

前 言

大学基础化学实验是大学化学化工和近化学化工类专业主干基础实验课程,在培养学生基本实验技能、科学研究思维与方法及实践创新能力等方面起着十分重要的作用。作为广西壮族自治区实验教学示范中心,广西大学化学化工实验教学中心承担了全校化学化工学院、轻工与食品工程学院、资源与环境学院、农学院、林学院、生命科学与技术学院、动物科学学院、行健文理学院等8个学院22个本科专业8000多名学生的实验教学任务,课程教学具有跨学科、跨专业、面广量大的特点。根据这一特点,“中心”建立了“模块化、多层次”的实验教学新体系,按照实验教学“整体性、基础性、综合性、创新性”的要求,对大学化学实验教学进行一体化设计,将传统的无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验和物理化学实验在一级学科层面上进行整合,加强学科间的交叉和融合,通过强化基础训练,优化基本实验内容,适当设置综合性、设计性实验,使学生熟练掌握基本实验操作和实验技能,并在此基础上通过文献查阅、实验设计、方案实施、结果分析、报告总结等过程了解化学学科从事科学研究的一般方法,培养学生初步的科研能力。基于这一改革需要,“中心”组织多年从事实验教学的老师编写了《大学基础化学实验》教材。该教材结合广西大学实际情况,共精选了95个实验,内容涉及基本操作与训练、元素与化合物性质实验、基础定量化学分析与仪器分析、化合物的制备、系统物理化学参数测定等五大部分,可满足不同模块实验教学的需要,适合区(省)内外设置有化学化工或近化学化工类专业的高校使用。

该教材由龚福忠策划和组织编写,周立亚、杨梅负责统稿和校稿,童张法审稿,最后由龚福忠定稿。编写人员分工是:第一、二章由龚福忠、周立亚、杨梅编写;第三章由吴文伟、罗芳光、周立亚、王清编写;第四章由杨梅、梁信源、黄富嵘、韦小玲、龚琦编写;第五章由龚福忠、周立亚编写;第六章由龚福忠、周立亚、吴文伟、李俊杰、蒋月秀、张慧玲、范闽光、李斌、陈希慧、许雪棠、周锡波、李启辉、薛红、黄燕梅、余在华编写;第七章由周立亚、龚福忠编写。廖森、刘和清、王凡、宋宝玲、马震、尹作栋、江丽、姜求宇参加了第三章的讨论。

该教材是新世纪广西高等教育教学改革工程项目《化学化工专业创新型实验教学体系的构建与实践》和广西大学实验教改项目“《基础化学实验》课程建设及实验教学改革”的内容之一,教材的编写和出版得到了学校实验设备处和学院领导的支持,在此表示感谢!

在教材的编写过程中,编者参考了国内部分最新出版的化学实验教材。由于编者水平有限,书中可能存在错漏和欠妥之处,敬请读者批评指正。

编 者

2008年6月

目 录

第一章 绪论	(1)
第一节 基础化学实验的目的和要求	(1)
一、基础化学实验的目的	(1)
二、基础化学实验的要求	(1)
第二节 实验数据记录、处理和误差分析	(2)
一、实验数据的记录和有效数据处理	(2)
二、实验数据误差分析	(3)
第三节 实验数据的表达方法	(6)
一、列表法	(6)
二、作图法	(6)
三、数学方程式法	(7)
第四节 实验报告的撰写与要求	(8)
一、实验报告的结构	(8)
二、实验报告的一般格式	(8)
第二章 基本操作训练	(12)
实验 1 预备性实验	(12)
实验 2 分析天平称量练习	(28)
实验 3 滴定分析基本操作练习	(32)
实验 4 离子交换法制备纯水	(40)
实验 5 有机物熔点、沸点的测定	(42)
实验 6 蒸发、浓缩、结晶——胆矾的提纯	(45)
实验 7 化学沉淀、浓缩、结晶——由粗食盐提纯精制氯化钠	(46)
实验 8 溶解、脱色、重结晶——乙酰苯胺的纯制	(47)
实验 9 蒸馏——工业乙醇的纯化	(49)
实验 10 分馏——甲醇-水的分离与纯化	(50)
实验 11 减压蒸馏——乙酰乙酸乙酯的纯化	(51)
实验 12 水蒸气蒸馏——邻硝基苯酚和对硝基苯酚的分离纯化	(55)
实验 13 固液萃取及升华提纯——从茶叶中提取咖啡因	(57)
实验 14 柱色谱法分离偶氮苯与邻-硝基苯胺	(59)
实验 15 薄层色谱法分离偶氮苯和邻-硝基苯胺	(62)
第三章 元素与化合物性质实验	(68)
实验 16 氧化还原反应	(68)
实验 17 电离平衡	(70)

实验 18	沉淀反应	(72)
实验 19	配位化合物	(73)
实验 20	p 区非金属元素化合物的性质 I (硼、碳、硅、氮、磷)	(75)
实验 21	p 区非金属元素化合物的性质 II (氧、硫、氯、溴、碘)	(78)
实验 22	p 区重要金属元素化合物的性质 (锡、铅、铋、铊)	(81)
实验 23	d 区元素化合物的性质 I (铁、钴、镍、铬、锰)	(84)
实验 24	d 区元素化合物的性质 II (铜、银、锌、镉、汞)	(88)
实验 25	混合阴离子的定性分析	(90)
实验 26	混合阳离子的定性分析	(92)
实验 27	无机未知物定性鉴定	(94)
实验 28	元素、化合物性质验证方案的设计与实验	(95)
第四章	定量化学分析和基础仪器分析	(96)
实验 29	工业纯碱总碱度测定	(96)
实验 30	有机酸摩尔质量的测定	(98)
实验 31	铵态氮肥中氮含量的测定——甲醛法	(99)
实验 32	氯化物中氯含量的测定——莫尔法	(100)
实验 33	自来水总硬度的测定	(102)
实验 34	铝合金中铝含量的测定	(104)
实验 35	混合液中铋、铅含量的连续测定	(105)
实验 36	高锰酸钾法测定 H_2O_2 含量	(107)
实验 37	铁矿中全铁含量的测定	(108)
	无汞测铁法 I	(108)
	无汞测铁法 II	(110)
实验 38	铜合金中铜含量的测定——碘量法	(111)
实验 39	二水合氯化钡中钡含量的测定——重量法	(113)
实验 40	邻二氮菲吸光光度法测定微量铁	(115)
实验 41	二苯碳酰二肼吸光光度法测定水样中六价铬	(117)
实验 42	自来水中微量氟的测定——直接电位法	(118)
实验 43	磷酸的自动电位滴定	(121)
实验 44	矿样中镉、锌含量的同时测定——单扫描极谱法	(122)
实验 45	维生素 C 药物中抗坏血酸含量的测定——库仑滴定法	(125)
实验 46	紫外吸光光度法测定水中苯酚	(127)
实验 47	气相色谱法测定混合溶剂中各组分的含量(氢火焰离子检验法)	(129)
实验 48	高效液相色谱法测定饮料中的咖啡因	(131)
实验 49	硅酸盐水泥中 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定(综合性实验) ..	(132)
实验 50	生活污水水质分析与评价(设计性实验)	(135)
实验 51	混合物的分析方案设计与测定(设计性实验)	(139)

实验 52 土壤中游离氧化铁的草酸-盐酸羟胺高压提取及分析(综合性实验)	(140)
第五章 化合物的制备	(142)
实验 53 硫酸亚铁铵的制备	(142)
实验 54 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备	(143)
实验 55 硫代硫酸钠的制备	(145)
实验 56 硝酸钾的制备及提纯	(146)
实验 57 水处理剂聚硅酸铁的制备(设计性实验)	(148)
实验 58 正溴丁烷的制备	(149)
实验 59 2-甲基-2-己醇的合成	(151)
实验 60 2-硝基-1,3-苯二酚的合成	(152)
实验 61 肉桂酸的合成	(155)
实验 62 环己烯的制备	(156)
实验 63 环己酮的制备	(157)
实验 64 二苯酮的制备	(158)
实验 65 乙酸乙酯的制备	(160)
实验 66 苯甲醛歧化制备苯甲醇和苯甲酸及其分离纯化	(162)
实验 67 苯甲酸乙酯的制备	(163)
实验 68 乙酰水杨酸(阿司匹林)的合成	(164)
实验 69 乙酰二茂铁的合成、纯化与表征(综合设计性实验)	(166)
第六章 物理化学参数测定	(168)
实验 70 气体密度法测定 CO_2 的相对分子质量	(168)
实验 71 置换法测定摩尔气体常数 R	(170)
实验 72 碘酸铜溶度积常数的测定	(172)
实验 73 乙酸解离度和解离常数的测定	(174)
实验 74 磺基水杨酸铜配合物的组成和稳定常数的测定	(175)
实验 75 物质燃烧热的测定	(178)
实验 76 液体饱和蒸气压的测定	(181)
实验 77 双液系气液平衡相图的绘制	(184)
实验 78 差热分析	(187)
实验 79 原电池电动势的测定及应用	(191)
实验 80 电势-pH 曲线的测定	(196)
实验 81 铜在氢氧化钠溶液中的电化学行为	(199)
实验 82 铅蓄电池及其电极充放电曲线的测定	(202)
实验 83 铁的极化和钝化曲线的测定	(204)
实验 84 旋光法测定蔗糖转化反应速率常数	(207)
实验 85 电导法测定乙酸乙酯皂化反应速率常数和活化能	(210)
实验 86 复杂反应——丙酮碘化反应速率方程的确定	(212)

附:初始速率法测定丙酮碘化反应级数(设计性实验)	(215)
实验 87 液体黏度的测定	(216)
实验 88 黏度法测定聚合物的相对分子质量	(218)
实验 89 连续流动法测固体的比表面	(221)
实验 90 溶液表面张力的测定——最大气泡压力法	(225)
实验 91 微电泳法测定二氧化钛悬浮液的电动电势	(228)
实验 92 电导法测定离子型表面活性剂的临界胶束浓度	(231)
实验 93 配合物磁化率的测定	(233)
实验 94 分子偶极矩的测定	(236)
附录	(241)
附录 A 实验室规则	(241)
附录 B 分析天平	(241)
附录 C 722 型分光光度计	(245)
附录 D pH5—3C 型数字 pH 计	(247)
附录 E 温度测量和控制	(249)
附录 F 真空技术	(256)
附录 G 国际单位制(SI)	(258)
附录 H 不同温度下水的一些物理性质	(260)
附录 I 不同温度下水的饱和蒸气压	(261)
附录 J 一些有机溶剂的性质	(262)
附录 K 一些强电解质溶液的活度系数(25℃)	(264)
附录 L 标准电极电势及其温度系数	(265)
附录 M 弱电解质的离解常数($t=25^{\circ}\text{C}$)	(266)
附录 N 难溶电解质的溶度积(18~25℃)	(267)
附录 O 常用酸碱的浓度	(268)
附录 P 常用指示剂	(268)
附录 Q 常用缓冲溶液的配制	(271)
附录 R 常用基准物质及其干燥条件与应用	(272)
附录 S 某些试剂的配制方法	(273)
附录 T 常见离子和化合物的颜色	(274)
附录 U 相对原子质量表	(279)
附录 V 常用化合物的相对分子质量表	(280)
参考文献	(283)

第一章 绪 论

第一节 基础化学实验的目的和要求

一、基础化学实验的目的

实验是研究物质变化规律的手段。随着物理学和电子技术的发展,化学学科的实验技术已经得到空前发展。然而但是先进的化学实验技术是在基本的化学实验技术基础上发展起来的,化学研究过程仍然离不开基本的化学实验技术。因此掌握基本的化学实验技术是对化学研究人员、化学工程师和涉及化学学科的交叉学科如材料学、生物学、环境科学、医学、农学、动物科学和林学等学科的科学工作者的基本要求。基础化学实验是按一级学科设置的一门基础实验课,内容涵盖无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验和物理化学实验等二级学科的基本实验方法和技术。学生学习基础化学实验的主要目的是通过实验了解基础化学实验的研究方法,掌握化学实验的基本技术;运用化学基本理论,正确处理实验数据,分析实验现象和实验结果,加深对基础化学基本理论的理解,巩固和扩大课堂上所获得的知识,从而提高分析问题、解决问题和独立从事科学研究的能力,为学习后续课程、参加实际工作和开展科学研究打下良好基础。

二、基础化学实验的要求

1. 认真预习

学生在实验前应仔细阅读实验教材中的实验内容,了解实验的目的、原理、所用仪器的构造和使用方法,在预习的基础上写出实验预习报告。预习报告内容包括实验目的、实验步骤、实验数据记录表格、预习中遇到的问题和实验步骤中的注意事项,特别应注意实验中的安全问题。

2. 实验操作

在实验过程中,严格地按照实验内容认真进行实验,细心观察,如实记录实验现象及数据。实验数据的记录必须规范清晰。当实验现象出现异常时,要认真检查其原因,并重做实验。实验过程中要勤于思考,及时发现并设法解决实验中出现的各种问题。当疑难问题自己无法解决时,应向指导教师请教或写入实验报告中。

3. 实验报告

根据不同的实验内容,可以选用不同的实验报告格式。实验报告的书写要求字迹清楚、整洁,作图和数据处理规范。实验报告的内容包括:实验目的、实验原理、实验操作步骤、实验记录(包括实验现象、原始数据)、实验结果(包括对实验现象进行分析和解释,写出相关反应的化学方程式,对原始数据进行处理)、问题和讨论(如对实验中发现的问题提出自己的见解,对实验内容和方法提出改进意见)等。

第二节 实验数据记录、处理和误差分析

一、实验数据的记录和有效数据处理

1. 实验数据的记录

实验数据记录包括实验名称、日期、实验条件(如室温、大气压力等)、仪器型号、试剂名称与级别、溶液的浓度以及直接测量的数据(包括数据的符号和单位)。

数据记录一定要做到准确完整,条理分明,实事求是,切忌带主观因素,绝不能随意拼凑和伪造数据。若在实验中发现数据错误而需改动,则可将该数据用一横线划去,再将正确数据清晰地写在其上方或旁边,切勿乱涂乱画。这是为了保留原始数据,方便日后查询,同时也是为了养成良好的习惯。

记录实验数据时,保留几位有效数字应和所用仪器的准确程度相适应。例如,用 1/10 000 分析天平称量时,数据应记录至 0.000 1 g,滴定管和移液管的读数应记录至 0.01 mL。

实验记录上的每一个数据都是测量结果,所以,重复观测时,即使数据完全相同,也应记录下来。记录时,对文字记录,应简明扼要;对数据记录,应尽可能采用表格形式。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、准确地记录下来。

2. 可疑观测值的取舍

测得一组数据 $x_1, x_2, \dots, x_n$ 后,可用 Q 检验法或 Grubbs 法等方法决定其中可疑数据的取舍。判断取舍的简便方法如下:根据概率论,大于 3σ 的误差出现的概率只有 0.3%,通常把 3σ 的数值称为极限误差。当测量次数很多时,若有个别测量数据误差超过 3σ ,则可舍弃。此判断方法不适用于测量次数不多的实验。对测量次数不多的实验,可先略去可疑的测量值,计算测量数据的平均值和平均误差 $\bar{\delta}$,再算出可疑值与平均值的偏差 d 。若 $d \geq 4\bar{\delta}$ (出现这种测量值的概率约为 0.1%),则可舍去此可疑值。

注意:舍弃测量值的数目不能超出测量数据总数的 1/5。在相同条件下测量的数据中,有几个数据相同时,这种数据不能舍去。

3. 有效数字与测量结果的正确记录

有效数字就是实际能测到的数字,它包括准确的几位数和最后不太准确的 1 位数。由于所使用仪器的测量精确度是有限的,因而能读出数字的位数也是有限的。例如,用最小刻度为 1 mL 的量筒测量出液体的体积为 15.3 mL,其中,前两位数字(15)直接由量筒的刻度读出,而第三位数字(0.3)则是用肉眼估计的,不太准确,称为可疑值。可疑值并非臆造,也是有效的,记录时应该保留。因此,15.3 这 3 位数字都是有效数字。可见,有效数字位数是由测量仪器和观察的精确程度决定的。

(1) 有效数字的表示方法。

① 误差一般只有 1 位有效数字,最多不得超过 2 位。

② 测量数据与误差的有效数字的位数一致。例如, 3.58 ± 0.01 是正确的, 3.582 ± 0.01 或 3.5 ± 0.01 是错误的。

③ 一般采用指数表示法表示有效数字的位数。例如,0.000 051 23 为 4 位有效数字,而在数字 512 300 中,无法说明有效数字的位数。采用指数记数法则不存在这一问题。 $5.123 \times$

10^5 , 5.123×10^{-5} 都为 4 位有效数字。

(2) 有效数字运算规则。

① 用“四舍五入”规则舍弃不必要的位数。当数字的首位不小于 8 时,可以多算 1 位有效数字。例如,8.45 可在运算中看成有 4 位有效数字。

② 加减运算时,各数小数点后所取的位数与其中最少位数者相同。例如, $0.12 + 12.232 + 1.458 = 0.12 + 12.23 + 1.46 = 13.81$ 。

③ 在乘除运算中,保留各数的有效位数不超过位数最少的有效数字。例如, $1.576 \times 0.0182 \div 81$,其中 81 有效位数最低,但由于首位是 8,故可看做有 3 位有效数字,所以其余各数都保留 3 位有效数字,则上式变为 $1.58 \times 0.0182 \div 81$,最后结果保留 3 位有效数字。

对于复杂的运算,先加减后乘除。在计算过程中,若考虑“四舍五入”造成的误差积累可能会影响最终结果,则可多保留 1 位有效数字,但最终结果仍保留适当的有效数字位数。

④ 计算式中的常数如 π 、 e 、 $\sqrt{2}$ 及一些从手册中查出的常数,可按计算需要取舍有效数字。

⑤ 对数运算中所取的对数位数(对数首数除外)与测量数据的有效数字位数相同。

⑥ 在整理最后结果时,必须对测量结果的有效数字位数进行处理。表示误差的有效数字最多 2 位。当误差的第一位数为 8 或 9 时,只需保留 1 位。测量值的末位数应与误差的末位数对齐。例如,测量结果为

$$x_1 = 1\,001.77 \pm 0.033, x_2 = 237.464 \pm 0.127, x_3 = 124\,557 \pm 878$$

处理后为 $x_1 = 1\,001.77 \pm 0.03, x_2 = 237.46 \pm 0.13, x_3 = (1.246 \pm 0.009) \times 10^5$

表示测量结果的误差时,应指明是平均误差、标准误差还是实验者估计的最大误差。

二、实验数据误差分析

在物理量的实际测量中,由于测量方法以及外界条件的限制,使得测量值与真值(或实验平均值)之间存在一个称为“测量误差”的差值,这就需要在记录和处理实验数据时对“测量误差”进行正确的分析和计算。

1. 测量误差的种类

根据误差的性质和来源,可将测量误差分为系统误差、偶然误差和过失误差。

(1) 系统误差。在相同条件下,对某一物理量进行多次测量时,测量误差的绝对值和符号保持恒定(总比真实值大或小),这种测量误差称为系统误差。产生系统误差的原因如下。

① 实验方法的理论依据有缺陷,或实验条件控制不够严格,或测量方法本身受到限制。例如,根据理想气体状态方程测量某种物质蒸气分子的质量时,由于实际气体对理想气体存在偏差,若不采用外推法,测量结果总比实际分子的质量高。

② 仪器的灵敏度不够高,或仪器装置精度有限,或试剂纯度不符合要求等。

③ 个人习惯性误差,例如,读数、计时的误差等。

系统误差决定了测量结果的准确度。系统误差可通过校正仪器刻度、改进实验条件、提高药品纯度、修正计算公式等方法减少或消除。但有时系统误差的存在很难确定,通常需要用几种不同的实验方法或改变实验条件来确定。

(2) 偶然误差。在相同实验条件下,多次测量某一物理量时,每次测量的结果都不会完全相同,它们围绕着某一数值无规则地变动,误差的绝对值和符号也无规则地变动,这种测量误

差称为偶然误差。产生偶然误差的原因可能有：

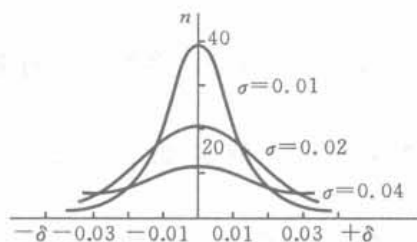


图 1-1 偶然误差正态分布曲线

① 实验者对仪器最小分度值的估读很难每次相同。

② 测量仪器的某些元部件性能发生变化。

③ 某些影响测量结果的实验条件发生变化。

偶然误差在测量时不可能消除,也无法估计,但它一般服从正态分布的统计规律。横坐标表示偶然误差 δ ,纵坐标表示偶然误差出现的次数 n ,可得到图 1-1。其中 σ 为标准误差。

由图 1-1 可知:① σ 愈小,分布曲线峰愈尖锐,即实验测量数据中,偶然误差小的数据出现的概率愈大。② 分布曲线对纵坐标呈轴对称,即误差分布具有对称性,说明误差出现的绝对值相等,且正负误差出现的概率相等。当测量次数 n 无限多时,偶然误差的算术平均值趋于零,即

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \bar{\delta} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \delta_i = 0 \quad (1-1)$$

因此,要减小偶然误差,对被测物理量进行多次重复测量,以提高测量的精密度。

(3) 过失误差。实验者在实验中出现失误所造成的误差称为过失误差。如数据读取、记录及计算错误,或实验条件失控导致的数据误差。只要实验者细心操作,这类误差完全可以避免。

2. 准确度和精密度

准确度指测量值与真实值符合的程度。测量值越接近真实值,准确度越好。精密度指多次测量某一物理量时数值的重现性。重现性好,精密度高。精密度高,准确度不一定好;相反,准确度好,精密度一定高。如图 1-2 所示,3 位实验者在相同的实验条件下测出的 3 组数据 A、B、C,分别有不同的精密度和准确度,A 组数据精密度高,但准确度差;B 组数据离散,精密度和准确度都不好;C 组数据的精密度高,且接近真实值,故准确度也高。

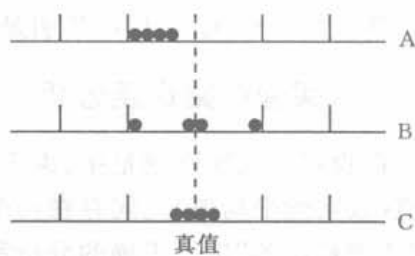


图 1-2 精密度和准确度

真实值一般是不可知的,通常以几种正确的测量方法和经过校正的仪器进行多次测量,然后算出算术平均值 $\bar{x}$,以 $\bar{x}$ 或文献手册上的公认值作为真实值使用。同时,还应把分析结果的精密度表示出来。该精密度可用相对误差(相对偏差)、平均误差(平均偏差)、标准误差(标准偏差)、相对标准误差(相对标准偏差)等表示。这些是化学实验中最常用的几种数据处理的表示方法。

3. 误差的表示方法

(1) 误差的分类及计算公式。

绝对误差 δ_i

$$\delta_i = x_i - x_{\text{真}} \quad (1-2)$$

绝对偏差 d_i

$$d_i = x_i - \bar{x} \quad (1-3)$$

算术平均值 $\bar{x}$

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i = \frac{x_1 + x_2 + \cdots + x_n}{n} \quad (1-4)$$

相对误差 σ_i

$$\sigma_i = \frac{\delta_i}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1-5)$$

$$\text{平均误差 } \bar{\delta} \quad \bar{\delta} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |\delta_i| = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}| \quad (1-6)$$

$$\text{平均相对误差 } \bar{\sigma}_i \quad \bar{\sigma}_i = \frac{\bar{\delta}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1-7)$$

$$\text{标准误差(或均方根误差)} \sigma \quad \sigma = \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} = \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \sum_{i=1}^n \delta_i^2} \quad (1-8)$$

式(1-2)~式(1-8)中, x_i 为第 i 次测量值; $x_{\text{真}}$ 为真实值; n 为测量次数; $n-1$ 为自由度, 是独立测定的次数减去在处理这些测量值时所用外加关系条件的数目, 当测量次数 n 有限时, 式(1-4)为外加条件。一般情况下, $x_{\text{真}}$ 用 $\bar{x}$ 代替, 而误差和偏差也不加以区别。

绝对误差的单位与被测物理量的单位相同。相对误差无因次, 故不同物理量的相对误差可以互相比较。在比较各种被测物理量的精密度时, 用标准误差表示精密度比用平均误差或平均相对误差表示更为优越。用平均误差评定测量精度的优点是计算简单, 缺点是可能把准确度不高的测量给掩盖了。而用标准误差时, 测量误差平方后, 较大的误差能更显著地反映出来, 更能说明数据的分散程度。因此, 要精确地计算测量误差时, 大多采用标准误差。

(2) 平均误差和相对平均误差的传递。物理、化学量的测量大多为间接测量, 即需将实验测量的数据代入一定的函数关系式进行计算, 才能获得需要的结果。显然, 计算会将测量误差传递到最终的结果。

对于直接测量, 设直接测量的物理量为 x 和 y , 其平均误差分别为 dx 和 dy , 最终结果为 u , 其函数关系为 $u=f(x, y)$

$$u \text{ 的绝对算术平均误差} \quad du = \left(\frac{\partial u}{\partial x} \right)_y dx + \left(\frac{\partial u}{\partial y} \right)_x dy \quad (1-9)$$

$$u \text{ 的相对算术平均误差} \quad \frac{\Delta u}{u} = \frac{1}{u} \left(\frac{\partial u}{\partial x} \right)_y |\Delta x| + \frac{1}{u} \left(\frac{\partial u}{\partial y} \right)_x |\Delta y| \quad (1-10)$$

对于间接测量结果的标准误差计算, 设函数关系同上节: $u=f(x, y)$, 则标准误差为

$$\sigma_u = \sqrt{\left(\frac{\partial u}{\partial x} \right)_y^2 \sigma_x^2 + \left(\frac{\partial u}{\partial y} \right)_x^2 \sigma_y^2} \quad (1-11)$$

部分函数的标准误差、平均误差计算公式列于表 1-1。

表 1-1 部分函数标准误差和平均误差计算公式

函数关系	标准误差		平均误差	
	绝对标准误差	相对标准误差	绝对平均误差	相对平均误差
$u=x \pm y$	$\pm \sqrt{\sigma_x^2 + \sigma_y^2}$	$\pm \left(\frac{1}{ x \pm y } \sqrt{\sigma_x^2 + \sigma_y^2} \right)$	$\pm (dx + dy)$	$\pm \left(\frac{ dx + dy }{x \pm y} \right)$
$u=xy$	$\pm \sqrt{y^2 \sigma_x^2 + x^2 \sigma_y^2}$	$\pm \sqrt{\frac{\sigma_x^2}{x^2} + \frac{\sigma_y^2}{y^2}}$	$\pm (y dx + x dy)$	$\pm \left(\frac{ dx }{x} + \frac{ dy }{y} \right)$
$u=x/y$	$\pm \frac{1}{y} \sqrt{\sigma_x^2 + \frac{x^2}{y^2} \sigma_y^2}$	$\pm \sqrt{\frac{\sigma_x^2}{x^2} + \frac{\sigma_y^2}{y^2}}$	$\pm \left(\frac{y dx + x dy }{y^2} \right)$	$\pm \left(\frac{ dx }{x} + \frac{ dy }{y} \right)$
$u=x^n$	$\pm n x^{n-1} \sigma_x$	$\pm \frac{n \sigma_x}{x}$	$\pm (n x^{n-1} dx)$	$\pm \left(n \frac{ dx }{x} \right)$
$u=\ln x$	$\pm \frac{\sigma_x}{x}$	$\pm \frac{n \sigma_x}{x \ln x}$	$\pm \left(\frac{ dx }{x} \right)$	$\pm \left(\frac{ dx }{x \ln x} \right)$

第三节 实验数据的表达方法

一、列表法

列表法就是将这一组实验数据的自变量和因变量的各个数值依一定的形式和顺序列出来。列表时要注意以下几点。

- ① 表头写出表的序号及表的名称。
- ② 表内各行或列写出数据的名称及量纲,数据的名称用符号表示。例如,压力 p/Pa 。
- ③ 表中的数值用最简单的形式表示,公共的乘方因子应放在栏头注明。
- ④ 每行数字要排列整齐,对齐小数点,并注意有效数字的位数。

二、作图法

用作图法表达化学实验数据,能清楚地显示变量的变化规律,如极大值、极小值、转折点、周期性、数量的变化速率等重要性质。作图的一般方法和步骤如下所述。

(1) 坐标的选择。坐标有直角坐标、半对数或对数坐标和极坐标,最常用的坐标是直角坐标。

(2) 坐标标尺的选择。

① 坐标的标尺要能表示出全部有效数字,使图上读出的各物理量的精密度与测量时的精密度一致。

② 能方便地读出坐标轴上最小单位的数值。一般最小单位代表的变量数值为整数的 1、2、5 倍,不宜选用整数的 3、7、9 倍。无特殊需要时,不必把坐标的原点定为变量的零点,一般坐标的原点从略低于最小测量值的整数开始,使图形紧凑美观。

③ 若曲线是直线或接近直线,坐标标尺的选择应使直线与 x 轴的夹角接近 45° 。如图 1-3 所示,(a)、(c) 正确,(b)、(d) 不正确。

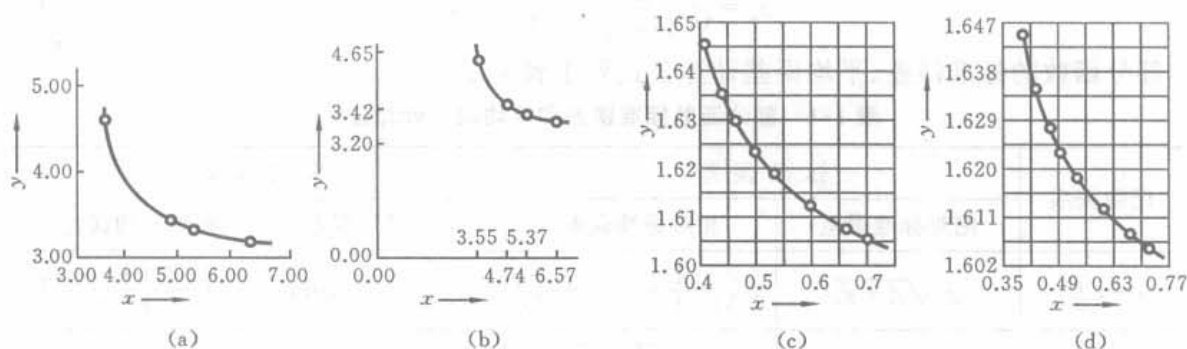


图 1-3 作图法表示实验数据

(3) 作代表点。作图时,将数据以点的方式明显地描绘在图上。将几组测量数据作在同一个图上时,用不同的符号(Δ 、 $\times$ 、 $\bullet$ 、 $\circ$ 、 $\odot$ 等)来表示不同组的测量数据,以示区别。

(4) 绘制曲线。绘制曲线时,曲线不必通过所有的点,应使各点均匀地分布在曲线两侧。在曲线的极大、极小或拐点附近应多取一些点,以保证曲线所表示的规律可靠。如果发现有个

别点远离曲线,又不能判断被测物理量在此区域会发生什么突变,就要分析一下是否有偶然性的过失误差,如果确属这一情况,描线时可不考虑这一点。但是如果重复实验时仍有同样情况出现,就应在这一区间重复进行仔细的测量,搞清在此区域内是否存在某些必然规律,并严格按照上述原则描线,切不可毫无理由地丢弃曲线较远的点。

(5) 图名及图坐标的标注。作好曲线后,写上完整的图名,在图的坐标旁标注各轴代表的物理量及单位,如图 1-4 所示。

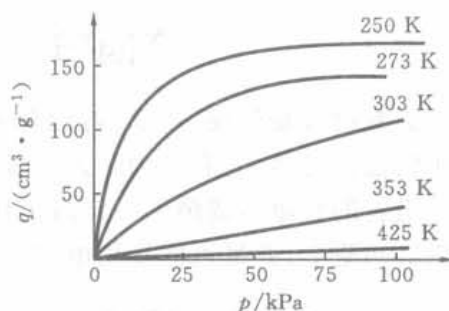


图 1-4 曲线的绘制方法

三、数学方程式法

实验数据可用数学经验方程式表示,这种表达方式便于记录和运算。方法是先将一组实验数据画图后,把数据拟合成直线方程或其他函数关系。由于直线方程简单,所以一般设法将实验数据线性相关,找到一个线性函数式 $y=kx+b$ 。如函数 $y=f(x)$ 不是线性方程,可选择新的变量 $x=\psi(x,y)$ 和 $y=\varphi(x,y)$ 来代替变量 x 和 y 而得到线性方程。线性方程中的 k 、 b 可用最小二乘法求得。最小二乘法原理如下所述。

假设所有自变量数据的测量,可忽略误差,当用线性方程式表达实验数据时,要获得偏差平方和最小时的 k 和 b 值,需要建立偏差平方和与测量数据 x 和 y 之间的关系。令 $Q =$

$\sum_{i=1}^n d_i^2 = \sum_{i=1}^n (y_i - k - bx_i)^2$, 偏差平方和最小的条件为

$$\begin{aligned} \left(\frac{\partial Q}{\partial k}\right)_b &= 0, \quad \left(\frac{\partial Q}{\partial b}\right)_k = 0 \\ \left(\frac{\partial Q}{\partial k}\right)_b &= -2 \sum_{i=1}^n (y_i - k - bx_i) = 0 \\ \sum_{i=1}^n y_i - nk - b \sum_{i=1}^n x_i &= 0 \end{aligned} \quad (1-12)$$

同理有

$$\begin{aligned} \left(\frac{\partial Q}{\partial b}\right)_k &= -2 \sum_{i=1}^n x_i (y_i - k - bx_i) = 0 \\ \sum_{i=1}^n x_i y_i - k \sum_{i=1}^n x_i - b \sum_{i=1}^n x_i^2 &= 0 \end{aligned} \quad (1-13)$$

联立式(1-12)和式(1-13),解得

$$k = \frac{\sum_{i=1}^n x_i y_i \sum_{i=1}^n y_i - \sum_{i=1}^n y_i \sum_{i=1}^n x_i^2}{\sum_{i=1}^n x_i - n \sum_{i=1}^n x_i^2} \quad (1-14)$$

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n x_i \sum_{i=1}^n y_i - n \sum_{i=1}^n x_i y_i}{\sum_{i=1}^n x_i - n \sum_{i=1}^n x_i^2} \quad (1-15)$$

第四节 实验报告的撰写与要求

实验报告是描述、记录、讨论某个实验过程及结果的文档。实验者根据实验经历真实地记录实验过程与结果,有时为了进一步阐明自己的实验结果或观点,可以少量引用他人的文献。

报告的长短与成绩不一定成正比。实验者要独立写自己的实验报告,胶片等影像结果可以用影印附上,并尽可能使用电脑文书处理软件撰写报告。

一、实验报告的结构

实验报告的结构并无一定规格或格式,只要写得合理、正确、真实,均为好的实验报告。参照科技期刊论文的格式写报告,也可以有较好的效果。一般实验报告的结构和写法如下所述。

1. 封面及目录(cover and content)

上半页依次写入实验课码、题目、组别、作者、交出日期等信息,下半页写目录表,详细标出各项内容的页数。

2. 实验目的(introduction)

简单描述实验目的,最好查阅文献资料了解与实验内容相关的知识背景,并加以简单描述。

3. 试剂与仪器(materials and apparatus)

将试剂和仪器的名称、规格、生产商等写清楚。

4. 实验步骤(methods)

写出实验步骤,完全记录实验流程与实验条件,切忌照抄讲义。

5. 实验结果(results)

这是实验报告的重点。要客观地、条理分明地陈述观察到的结果,并尽量用图表的形式表示实验数据和处理结果。实验数据主要指实验过程中直接测量到的读数。处理结果是指用实验数据经过一定的运算所得的结果,主要包括测定结果、测定结果的平均值、相对误差、平均相对误差或标准相对误差等。

6. 结果讨论(discussion)

进一步讨论分析所得到的结果,说明由结果所透露出的信息。若有与事实或已知不符的现象,请仔细讨论或解释之。该部分最需要发挥学生的专业水平。

7. 图表绘制(figure and table)

图表最好使用电脑软件作图,一定要正确而易懂,必要时加说明文字。

二、实验报告的一般格式

不同的基础化学实验,实验报告的格式有所不同。以下实验报告格式可供参考。

基础化学性质实验报告

实验名称 _____

_____ 学院 _____ 班 姓名 _____ 实验室 _____ 日期 _____

实验目的		
实 验 内 容	实 验 现 象	解释和反应式
讨论		
小结		

基础化学制备实验报告

实验名称 _____

_____ 学院 _____ 班 姓名 _____ 实验室 _____ 日期 _____

一、实验目的
二、实验原理
三、实验内容
<pre> graph TD A[] --> B[] B --> C[] D[] --> C D --> E[] E --> C E --> F[] F --> C I1[] --> D I2[] --> E I3[] --> B </pre>
四、提纯产品
称重 _____ 产率 _____
五、产品纯度检验及表征
六、讨论(实验体会、成败原因分析等)

基础化学原理实验报告(I)

实验名称 _____

_____ 学院 _____ 班 姓名 _____ 实验室 _____ 日期 _____

一、实验目的

二、实验内容

1. _____

步骤

现象

解释

方程式(根据讲义要求)

2. _____

3. 数据记录

4. 结果处理

三、问题和讨论

基础化学原理实验报告(Ⅱ)

实验名称 _____

_____ 学院 _____ 班 姓名 _____ 实验室 _____ 日期 _____

一、实验目的

二、基本原理(简述)

三、实验仪器与试剂

四、实验操作

五、实验过程主要现象

六、实验结果

七、问题和讨论

第二章 基本操作训练

实验 1 预备性实验

一、实验目的

- (1) 熟悉实验室安全知识,学会灭火器的使用。
- (2) 熟悉实验室常用仪器的名称、规格。
- (3) 熟悉化学试剂的规格、存放、取用及配制,了解实验室用水。
- (4) 掌握常用仪器的洗涤、干燥方法。
- (5) 掌握实验室加热操作。
- (6) 掌握沉淀、过滤、洗涤、烘干、炭化及灰化操作。

二、实验内容

(一) 实验室安全知识

1. 安全守则

- (1) 一切易燃、易爆物质的操作都要远离明火。
- (2) 产生有毒或腐蚀性气体的实验,都应在通风橱中进行。
- (3) 不用湿的手、物接触电源。点燃的火柴用后应立即熄灭,不得乱扔。
- (4) 加热试管时,不要将试管口指向自己或别人,也不要俯视正在加热的液体,以免被溅出的液体烫伤。
- (5) 在闻气味时,鼻子不能直接对着瓶口(或管口),而应用手轻轻煽动少量气体进行嗅闻。
- (6) 稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢注入水中,并不断搅拌,切勿将水注入浓硫酸中。
- (7) 禁止在实验室内饮、食、抽烟,防止有毒药品(如铬盐、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞及汞的化合物、氰化物等)进入口内或接触伤口。
- (8) 强氧化剂(如氯酸钾、硝酸钾、高锰酸钾等)及其混合物不能研磨,以免引起爆炸。银氨溶液不能留存,因久置后会析出黑色的氮化银沉淀,极易爆炸。

2. 意外事故的紧急处理

- (1) 割伤。伤口内若有异物,应立即清除干净,然后用碘酒消毒或贴上“创可贴”包扎,必要时将伤者送医院治疗。
- (2) 烫伤。切勿用水冲洗,可在烫伤处涂上烫伤膏或万花油。
- (3) 受强酸腐伤。立即用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠或稀氨水冲洗。
- (4) 受浓碱腐伤。立即用大量水冲洗,再用3%~5%乙酸或硼酸饱和溶液冲洗,最后再用水冲洗。
- (5) 中毒。在吸入刺激性或有毒气体如氯、氯化氢时,可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气