

基础化学实验

(上)

► 罗士平 陈若愚 主编



化学工业出版社

教材出版中心

基础化学实验

(上)

罗士平 陈若愚 主 编
朱建飞 高玉华 副主编

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

基础化学实验 (上) / 罗士平, 陈若愚主编. —北京:
化学工业出版社, 2005. 2
ISBN 7-5025-6491-8

I. 基… II. ①罗…②陈… III. 化学实验-高等学
校-教材 IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 136116 号

**基础化学实验
(上)**

罗士平 陈若愚 主 编
朱建飞 高玉华 副主编
责任编辑: 王秀鸾
文字编辑: 李 玥
责任校对: 顾淑云 周梦华
封面设计: 于剑凝

*

化学工业出版社 出版发行
教材出版中心
(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)
发行电话: (010) 64982530
<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销
北京兴顺印刷厂印装
开本 787mm×1092mm 1/16 印张 13¼ 字数 328 千字
2005 年 2 月第 1 版 2005 年 2 月北京第 1 次印刷
ISBN 7-5025-6491-8/O·88
定 价: 26.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

前 言

为了适应知识的快速更新、科学技术的交叉发展,贯彻“基础扎实、知识面宽、能力强、素质高”的高等教育培养目标,以验证化学原理为主的旧的化学实验教学体系与内容已不适应 21 世纪对人才培养的要求,必须进行改革,建立以提高学生综合素质和创新能力为主的新体系和新内容。

基础化学实验教学,目的是加深学生对化学的基本理论、化合物的性质及反应性能的理解,熟悉一般的物质制备、分离和分析方法,掌握基础化学的基本实验方法和操作技能,培养学生严谨的科学态度以及综合分析和解决实际问题的能力,同时也为后续课程的学习提供扎实的实验技能基础,使其初步具备基本的开展研究的能力。本书打破以往无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验和物理化学实验等四门化学实验课自成一体的界限,按照实验基本知识和实验技能要求,将基础化学实验内容进行整合、优化与更新。在体系上,以无机或有机合成为主线,将定性、定量分析和分离方法融于其中;在内容上,博采众长,既注意汲取传统教材的精华部分,也注意兼顾最新出版的教学改革教材中的新内容,按照循序渐进的原则,既有足够数量、充分体现“三基”训练方案的基础实验,又有学科内部基本操作综合项目和二级学科实验内容之间的交叉、综合实验项目,同时增加了设计性、研究性实验项目,通过让学生自行设计实验方案,实施实验过程,培养学生进行多学科化学实验的综合能力。本书对相关大型工具书、实验技术参考书及 Internet 上化学信息资源等也进行了适当介绍。为了强化学生预习环节,实验内容中增加“实验前应准备回答的问题”,以提高预习效果,这也是本书的特点之一。

基础化学实验(上)以无机合成为主线,强化基础知识、基本操作和基本技能训练,将定性、定量分析和分离方法融于其中。内容包括化学实验室基础知识,化学实验基本操作,基本物理量与物化参数测定实验,无机制备实验,元素及化合物性质实验,定量分析与仪器分析实验以及综合、设计性实验等。

参加本书编写的教师有江苏工业学院的罗士平、陈若愚、朱建飞、孙英、郭登峰和江苏科技大学的高玉华,江苏工业学院朱方平、陈洁、蒋海燕等同志参加了部分工作,全书由罗士平统稿,书中部分插图由朱方平绘制。

在编写过程中,编者参考了国内诸家教材,在此向教材的作者们表示谢意。

基础化学实验教学改革是一项十分艰巨的工作,编写基础化学实验教材涉及广泛的理论和实践知识,需要丰富的实践经验,限于编者学识水平和经验,书中难免存在不妥之处,恳请同行和读者批评指正。

编 者

2004 年 11 月

内 容 提 要

本书是大学基础化学实验课适用教材。基础化学实验（上）以无机合成为主线，强化基础知识、基本操作和基本技能训练，将定性、定量分析和分离方法融于其中。内容包括化学实验室基础知识，化学实验基本操作，基本物理量与物化参数测定实验，无机制备实验，元素及化合物性质实验，定量分析与仪器分析实验以及综合、设计性实验等。

本书可作为工科院校或综合性大学各相关专业本科学生的基础化学实验教材，对于化工、材料、医药、纺织等行业从事化学工作的实验技术人员也有一定的参考价值。

目 录

第一章 基础化学实验基础知识	1
第一节 化学实验室须知	1
第二节 实验室用水的规格及试剂的等级	5
第三节 误差与数据处理	7
第四节 基础化学实验常用器材介绍	16
第二章 基础化学实验基本操作	22
第一节 常用玻璃仪器的洗涤和干燥	22
第二节 加热	23
第三节 玻璃操作和塞子钻孔	27
第四节 容量仪器及其应用	30
第五节 化学试剂取用	34
第六节 称量	34
第七节 溶液的配制	40
第八节 气体的发生、净化、干燥和收集	40
第九节 溶解、蒸发和结晶	42
第十节 结晶(沉淀)的分离和洗涤	43
第十一节 试纸的使用	46
第三章 常用仪器使用说明	48
第一节 气压表	48
第二节 酸度计	49
第三节 电导率仪	55
第四节 分光光度计	57
第五节 原子吸收分光光度计	65
第六节 气相色谱仪	67
第四章 基本物理量与物化参数测定实验	74
实验一 气体常数的测定	74
实验二 酸碱离解平衡及 K_{HAC} 的测定	76
实验三 化学反应速率与活化能	78
实验四 硫酸钡溶度积测定	81
实验五 银氨配离子配位数及累积稳定常数的测定	84
第五章 无机制备实验	87
实验六 硫酸亚铁铵的制备	87

实验七 硝酸钾的制备和溶解度的测定	89
实验八 去离子水的制备与检验	91
实验九 氧化锌的制备	95
实验十 硫酸铜的提纯	96
实验十一 硫代硫酸钠的制备	98
第六章 元素及化合物性质实验	101
实验十二 氧化还原反应	101
实验十三 沉淀反应	104
实验十四 过渡元素	106
实验十五 配位化合物	109
第七章 定量分析与仪器分析实验	113
实验十六 分析天平称量练习	113
实验十七 滴定分析操作练习及酸碱比较滴定	114
实验十八 盐酸和氢氧化钠溶液配制和标定	116
实验十九 碱液中氢氧化钠及碳酸钠含量的测定	119
实验二十 碱灰中有关组分和总碱量的测定	120
实验二十一 阿司匹林药片中乙酰水杨酸含量的测定	123
实验二十二 EDTA 标准溶液的配制和标定	124
实验二十三 自来水总硬度的测定	127
实验二十四 石灰石中钙和镁的测定	129
实验二十五 焊锡中铅、锡的测定	131
实验二十六 碘和硫代硫酸钠标准溶液的配制和标定	132
实验二十七 水样中高锰酸钾指数的测定	135
实验二十八 废水化学需氧量测定	138
实验二十九 黄铜中铜含量测定	140
实验三十 碘量法测定葡萄糖	141
实验三十一 可溶性钡盐中钡的测定	143
实验三十二 金属材料中碳、硫含量的测定	145
实验三十三 含氟牙膏中微量氟的测定	146
实验三十四 邻二氮菲分光光度法测定铁	149
实验三十五 分光光度法测定铬和锰	151
实验三十六 紫外分光光度法测定水中总酚量	153
实验三十七 气-液填充色谱柱的制备及评价	155
实验三十八 气相色谱法测定苯系物	157
实验三十九 醇系物的定性及定量分析	160
实验四十 气相色谱法测定乙酸乙酯中微量水分	161
实验四十一 毛细管色谱法测定环境试样中有机污染物	164
实验四十二 离子色谱法测定水样中阴离子	165
实验四十三 原子吸收光度法测定镁	168
实验四十四 模拟电镀排放水中铜和镍的连续测定	171

实验四十五 金属材料中硅、锰、磷含量的测定	173
第八章 综合、设计性实验	180
实验四十六 设计性实验	180
实验四十七 铁氧体法处理含铬、镉电镀废水	181
实验四十八 $\text{Ni}(\text{NH}_3)_x\text{Cl}_y$ 的制备与组成测定	189
附录	197
附录 1 不同温度下水的饱和蒸气压	197
附录 2 弱酸和弱碱的离解常数	198
附录 3 金属配位物的稳定常数	198
附录 4 标准电极电位 (18~25℃)	200
附录 5 难溶化合物的溶度积常数 (18℃)	201
附录 6 常用指示剂	202
附录 7 常用缓冲溶液	203
附录 8 常用基准物及其干燥条件	203
附录 9 国际原子量表	204
附录 10 一些氢氧化物沉淀及其溶解时所需的 pH 值	205

第一章 基础化学实验基础知识

第一节 化学实验室须知

化学药品中，有很多是易燃、易爆、有腐蚀性的和有毒的，所以在化学实验中，务必十分重视安全问题，绝不能麻痹大意。在实验前应充分了解本实验的安全注意事项，在实验过程中应集中注意力，严格遵守操作规程和各项安全守则，避免事故的发生。

一、实验室一般安全守则

(1) 务必了解实验室及其周围环境、各项灭火和救护设备（如沙箱、灭火器、急救箱等）的安放位置以及水、电闸的位置。

(2) 严禁在实验室内饮食、吸烟。

(3) 使用电器时，要谨防触电；不要用湿手湿物接触电器设备；实验后应随手关闭电器开关。

(4) 加热试管时，试管口不要对着自己和别人，也不要俯视正在加热的液体，以免溅出而受到伤害。

(5) 不要直接用手触及毒物，实验完毕，洗净双手方可离开实验室。

(6) 实验室内所有药品不得携带出室外。

二、易燃、易爆、具有腐蚀性的药物及毒物的使用规则

(1) 不纯氢气遇火易爆炸，操作时要远离明火，点燃氢气前，必须先检查氢气的纯度。

(2) 银氨溶液久置后会变成氮化银而发生爆炸，用剩的银氨溶液必须酸化后回收。

(3) 某些强氧化剂（如氯酸钾、过氧化钠、硝酸钾、高锰酸钾）或其混合物（如氯酸钾与红磷、碳、硫等的混合物）不能研磨，以防爆炸。

(4) 钾、钠暴露在空气中或与水接触易燃烧，应保存在煤油中，并用镊子取用。

(5) 白磷在空气中易自燃且有剧毒，能灼伤皮肤，切勿与人体接触，应保存在水内，在水下切割并用镊子取用。

(6) 有机溶剂（乙醇、乙醚、苯、丙酮等）易燃，使用时要远离明火，用后立即盖紧瓶塞并放置阴凉处。

(7) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性，切勿使其溅在皮肤或衣服上，尤其要注意保护眼睛。稀释时（特别是浓硫酸），应将它们慢慢倒入水中而不能相反进行，以避免迸溅。

(8) 能产生有毒、有刺激性恶臭气体（如硫化氢、氯气、一氧化碳、二氧化碳、二氧化氮、二氧化硫、溴等）的实验，都要在通风橱进行操作。

(9) 嗅闻气体时，用手轻拂气体，把少量气体扇向自己的鼻孔，绝不能将鼻子直接对着瓶口。

(10) 可溶性汞盐、铬(VI)的化合物、氰化物、砷盐、锑盐、镉盐和钡盐都有毒，不得进入口内或接触伤口，其废液也不能倒入下水道，应集中统一处理。

(11) 金属汞易挥发，它在人体内会累积起来引起慢性中毒。一旦打破水银温度计或把汞洒落在桌上或地面，必须尽可能收集起来，并用硫黄粉盖在洒落的地方，使汞转变成不挥发的硫化汞。

三、意外事故的处理及救护措施

(1) 割伤 在伤口上抹红药水或紫药水，洒些消炎粉并包扎，或贴上止血贴。如为玻璃扎伤，应先挑出伤口里的玻璃碎片再包扎。

(2) 烫伤 切勿用水冲洗，在烫伤处抹上烫伤膏或万花油。

(3) 受酸腐蚀 先用大量水冲洗，再用饱和碳酸氢钠溶液或稀氨水洗，最后再用水洗。如果酸溅入眼内也用此法处理。

(4) 受碱腐蚀 先用大量水冲洗，再用醋酸(20g/L)洗，最后再用水冲洗。如果碱溅入眼中，可用硼酸溶液洗，再用水洗。

(5) 受溴腐蚀 用苯或甘油洗，再用水洗。

(6) 受白磷灼伤 用1%(质量分数)硝酸银溶液、1%(质量分数)硫酸铜溶液或浓高锰酸钾溶液洗后进行包扎。

(7) 吸入刺激性气体 吸入氯、氯化氢气体时，可吸入少量乙醇和乙醚的混合蒸气使之解毒。吸入硫化氢气体而感到不适时，立即到室外呼吸新鲜空气。

(8) 毒物进入口内 把5~10mL稀硫酸铜溶液(5%，质量分数)加入一杯温水中，内服后，用手指伸入咽喉部，促使呕吐再送医院治疗。

(9) 触电 首先切断电源，然后在必要时进行人工呼吸。

(10) 起火 起火后，要立即一面灭火，一面防止火势扩展(如采取切断电源、停止加热、停止通风、移走易燃易爆物品等措施)。灭火方法要根据起火原因采取相应的扑灭方法：

① 一般的小火可用湿布、石棉或沙覆盖在燃烧物上；

② 火势大时可用泡沫灭火器喷射起火处；

③ 由电器设备引起的火灾，不能用泡沫灭火器，以免触电，只能用四氯化碳气体或二氧化碳灭火器扑灭；

④ 因某些化学药品(如金属钠)和水反应引起的火灾，应用砂土来灭火；

⑤ 实验人员衣服着火时，切勿惊慌乱跑，赶快脱下衣服，或用石棉布覆盖着火处，就地卧倒打滚，可起灭火作用；

⑥ 伤势重者，立即送医院。

四、化学实验室三废处理

化学实验室的“三废”即废气、废液和废渣“三废”种类繁多，实验过程中产生的有毒气体和废水排放到空气中或下水道，对环境造成污染，威胁人们的健康。如 Cl_2 、 SO_2 等气体对人的呼吸道有强烈的刺激作用，对植物也有伤害作用；As、Pb、Hg等化合物进入人体后，不易分解和排出，长期积累会引起胃痛、皮下出血、肾功能损伤等；氯仿、四氯化碳等能致肝癌；多环芳烃能致皮肤病和膀胱癌。因此，要治理这些环境污染，从根本上来讲，实现化学实验教学的绿化是惟一途径。目前，一方面要大力推广微型化实验，从节约试剂、减少污染物产生方面入手；另一方面，必须对实验过程中产生的有毒有害物质经过必要的处理。

1. 常用的废气处理方法

(1) 溶液吸收法 溶液吸收法是用适当的液体吸收剂处理气体混合物，除去其中有害气

体的方法。常用的液体吸收剂有水、碱性溶液、酸性溶液、氧化剂溶液和有机溶液，它们可用于净化含有 Cl_2 、 HCl 、 HF 、 NH_3 、 SO_2 、 NO_x 、酸雾和各种组分有机物蒸气等的废气。

(2) 固体吸收法 固体吸收法是使废气与固体吸收剂接触，废气中的污染物吸附在吸收剂表面从而被分离出来。常用固体吸收剂有活性炭、活性氧化铝、硅胶和分子筛等。

2. 常用的废水处理方法

(1) 中和法 对于酸含量小于 3%~5% 的酸性废水或碱含量小于 1%~3% 的碱性废水，常采用中和处理法；无硫化物的酸性废水，可用浓度相当的碱性废水中和；含重金属离子较多的酸性废水，可用碱性试剂先行处理。

(2) 化学沉淀法 于废水中加入某种化学试剂，使之与其中的污染物发生化学反应，生成沉淀而分离，如氢氧化物沉淀法、硫化物沉淀法和铬酸盐法等。该法适用于除去废水中的重金属离子、碱土金属离子及某些非金属等。

(3) 氧化还原法 水中溶解的有害无机物或有机物，可通过化学反应将其氧化或还原，转化成无害的新物质或易从水中分离除去的形态。常用的氧化剂有漂白粉，常用的还原剂有 FeSO_4 或 Na_2SO_3 、铁屑、锌粒等。

此外，还有吸附法、萃取法、离子交换法、电化学净化法等。

而对于有机溶剂废液，可经蒸馏、分馏后分类回收，循环使用。

3. 常用的废渣处理方法

废渣主要采用掩埋法。有毒废渣必须先进行化学处理后深埋在远离居民区的指定地点。

五、学生实验守则

(1) 实验前应认真预习，写好实验预习报告，上课时交指导教师检查。

(2) 遵守纪律，保持肃静，集中思想，认真操作，积极思考，仔细观察，如实记录。

(3) 爱护各种设备和仪器，节约水电和药品。实验过程中如有仪器破损，应填写仪器破损单，经指导教师签字后及时领取补齐，破损仪器酌情赔偿。

(4) 实验后，废纸、火柴梗和废液废渣应倒入指定的回收容器内，严禁倒入水槽，以防水槽腐蚀和堵塞。废玻璃应放入废玻璃箱内。

(5) 使用试剂应注意下列几点。

① 试剂应按教材规定定量使用，如无规定用量，应适量取用，注意节约。

② 公用试剂瓶或试剂架上试剂瓶用过后，应立即盖上原来的瓶塞，并放回原处。公用试剂不得拿走为己用。试剂架上的试剂瓶应保持洁净，放置有序。

③ 取用固体试剂时，注意勿使其洒落在实验台上。

④ 试剂从瓶中取出后，不应倒回原瓶中。滴管未经洗净时，不准在试剂瓶中吸取溶液，以免带入杂质而使瓶中试剂变质。

⑤ 教材规定实验做完后要回收的药品都应倒入指定的回收瓶内。

(6) 使用精密仪器时，必须严格按操作规程操作，细心谨慎，避免粗枝大叶而损坏仪器。发现仪器有故障，应立即停止使用，报告指导教师，及时排除故障。

(7) 注意安全操作，遵守实验室安全守则。

(8) 实验后应将仪器洗净，放回原处，清理实验台面。

(9) 值日生应按规定打扫整个实验室，清洗水槽，最后负责检查电闸是否关闭，水龙头、门窗是否关好。

(10) 待指导老师对实验数据签字认可后，学生方可离开实验室。

六、学生实验报告及实验成绩的评定

1. 学生实验报告

学生在实验前必须认真预习实验内容，写出具有一定规格的预习报告；做完实验后，应根据预习和实验中的现象、数据记录等及时认真地撰写实验报告。预习报告是实验报告的基础，只是某些内容在实验完成后继续充实、补充和总结。实验报告反映了学生做完实验后对整个过程的全面总结，因此，必须引起高度重视。实验报告一般包括以下内容：

(1) 回答实验前应准备的问题 学生在实验前应根据教材中提出的预习要求，回答有关问题，如仪器的使用方法、溶液如何配制以及实验所涉及试剂的理化性质等，以增强预习效果。

(2) 实验目的 用简洁的语言概括实验的目的和要求。

(3) 实验仪器、试剂 介绍实验用到的仪器型号、试剂的等级，因为实验结果除了与研究者的工作经验等有关外，很大程度上还取决于仪器的测量精度、试剂的杂质含量。另外，通过查阅文献，还要熟悉试剂的熔点、沸点、折射率等物理常数。

(4) 实验原理 简要地用文字和化学反应式说明。对有特殊仪器的实验装置，应画出实验装置图。对于合成实验，应尽量写出可能的反应机理，通过反应机理，不仅对反应来龙去脉有正确的认识，而且可以在预测体系的产物、改进反应条件、提高反应产率等方面有很大的指导意义。

(5) 实验内容 简明扼要地写出实验步骤。

(6) 实验数据及处理 用文字、表格、图形等，将实验现象及数据表示出来，根据实验要求、计算公式等写出实验结果，还可运用误差分析对实验结果的优劣进行评估。

(7) 思考与讨论 对教材中的思考题和对实验中的现象、结果或产生的误差等进行讨论和分析，这一步往往是学生知识升华的重要方面，也是提高学生思维能力、分析问题和解决问题能力的重要手段。

2. 实验成绩的评定

成绩的评定主要遵循以下原则：全面性原则、客观性原则、可操作性原则、定量与定性结合原则等，学生实验成绩可采用网上自学、平时实验成绩和卷面考核或实验操作考试相结合综合而定。其中，平时实验成绩考核占主要成分，采用五档给分：实验内容预习与提问（20%）、实验操作（30%）、实验结果（20%）、思考题回答与讨论（20%）、实验过程与实验报告的整洁度（10%）。这样就把学生实验前的预习情况、实验过程的基本操作和基本技能、实验结束后数据的处理、现象的解释、问题的讨论等比较全面、客观地反映出来。

七、常用工具书和参考书

化学文献是世界各国有关化学方面的科学研究、生产实践等的记录与总结，查阅化学文献是化学工作者从事科学研究的重要方面，也是每个科学工作者应具备的基本功之一。文献种类繁多，按内容一般可分为原始文献，如期刊、专利等；检索原始文献的工具书，如各种文摘及其相关索引；将原始文献数据归纳整理而成的综合资料，如百科全书、手册等。

在进行实验之前，搞清楚有关物质的性状和物理常数，对于解释实验现象、保证实验正常进行、预测实验结果等有着重要的意义，因此，我们应该善于查阅有关辞典、手册和参考书等，以获取我们所需的数据和相关资料。

1. 常用的工具书

(1) 《新编化学化工大辞典》，唐敖庆等编，长春出版社，1996。

这是一部化学化工类综合性工具书，主要解释了无机化学、分析化学、有机化学、物理化学、高分子化学、生物化学、环境化学、化学工程等专业的名词术语，介绍了物质的物理性质、化学性质、用途、简单制取过程等特点。

(2) 《CRC Handbook of Chemistry and Physics》

这本《CRC 化学和物理手册》是美国化学橡胶公司 (Chemical Rubber Co., CRC) 出版的一部著名的化学和物理学科的工具书，初版于 1913 年，以后逐年改版，内容不断完善更新。该手册分十六部分，涉及到基本物理常数、单位、命名法、物质的物理常数、热力学、分析化学、分子结构和光谱等。

(3) 《Gmelin Handbook of Inorganic and Organometallic Chemistry》

这本《格梅林无机和有机金属化学手册》是收集无机物资料最完全、最系统的手册，原书以德文出版，书名为《格梅林无机化学手册》，20 世纪 80 年代只以英译本出版，1990 年改为现名。手册将所有化学元素分为 73 个系统号，某一化合物的资料应在组成该化合物所有各元素中系统号最大的元素卷中查找。内容涉及物质的物理性质、热力学生成数据、生成或制备、化学反应等，同时还涉及化学史、分析化学、矿物学、冶金学等领域。

(4) 《无机化学丛书》，张青莲主编，科学出版社，1982。

该丛书是大型无机化学工具书，共 18 卷 41 个专题。

(5) 《Treatises on Analytical Chemistry》，I. M. Kolthoff, P. J. Elving; Wiley; 2nd ed.; 1978。

这本《分析化学大全》对分析化学各个领域作了全面、系统的论述，提供了各种无机和有机化合物的分析程序及测定、评价商品产品特征及组成的各种方法。全书分三篇：第一篇为理论与实践；第二篇为无机和有机化合物的分析化学；第三篇为工业分析化学。

(6) 《分析化学手册》，杭州大学化学系分析化学教研室等编，化学工业出版社。

第二版《分析化学手册》在第一版的基础上做了较大幅度的调整、增删和补充。全套书由 10 个分册构成：基础知识与安全知识、化学分析、光谱分析、电分析化学、气相色谱分析、液相色谱分析、核磁共振波谱分析、热分析、质谱分析和化学计量学。

2. 主要实验参考书

(1) 武汉大学. 分析化学实验 (第三版). 北京: 高等教育出版社, 1994

(2) 成都科学技术大学分析化学教研组, 浙江大学分析化学教研组. 分析化学实验 (第二版). 北京: 高等教育出版社, 1989

(3) 南京大学大学化学实验教学组. 大学化学实验. 北京: 高等教育出版社, 1999

(4) 北京大学化学系分析化学教研组. 基础分析化学实验. 北京: 北京大学出版社, 1998

(5) 大连理工大学无机化学教研室. 无机化学实验. 北京: 高等教育出版社, 1990

(6) 徐功骅, 蔡作乾. 大学化学实验. 北京: 清华大学出版社, 1997: 27~29

(7) 奚旦立, 孙裕生, 刘秀英. 环境监测 (修订版). 北京: 高等教育出版社, 1995

(8) 古风才, 肖衍繁. 基础化学实验教程. 北京: 科学出版社, 2000

第二节 实验室用水的规格及试剂的等级

一、实验室用水的规格

我国已建立了实验室用水规格的国家标准 (GB 6682—92)，该标准规定了实验室用水

的技术指标、制备方法及检验方法。实验室用水的规格及主要指标见表 1-1。

表 1-1 实验室用水的规格及主要指标

指 标 名 称	一 级	二 级	三 级
pH 范围(298K)			5.0~7.5
电导率(298K)/($\text{mS} \cdot \text{m}^{-1}$)	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
吸光度(254nm, 1cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	
二氧化硅含量/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	≤ 0.01	≤ 0.02	

实验室常用的蒸馏水、去离子水和电导水，它们在 298K 时的电导率与三级水的指标相近。

1. 纯水的制备

(1) 蒸馏水 将自来水在蒸馏装置中加热汽化，再将蒸气冷却，即得到蒸馏水。此法能除去水中的非挥发性杂质，比较纯净，但不能完全除去水中溶解的气体杂质。此外，一般蒸馏装置所用材料是不锈钢、纯铝或玻璃，所以可能会带入金属离子。

(2) 去离子水 指将自来水依次通过阳离子树脂交换柱、阴离子树脂交换柱及两者混合交换柱后所得的水。离子树脂交换柱除去离子的效果好，故称去离子水，其纯度比蒸馏水高。但不能除去非离子型杂质，常含有微量的有机物。

(3) 电导水 在第一套蒸馏器（最好是石英制的，其次是硬质玻璃）中装入蒸馏水，加入少量高锰酸钾固体，经蒸馏除去水中的有机物，得重蒸馏水。再将重蒸馏水注入第二套蒸馏器中（最好也是石英制的），加入少许硫酸钡和硫酸氢钾固体，进行蒸馏。弃去馏头、馏后各 10mL，收取中间馏分。电导水应收集保存在带有碱石灰吸收管的硬质玻璃瓶内，时间不能太长，一般在两周以内。

(4) 三级水 采用蒸馏或离子交换来制备。

(5) 二级水 将三级水再次蒸馏后制得，可含有微量的无机、有机或胶态杂质。

(6) 一级水 将二级水经进一步处理后制得。如将二级水用石英蒸馏器再次蒸馏，基本上不含有溶解或胶态离子杂质及有机物。

2. 水纯度的检验

由表 1-1 可知，纯水质量的主要指标是电导率，因此，可选用适于测定高纯水的电导率仪（最小量程为 $0.02\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ ）来测定。

二、化学试剂等级及标志

我国化学试剂产品的相关标准有国家标准（GB）和专业（行业）标准（ZB）及企业标准（QB）等。按照试剂中杂质含量的多少，我国把常用试剂分为实验试剂（L. R. 四级）、化学纯试剂（C. P. 三级）、分析纯试剂（A. R. 二级）和优质纯试剂（G. R. 一级）4 种规格，见表 1-2。应根据实验要求，分别选用不同规格的试剂。

表 1-2 化学试剂等级及标志

等 级	一 级	二 级	三 级	四 级
中文名称	优级纯(保证试剂)	分析纯(分析试剂)	化学纯	实验试剂
英文符号	G. R.	A. R.	C. P.	L. R.
标签颜色	绿色	红色	蓝色	棕色
用途	精密的分析实验	一般的分析实验	一般的化学实验	要求不高的实验或作辅助试剂

第三节 误差与数据处理

化学是一门实验的科学,要进行许多定量的测量,如常数的测定、物质组成的分析以及溶液浓度的分析等。这些测定,有的是直接进行的,有的则根据实验数据推演计算问题。因此,树立正确的误差和有效数字的概念、掌握分析和处理实验数据的科学方法是十分必要的。下面仅就有关问题介绍一些基础知识。

一、测量中的误差

1. 准确度和误差

在定量的分析测定中,对于实验结果的准确度都有一定的要求。可是,绝对准确是没有的。在实际过程中,即使是技术很熟练的人,用最好的测定方法和仪器,测定出的数值与真实值之间总会产生一定的差值。这种差值越小,实验结果的准确度就越高;反之,则准确度就越低。所以,准确度是表示实验结果与真实值接近的程度。

准确度的高低常用误差来表示,误差有绝对误差和相对误差两种。

绝对误差(Δ)是测量值与真实值之差。例如,称量某3个物体的质量分别为2.3657g、1.5628g、0.2364g。而它们的真实质量分别为2.3658g、1.5627g和0.2365g。则其误差 Δ 分别为:

$$\Delta_1 = 2.3657 - 2.3658 = -0.0001(\text{g})$$

$$\Delta_2 = 1.5628 - 1.5627 = +0.0001(\text{g})$$

$$\Delta_3 = 0.2364 - 0.2365 = -0.0001(\text{g})$$

由此可见,当测定值小于真实值时,绝对误差为负值,表示测定结果偏低;反之,若测定值大于真实值时,则绝对误差为正值,表示测定结果偏高。其中1、3两个物体的真实质量相差近10倍,而绝对误差却一样为 -0.0001g 。可见,绝对误差并没有表明测量误差在真实值中所占的比例,为此引入相对误差的概念。

相对误差(δ)表示绝对误差与真实值之比,即误差在真实值中所占的百分率。故上述1、3二次测量的相对误差为:

$$\delta_1 = \frac{-0.0001}{2.3658} \times 100\% = -0.004\%$$

$$\delta_3 = \frac{-0.0001}{0.2365} \times 100\% = -0.04\%$$

由此看出,尽管测量的绝对误差相同,但由于被测量的量的大小不同,其相对误差也不同。被测量的量较大时,相对误差较小,测量的准确度较高。

2. 精密度和偏差

在实际工作中,由于真实值不知道,通常是在同一条件下进行多次正确测量,求出其算术平均值代替真实值,或者以公认的手册上的数据作为真实值。

在多次测量中,如果每次测量结果的数值比较接近,就说明测定结果的精密度比较高。可见精密度是表示各次测量结果相互接近的程度。

精密度的高低用偏差表示。偏差越小,精密度越高。偏差有不同表示方法:

绝对偏差(d)为测得值与平均值之差。

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

式中, x_i 指个别一次测得结果; d_i 指它的绝对偏差; $\bar{x}$ 指平均值。
相对偏差 ($d\%$)

$$d_i\% = \frac{d_i}{\bar{x}} \times 100\%$$

式中, $d_i\%$ 指第 i 个测得结果中所包含的偏差占平均值的百分数。

由于我们所需要的是整组数据对平均值的离散度, 所以常用平均偏差 ($\bar{d}$) 或平均相对偏差 ($\bar{d}\%$) 来表示:

平均偏差 ($\bar{d}$)

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

式中, $d_1, d_2 \cdots d_n$ 等分别代表各次测定结果的绝对偏差的绝对值; n 代表测量的次数。

平均相对偏差 ($\bar{d}\%$)

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

由于平均相对偏差能代表一组结果偏离平均值程度在所得结果中的影响程度, 所以常用以表示精密度。

个别数据的精密度是用绝对偏差或相对偏差表示的。对一系列测定数据的精密度则要用统计学上的方法来量度。因为即使在相同条件下测得的一系列数据, 也总会有一定的离散性, 分散在总体平均值的两端。样本标准偏差 (S) 是统计学上用来表示数据的离散程度, 也可用来表示精密度的高低。计算式如下:

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

为了计算方便, 也可用下面的等效式计算:

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

相对标准偏差又名变异系数, 用 C_v 表示:

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

由于标准偏差不考虑偏差的正负号, 同时又增强了大的偏差数据的作用, 突出较大偏差存在的影响, 所以能较好地反映测定数据的精密度。

例 1

x	$ d $
1.234	0.002
1.238	0.002
1.236	0
1.234	0.002
1.235	0.001
$\bar{x}: 1.236$	$\bar{d}: 0.001$

$$\bar{d}\% = \frac{0.001}{1.236} \times 100\% = 0.08\% \quad S = 0.002 \quad C_v = 0.2\%$$

例 2

x	$ d $
1.226	0.010
1.234	0.002
1.245	0.009
1.239	0.003
1.236	0
$\bar{x}: 1.236$	$\bar{d}: 0.005$

$$\bar{d}\% = \frac{0.005}{1.236} \times 100\% = 0.398\% \quad S = 0.007 \quad C_v = 0.6\%$$

由以上两例可见，虽然两组结果的平均值相同，但后一组的精密度不如前一组高。

精密度和准确度的概念不同。测量的精密度高，不一定其准确度也高；同样，测量的准确度高，也不一定其精密度也高。

精密度高是保证准确度高的前提。精密度低的测量，其准确度是不可信的。因为波动大，说明在每次测量过程中，引起误差的因素在起变化。或者说，测量条件并非完全一致。

例如，甲、乙、丙、丁 4 个人用同种方法测量同一样品中某物质的含量（设真实含量为 50.37%），测量结果如下：

	① 50.20%	① 50.20%
甲	② 50.20%	乙 ② 50.37%
	③ 50.18%	③ 50.45%
	④ 50.17%	④ 50.50%
平均值：50.19%		平均值：50.38%
① 50.40%	① 50.37%	
丙 ② 50.30%	丁 ② 50.35%	
③ 50.25%	③ 50.38%	
④ 50.23%	④ 50.33%	
平均值：50.23%	平均值：50.36%	

所得结果绘图如图 1-1。

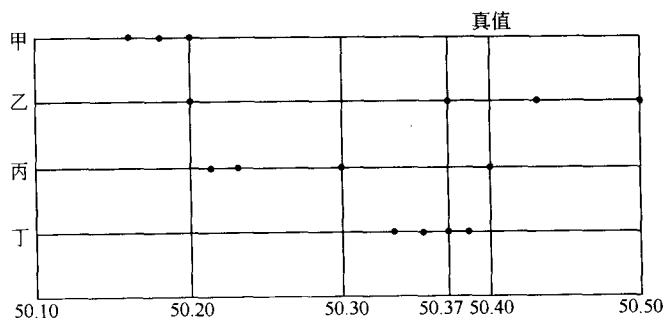


图 1-1 结果绘图

由图 1-1 可见，甲测量的精密度很高，但平均值与真实值相差很大，说明准确度低；乙测量的准确度高，但不可信，因为精密度太差；丙测量的精密度和准确度都不高；只有丁的