数字

0.5182g ,四位有效数字(分析天平称量)

↑
“0”作为定位用,不是有效数字

溶液的体积 25.04mL ,四位有效数字(滴定管量取)

↑
“0”作为普通数字使用,为有效数字

25.1mL ,三位有效数字(量筒量取)

标准溶液的浓度 $0.1000\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$,四位有效数字

$0.0987\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$,相当于四位有效数字(第一位有效数字大于或等于

8 时,有效数字的位数可以多算一位)。

⑤ 关于有效数字的运算

a. 加减法。各数据及最后计算结果所保留的有效数字的位数取决于各数据中小数点后位数最少即绝对误差最大的那个数据。

例 $20.32 + 8.4054 - 0.0550 = ?$

20.32 小数点后第二位为可疑数字,绝对误差 ± 0.01 ,最大;

8.4054 小数点后第四位为可疑数字,绝对误差 ± 0.0001 ;

0.0550 小数点后第三位为可疑数字,绝对误差 ± 0.001 。

因此,为使计算结果只保留一位可疑数字,各数据及计算结果都取小数点后第二位,可先修约后再运算:

$$20.32 + 8.41 - 0.06 = 28.67$$

b. 乘除法。各数据及最后计算结果的位数取决于有效数字位数最少即相对误差最大的那一个数据。

例 $0.0325 \times 5.103 \times 60.06 \div 239.32 = ?$

0.0325, 三位有效数字, 绝对误差 ± 0.0001 , 相对误差 $=\frac{\pm 0.0001}{0.0325}=\pm 0.003$;

5.103, 四位有效数字, 相对误差 $=\frac{\pm 0.001}{5.103}=\pm 0.0002$;

60.06, 四位有效数字, 相对误差 $=\frac{\pm 0.01}{60.06}=\pm 0.0002$;

239.32, 五位有效数字, 相对误差 $=\frac{\pm 0.01}{239.32}=\pm 0.00004$ 。

可见 0.0325 有效数字位数最少, 相对误差最大, 故各数据及最后计算结果都应取三位有效数字。

1.1.4.2 实验数据作图处理法

化学实验数据常用作图法来处理。作图可直接显示出数据的特点、数据变化的规律, 还可以求得斜率、截距等, 因此作图正确与否直接会影响实验的结果。

(1) 图解法在基础化学实验中的作用

① 表达变量间的定量依赖关系。将主变量作横轴, 应变量作纵轴, 得一曲线, 表示二变量间的定量依赖关系。在曲线所示的范围内, 欲求对应于任意主变量值的应变量值, 均可方便地从曲线上读出。

② 求外推值。有时测定的直接对象不能或不易由实验直接测定, 在适当的条件下, 常可用作图外推的方法获得。所谓外推法, 就是将测量数据间的函数关系外推至测量范围以外, 求测量范围外的函数值。显然, 只有有充分理由确信外推所得结果可靠时, 外推法才有实际价值。因此, 外推法常常只在下列情况下应用。

a. 在外推的那段范围及其邻近, 测量数据间的函数关系是线性关系或可认为是线性关系。

b. 外推的那段范围离实际测量的那段范围不能太远。

c. 外推所得结果与已有正确经验不能有抵触。

求外推值的具体实例有: 强电解质无限稀释溶液的摩尔电导 λ_0 的值不能由实验直接测定, 因为无限稀的溶液本身就是一个极限的溶液, 但可直接测定不同浓度的摩尔电导, 直至最低浓度而仍可得准确摩尔电导值为止, 然后作图外推至浓度为零, 即得无限稀释溶液的摩尔电导。

③ 求函数的微商 (图解微分法)。作图法不仅能表示出测量数据间的定量函数关系, 而且可从图上求出各点函数的微商, 而不必先求出函数关系的解析表示式, 称图解微分法。具体做法是在所得曲线上选定若干点, 作出切线, 计算出切线的斜率, 即得该点函数的微商值。求函数的微商在物化实验数据处理中是经常遇到的, 例如测定不同浓度溶液的表面张力后, 计算溶液的表面吸附量时, 则须求表面张力与溶液浓度间函数的微商值。

④ 求函数的极值或转折点。函数的极大、极小或转折点, 在图形上表现直观且准确, 因此, 物化实验数据处理中求函数的极值或转折点时, 几乎无例外地均用作图法。例如: 二元恒沸混合物的最低或最高恒沸点及其组成的测定, 二元金属混合物的相变点的确定等。

⑤ 求导数函数的积分值 (图解积分法)。设图形中的应变量是主变量的导数函数, 则在不知道该导数函数解析表示式的情况下, 亦能利用图形求出定积分值, 称图解积分, 通常求曲线下所包含的面积常用此法。

⑥ 求测量数据间函数关系的解析表示式。如果找出测量数据间函数关系的解析表示式, 则无论对客观事物的认识深度或是对应用的方便而言, 都将远远跨前一步。通常找寻这种解析表示式的途径也是从作图入手, 即作出测量结果的函数关系的图形表述, 从图形形式, 变