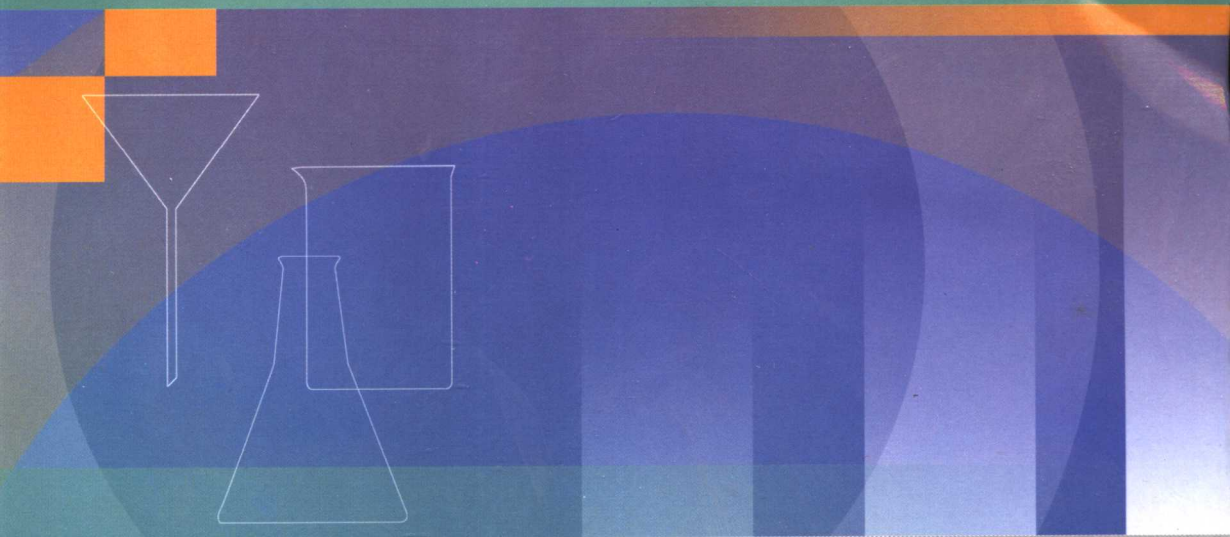




21世纪高等学校规划教材

基础化学实验

范文琴 王 炜 主编

中国铁道出版社

CHINA RAILWAY PUBLISHING HOUSE

21 世纪高等学校规划教材

基础化学实验

主编 范文琴 王 炜

参编 曹 魁 车如心 张丽娟 于丽华

雷晓航 许 芝 周晓慧

中 国 铁 道 出 版 社

北 京

内 容 简 介

本书改变了原有“四大化学”过分强调各自系统性、完整性状况,把原有实验内容融合在一起,形成了新的实验内容体系,以适应化学化工类、环境类、材料类等专业的教学需要。

本书包括五大部分内容,共六章。第一、二部分是化学实验基本知识及技术,第三部分是无机化学基本操作及无机物制备和性质,第四部分是化学分析的基本操作及物质的定量分析,第五部分是物理化学实验部分,第六部分是有机化学基本操作及有机物制备和性质。全书以环境、生命、工业生产与人类生活为素材,共选编了94个实验,内含26个综合、设计、研究性实验项目,其目的在于培养学生综合素质和解决实际问题的能力。书中每部分的要求各不相同,可以满足对不同层次学生的训练要求。

本书适合作为高等学校化学化工类、环境、材料类及有关专业的基础化学实验教材,也可供化学类人员使用和参考。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验/范文琴等编. —北京:中国铁道出版社,

2007.2

ISBN 978-7-113-07659-7

I. 基… II. 范… 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(2007)第024907号

书 名:基础化学实验

作 者:范文琴 王 炜 主编

出版发行:中国铁道出版社(100054,北京市宣武区右安门西街8号)

策划编辑:李小军

责任编辑:李小军 杨 哲 编辑部电话:51873094

封面设计:冯龙彬

印 刷:北京市兴顺印刷厂

开 本:730×988 1/16 印张:31.25 字数:600千

版 本:2007年3月第1版 2007年3月第1次印刷

印 数:1~3 000册

书 号:ISBN 978-7-113-07659-7/O·157

定 价:38.00元

版权所有 侵权必究

凡购买铁道版的图书,如有缺页、倒页、脱页者,请与本社发行部调换。

联系电话:(市电)010-51873094 (路电)021-73094

前 言

根据国家教育部召开的面向 21 世纪加强高素质教育和高等学校教学工作会议精神, 高等学校的教学要通过课程重组, 加强不同学科之间的交叉和融合, 改变原有的教学内容过细、各门课程过分强调系统性和完整性的状况。经过一段时间的努力, 形成与社会发展、科技发展以及新时期人才培养模式相适应的现代化教学内容和课程体系。

长期以来, 传统教学模式下的“四大”基础化学实验分工明确, 各自强调学科的系统性和完整性, 内容有相互重叠的交叉。随着教学改革的不深入, 原来的内容不再适应新形式的要求, 尤其是在有限的实验学时内进行系统的全面训练是不可能的。因此, 我们将四门基础化学实验课程内容进行重新整合, 改变了不必要的内容重复, 并将基础化学实验的内容融合在一起, 形成了新的内容体系, 以适应化学化工类、环境类、材料类等专业的教学需要。

本教材包括五大部分内容, 共六章。第一部分是第一、二章化学实验基本知识和技术, 第二部分是无机化学实验, 第三部分是分析化学实验, 第四部分是物理化学实验, 第五部分是有机化学实验, 最后是与实验有关的附录。五部分实验内容中都含有一定量的综合、设计、研究性实验, 且仪器使用基本没有重复, 每部分的要求各不相同, 可以满足对学生的训练要求。

本书由大连交通大学环境与化学工程学院范文琴、王炜任主编, 吉林师范大学王仁章教授主审。第一、二、三章由曹魁、王炜编写, 第四章由张丽娟、于丽华编写, 第五章由范文琴、车如心编写, 第六章由雷晓航、许芝编写, 附录由周晓慧、范文琴编写, 全书由范文琴统稿, 插图由周晓慧拍照整理。

在本书编写过程中, 得到大连交通大学环境与化学工程学院院长、教授李彦生的大力支持, 并贡献了个人珍贵的材料如“反应性离子交换法制备纳米氧化锌”, 作为本书的综合性实验的一部分。另外本书还参阅了国内一些著名的教科书, 其作者、书名都列在参考文献中, 在这里编者谨向他们表示衷心的感谢!

由于编者水平有限, 书中难免有不足和错误, 恳请广大读者批评指正。

编 者

2006 年 6 月于大连

目 录

第一章 化学实验基本知识	1
1.1 实验规则	1
1.2 实验预习、实验记录和实验报告	2
1.3 实验室安全及事故处理	3
1.4 实验室三废处理	3
1.5 实验室所用试剂的基本知识	4
1.6 实验数据的读取与可疑数据的取舍	5
1.7 误差与数据处理	8
1.8 实验报告格式示例	26
第二章 化学实验基本技术	32
2.1 玻璃管(棒)的加工	32
2.2 酒精喷灯及煤气灯的使用	35
2.3 物质的称量	36
2.4 溶液的浓度、溶液的配制	38
2.5 滴定分析仪器及使用	43
2.6 重量分析基本操作	51
2.7 有机合成实验常用仪器和装配	57
2.8 物质的加热和冷却	65
2.9 物质的分离和提纯	66
2.10 熔点及沸点的测定	89
2.11 折射率的测定	92
第三章 无机化学基本操作及无机物制备和性质	93
实验一 仪器的认领和洗涤	93
实验二 灯的使用和简单玻璃工操作	95
实验三 摩尔气体常数的测定	96
实验四 化学反应速率、活化能的测定	98
实验五 银氨配离子配位数的测定	102
实验六 硫酸钙溶度积常数的测定	104
实验七 硫酸铜的提纯	106
实验八 卤素	108
实验九 氧、硫、氮、磷	113

实验十 碱金属和碱土金属	119
实验十一 锡、铅、铋、铊	123
实验十二 铬和锰	127
实验十三 铁、钴、镍	131
实验十四 铜、银、锌、镉、汞	134
实验十五 由铁合成某些重要化合物	139
(一)硫酸亚铁和硫酸亚铁铵	139
(二)三草酸合铁(Ⅲ)酸钾	140
(三)聚合硫酸铁	143
实验十六 常见阴、阳离子的分离与鉴定	145
(一)常见阴离子的分离与鉴定	145
(二)常见阳离子的分离与鉴定	149
实验十七 紫菜中碘的提取及其含量的测定	158
实验十八 乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备与有效成分的测定	160
实验十九 植物中某些元素的分离与鉴定	164
实验二十 振荡反应	165
实验二十一 未知物分析及鉴定	167
第四章 化学分析的基本操作及物质的定量分析	169
实验二十二 分析天平的称量练习	169
实验二十三 分析天平的质量鉴定	171
实验二十四 容量仪器的校准	175
实验二十五 滴定分析基本操作练习	178
实验二十六 有机酸摩尔质量的测定	181
实验二十七 混合碱的测定(双指示剂法)	183
实验二十八 磷酸电位滴定分析	186
实验二十九 天然水(自来水)总硬度的测定	190
实验三十 铅铋溶液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 含量的连续测定	193
实验三十一 铝合金中铝含量的测定	195
实验三十二 过氧化氢含量的测定	197
实验三十三 水样中化学耗氧量(COD)的测定(高锰酸钾法)	199
实验三十四 铜合金中铜含量的测定(间接碘量法)	201
实验三十五 果蔬中抗坏血酸(Vc)含量的测定(直接碘量法)	204
实验三十六 补钙剂中钙含量的测定(高锰酸钾间接滴定法)	206
实验三十七 铁矿中铁含量的测定(无汞定铁法)	207
实验三十八 氯化物中氯含量的测定(莫尔法)	209
实验三十九 $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ 中钡含量的测定($BaSO_4$ 晶形沉淀重量分析法)	211

实验四十 钢铁中镍含量的测定(丁二酮肟有机试剂沉淀重量分析法)	214
实验四十一 水样中六价铬的测定	216
实验四十二 有机阳离子交换树脂交换容量的测定	218
实验四十三 设计性实验(自选题目十个)	221
综合性实验	222
实验四十四 邻二氮菲吸光光度法测定铁(条件实验,试样中铁含量测定和络合物组成测定)	222
实验四十五 饮用水中微量氟的测定(离子选择电极法)	227
实验四十六 分光光度法测定甲基橙的解离常数	231
实验四十七 硅酸盐水泥中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	234
实验四十八 钴、镍的离子交换及络合滴定法测定	238
实验四十九 硫酸铜和硫酸锌的制备及含量分析	241
研究性实验	244
实验五十 共沉淀分离富集原子吸收光谱法测定海水中的痕量镉	244
第五章 物理化学实验部分	247
实验五十一 燃烧热的测定	247
(一)用氧弹量热计测定蔗糖的燃烧热	247
(二)用绝热量热仪测定萘的燃烧热	252
实验五十二 电极制备、处理及电池电动势的测定	257
实验五十三 电动势的测定及其应用	261
(一)难溶盐氯化银溶度积的测定	261
(二)测定溶液的 pH 值	264
实验五十四 蔗糖水解反应速度常数的测定	265
实验五十五 恒温槽性能测试及液体黏度的测定	268
实验五十六 表面张力测定	274
(一)最大气泡压力法测定乙醇溶液的表面张力	274
(二)最大气泡法测定正丁醇溶液的表面张力	279
实验五十七 极化曲线的测定	284
实验五十八 电动势法测定化学反应的热力学函数变化值	288
实验五十九 异丙醇-环己烷双液系相图	291
实验六十 乙酸乙酯皂化反应速度常数的测定	295
实验六十一 丙酮碘化反应	299
实验六十二 醋酸电离度和电离常数的测定	302
(一)pH 法	302
(二)电导率法	303
实验六十三 二组分金属相图的绘制	306

实验六十四 固体在溶液中的吸附	310
实验六十五 液体饱和蒸汽压的测定	312
实验六十六 溶胶的制备及电泳	316
实验六十七 B-Z 振荡反应表观活化能的测定	320
实验六十八 电势 - pH 曲线的测定及其应用	324
实验六十九 离子迁移数的测定	326
(一)希托夫法测定离子迁移数	327
(二)界面移动法测定离子迁移数	330
综合、设计、研究性实验	332
实验七十 反应性离子交换法制备纳米氧化锌	334
实验七十一 金属的腐蚀与防腐	336
(一)演示方法	336
(二)镍在硫酸溶液中的钝化曲线	337
(三)缓冲剂及缓蚀效率的测定	338
实验七十二 物理化学实验数据的计算机处理	340
第六章 有机化学基本操作及有机物制备和性质	346
实验七十三 有机化合物的性质实验(一)醇和酚的性质	346
实验七十四 有机化合物的性质实验(二)羧酸的性质	348
实验七十五 工业乙醇的蒸馏	351
实验七十六 甲苯和四氯化碳的分馏	352
实验七十七 环己烯的制备	354
实验七十八 苯甲醛的水蒸气蒸馏	356
实验七十九 1-溴丁烷的制备	358
实验八十 溴乙烷的制备	360
实验八十一 正丁醚的制备	362
实验八十二 乙酸乙酯的制备	364
实验八十三 苯甲酸的制备	366
实验八十四 有机化合物的重结晶及结构表征	368
实验八十五 肉桂酸的制备	370
实验八十六 邻苯二甲酸二丁酯(<i>n</i> -Dibutyl phthalate)的制备	372
实验八十七 双酚 A 的制备	374
综合、设计、研究性实验	376
实验八十八 二苯酮的制备——由苯甲酰氯和无水苯在无水三氧化铝 催化下合成	376
实验八十九 绝对乙醇的制备	377
实验九十 三苯甲醇的制备	378

实验九十一 苯亚甲基苯乙酮的合成	380
实验九十二 7,7-二氯二环[4.1.0]庚烷的合成	382
实验九十三 从茶叶中提取咖啡因	384
实验九十四 无溶剂室温研磨法合成 α, β 不饱和酮	386
附录 1 化学实验常用仪器及使用	389
1.1 大气压力计	389
1.2 分析天平	392
1.3 温度计与恒温槽	395
1.4 酸度计	400
1.5 电导率仪	406
1.6 分光光度计	408
1.7 阿贝折射仪	411
1.8 旋光仪	415
1.9 电位差计	418
1.10 恒电位仪	423
1.11 熔点测定仪(双目显微熔点测定仪)	426
1.12 超声波清洗仪	428
1.13 原子吸收分光光度计	431
1.14 气相色谱仪	434
1.15 高效液相色谱仪	437
1.16 红外光谱仪	442
1.17 热分析测量技术及仪器	443
附录 2 常用的理化数据及相关资料	453
2.1 国际单位制(SI)	453
表 1 SI 基本单位	453
表 2 国际单位制的一些导出单位	454
表 3 国际制词冠	455
2.2 国际原子量表(附熔点)	455
2.3 部分化学常用数据表	458
表 1 乙醇的蒸汽压	458
表 2 汞的蒸汽压	459
表 3 水在不同温度下的折射率、黏度和介电常数	459
表 4 常压下共沸物的沸点和组成	460
表 5 几种常用液体的折光率(n_D)	460
表 6 几种液体的黏度(以厘泊为单位)	460
表 7 水和空气界面上的表面张力(尔格/厘米 ²)(达因/厘米)	461

表 8	25℃下标准电极电位及温度系数	461
表 9	25℃不同质量摩尔浓度下一些强电解质的活度系数	462
表 10	25℃下 HCl 水溶液的摩尔电导和电导率与浓度的关系	462
表 11	高分子化合物特性黏度与分子量关系式中的参数表	462
表 12	无限稀释离子的摩尔电导率和温度系数	462
表 13	几种胶体的 ζ 电位	463
表 14	均相热反应的速率常数	463
表 15	25℃下醋酸在水溶液中的电离度和离解常数	464
表 16	不同浓度不同温度下 KCl 溶液的电导率	464
表 17	有机化合物的标准摩尔燃烧焓	464
表 18	18℃下水溶液中阴离子的迁移数	465
表 19	不同温度下 HCl 水溶液中阳离子的迁移数	465
表 20	有机化合物的蒸汽压	465
表 21	有机化合物的密度	466
表 22	弱电解质的电离常数(25℃)	466
表 23	一些难溶电解质的溶度积常数	467
表 24	标准电极电势表(25℃)	468
表 25	某些配离子的不稳定常数	471
2.4	常见离子和化合物的颜色	473
2.5	某些试剂的配制	476
2.6	常用指示剂	477
2.7	常用缓冲溶液的配制	480
2.8	常用浓酸浓碱的密度和浓度	481
2.9	常用基准物质的干燥条件和应用	481
2.10	常用有机溶剂的沸点、相对密度表	482
2.11	关于有毒化学药品的知识	482
2.12	常用化学信息网址资料	485
参考文献		487

第一章 化学实验基本知识

1.1 实验规则

实验规则是人们在长期的实验室工作中，从正反两方面的经验、教训中归纳总结出来的。它可以防止意外事故，保持正常实验的环境和工作秩序。遵守实验规则是做好实验的重要前提。人人必须严格遵守实验规则。

1. 实验前一定要做好预习和实验准备工作，检查实验所需要的药品、仪器是否齐全。做规定以外的实验，应先经教师允许。

2. 实验时要集中精力，认真操作，仔细观察，积极思考，如实详细地做好记录。

3. 实验中必须保持肃静，不准大声喧哗，不得到处乱走，不得无故缺席，因故缺席未做的实验应该补做。

4. 爱护国家财物，小心使用仪器和实验室设备，注意节约水、电和煤气。每人应取用自己的仪器，不得动用他人的仪器；公用仪器和临时供用的仪器用毕应洗净，并立即送回原处。如有损坏，必须及时登记补领。

5. 实验台上的仪器应整齐地放在一定的位置上，并经常保持台面的清洁。废纸、火柴梗和碎玻璃等应倒入垃圾箱内，酸性废液应倒入废液缸内，切勿倒入水槽，以防堵塞或锈蚀下水管道，碱性废液倒入水槽并用水冲洗。

6. 按规定的量取用药品，注意节约。称取药品后，及时盖好原瓶盖，放在指定地方的药品不得擅自拿走。

7. 使用精密仪器时，必须严格按照操作规程进行操作，细心谨慎，避免因粗心大意而损坏仪器。如发现仪器有故障，应立即停止使用，报告教师，及时排除故障。使用后必须自觉填写登记本。

8. 实验后，应将所用仪器洗净并整齐地放回柜内。实验台及试剂架必须擦净，最后关好电门、水和煤气龙头。实验柜内仪器应存放有序，清洁整齐。

9. 每次实验后由学生轮流值勤，负责打扫和整理实验室，并检查水龙头、煤气开关、门、窗是否关紧，电闸是否关闭，以保持实验室的整洁和安全。

10. 发生意外事故时应保持镇静，不要惊慌失措。遇有烧伤、烫伤、割伤时应立即报告教师，及时急救和治疗。

1.2 实验预习、实验记录和实验报告

实验报告是实验结果的总结。

化学实验报告的内容分为三部分：一是预习部分，二是设计与数据记录部分，三是数据处理与结果部分。书写报告一般使用我校印刷的实验报告纸，报告书写要求字迹清晰、端正，表格设计合理，数据记录准确，图表绘制规范，表格内容简明扼要，文理通顺。

1.2.1 预习部分

实验前必须预习，了解实验原理、所用仪器、实验方法等。做好实验前的准备工作，写出预习报告，直接写在正式的报告纸上，其内容有：

1. 实验项目名称。
2. 实验目的。
3. 实验所用仪器、器件。使用大型精密仪器时，要求写仪器和设备的编号（到实验室补写）。
4. 实验原理摘要、实验所用的主要公式及公式中各物理量的意义、单位。

1.2.2 设计与数据记录部分

这部分内容写在实验报告纸设计与数据记录部分。

1. 讲义中对本实验规定的设计内容（如根据原理、内容及给定仪器设计出实验步骤等）。

2. 设计并画出数据记录表格。

以上设计内容一般应在实验前的预习中完成。必须对照仪器才能设计的，上课开始时在教师指导下进行。

3. 认真记录实验数据，记录应该真实、准确，注意有效数字，实验数据不得涂改。

1.2.3 数据处理与结果部分

学生在做完实验后，应根据实验所得的数据进行整理和处理，完成实验报告，此报告与设计部分的记录纸一起交教师批阅。

这部分的内容有：

1. 记录必要的实验常数或物理量。
2. 有些实验还须记录实验室的环境条件，如气温、气压、温度等。

3. 经过整理和修改的实验步骤 (有时可省略, 由教师决定)。
4. 重新按要求画好表格, 把实验记录纸上所记录的数据经核对后记入表格, 数据不得涂改。
5. 进行数据处理, 把数据代入公式进行运算。需作图时, 则应根据数据将图画在坐标纸上。需进行误差计算的要根据误差公式进行计算。
6. 实验结果。
7. 讨论与心得, 对实验中出现的、产生误差的原因等进行讨论, 也可写出自己的心得体会和对实验改进的见解。
8. 完成教师指定的作业。

为了顺利完成实验和报告, 学生必须在课前做好预习。写出预习部分和指定的设计部分的报告, 凡未按要求进行预习的, 不准进行实验, 此次实验按不及格论处。同时, 学生在上实验时必须带齐写报告的用具, 如纸、笔、计算器、必要的作图工具、坐标纸等。

1.3 实验室安全及事故处理

进行化学实验时, 要严格遵守关于水、电、煤气和各种仪器、药品的使用规定。化学药品中, 很多是易燃、易爆、有腐蚀性和有毒的。因此, 重视安全操作, 熟悉一般的安全知识是非常必要的。

注意安全不仅是个人的事情。发生了事故不仅损害个人的健康, 还要危及周围的人们, 并使国家的财产受到损失, 影响工作的正常进行。因此首先需要从思想上重视安全工作, 绝不能麻痹大意。其次, 在实验前应了解仪器的性能和药品的性质以及本实验中的安全事项。在实验过程中, 应集中注意力, 并严格遵守实验安全守则, 以防意外事故的发生。第三, 要学会一般救护措施, 一旦发生意外事故, 可进行及时处理。最后, 对于实验室的废液, 也要知道一些处理的方法以保持实验室环境不受污染。

1.4 实验室三废处理

实验中经常会产生某些有毒的气体、液体和固体, 需要及时排弃。如不经处理直接排出, 就可能污染周围空气和水源, 使环境污染, 损害人体健康。因此对废液、废气和废渣要经过一定的处理后, 才能排弃。

对产生少量有毒气体的实验应在通风橱内进行。通过排风设备将少量毒气排到室外 (使排出气在外面大量空气中稀释), 以免污染室内空气。产生毒气量大的实

验必须备有吸收或处理装置。如 NO_2 、 SO_2 、 Cl_2 、 H_2S 、 HF 等可用导管通入碱液中，使其大部分吸收后排出。 CO 可点燃转化成 CO_2 。废渣包括少量有毒的废渣应掩埋于指定地点的地下。一般酸碱废液可中和后排放。对含重金属离子或汞盐的废液可加碱调 pH 值 8~10 后再加硫化碱处理，使之毒害成分转变成难溶于水的氢氧化物和硫化物而沉淀分离，残渣掩埋，清液达环保排放标准后可排放。废铬酸洗液可加入 FeSO_4 ，使六价铬还原为无毒的三价铬后按普通重金属离子废液处理。含氰废液量少时可先加 NaOH 调 $\text{pH} > 10$ ，再加适量 KMnO_4 ，使 CN^- 氧化分解去毒；量多时则在碱性介质中加 NaClO 使 CN^- 氧化分解成 CO_2 和 N_2 。

1.5 实验室所用试剂的基本知识

表 1-1 是我国化学试剂等级标志与某些国家化学试剂等级标志对照表。

化学试剂中，指示剂纯度往往不太明确。除少数标明“分析纯”、“试剂四级”外，经常遇到只写明“化学试剂”、“企业标准”或“部颁暂行标准”、“生物染色素”等。常用的有机溶剂、掩蔽剂等，也经常见到级别不明的情况，平常只可作为“化学纯”试剂使用，必要时需进行提纯。例如，三乙醇胺中铁含量较大，而又常用来掩蔽铁，因此使用该试剂时，必须注意。

表 1-1 我国化学试剂等级标志与某些国家化学试剂等级标志对照表

质 量 次 序		1	2	3	4
中国 化学 试剂 等级 标志	级 别	一级品	二级品	三级品	四级品
	中文标识	保证试剂	分析试剂	化学纯	试验试剂
		优级纯	分析纯	纯	
	符 号	G.R	A.R	C.P	L.R
	瓶签颜色	绿	红	蓝	黄色等
德、美、英等国通用等级和符号		G.R	A.R	C.P	
俄罗斯等级和符号		化学纯 X . II	分析纯 II . II . A	纯 II	

生物化学中使用的特殊试剂，纯度表示和化学中一般试剂表示也不相同。例如，蛋白质类试剂，经常以含量表示，或以某种方法（如电泳法等）测定杂质含量来表示。再如，酶是以每单位时间能酶解多少物质来表示其纯度，就是说，它是以其活力来表示的。此外，还有些特殊用途的所谓高纯试剂，例如，“色谱纯”试剂，

是在最高灵敏度下以 10^{-10} g 下无杂质峰来表示的；“光谱纯”试剂，它是以光谱分析时出现的干扰谱线的数目强度大小来衡量的，往往含有该试剂各种氧化物，它不能认为是化学分析的基准试剂，这点须特别注意；“放射化学纯”试剂，它是以放射性测定时出现干扰的核辐射强度来衡量的；“MOS”试剂，它是“金属-氧化物-半导体”试剂的简称，是电子工业专用的化学试剂，等等。

在一般分析工作中，通常要求使用 A.R 级的分析纯试剂。

常用化学试剂的检验，除经典的湿法化学方法之外，已愈来愈多地使用物理化学方法和物理方法，如原子吸收光谱法，发射光谱法，电化学方法，紫外、红外和核磁共振分析法以及色谱法等。高纯试剂的检验，无疑地只能选用比较灵敏的痕量分析方法。

分析工作者必须对化学试剂标准有一明确的认识，做到合理使用化学试剂，既不超规格造成浪费，又不随意降低规格而影响分析结果的准确度。

1.6 实验数据的读取与可疑数据的取舍

化学实验现象及本质的分析与反映常常需要通过实验数据来体现，因此不仅需要准确地测量物理量，而且还应正确地记录测得的数据和计算。例如，用分析天平称得某试样的质量为 0.673 0 g，这个数据表明该称量 0.673 g 是准确的，最后一位数字“0”是估计值，可能有 ± 0.0001 g 的误差。若将此称量结果记录为 0.673 g，则表明该称量 0.67 g 是准确的，最后一位数字“3”是估计值，可能有 ± 0.001 g 的误差。可见在记录测量结果时，在小数点后末尾多写或少写一位“0”数字，虽然两次记录结果的绝对值大小是一样的，但是所反映的称量精确度却相差 10 倍。

1. 有效数字

有效数字是由准确数字与一位可疑数字组成的测量值。有效数字的有效位反映了测量的精度。有效位是指从数字最左边第一个不为零的数字起到最后一位数字止的数字个数。例如：21.65 g、0.021 65 kg，都是 4 位有效数字，最后一位数字是估计出来的，为可疑数字，但它不是臆造的，所以记录时必须保留。注意首位数字 ≥ 8 的数据，其有效数字的位数可多算一位，如 9.45 可作 4 位有效数字，而对常数、系数等，有效数字的位数没有限制。

确定有效数字位数的运算规则：

(1) 加减运算 测量值相加减，所得结果有效数字的位数和参与运算的数据小数点后位数最少的那个数据相同。例如：24.65、24.646、24.645 2 三数相加，结果为 73.94。

(2) 乘除运算 测量值相乘时，所得结果的有效数字位数应和参与运算的数据

中有效数字最少者相同，而与小数点的位置无关。例如：21.57、2.654、0.784 三个数相乘时，结果为 44.9。

(3) 对数运算（例如 pH 和 $\lg K$ 等） 有效数字的位数仅取决于小数部分数字的位数，整数部分决定数字的方次。例如： $c(\text{H}^+) = 5.5 \times 10^{-5} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ，它有两位有效数字，所以 $\text{pH} = -\lg c(\text{H}^+) = 4.74$ ，尾数 74 是有效数字，与 $c(\text{H}^+)$ 的有效数字位数相同。

修约规则：

四舍六入五留双。例如将下列数字修约为 4 位有效数字：

66.284 67 $\rightarrow$ 66.28

56.386 54 $\rightarrow$ 56.39

* 66.385 01 $\rightarrow$ 66.39

56.385 00 $\rightarrow$ 56.38

* 末位数字后的第一位数为 5，且其后的数字不全为 0，则将末位数的数值加 1。

2. 数据读取

通常读取数据时，在最小准确量度单位后再估读一位。例如，滴定分析中，滴定管最小刻度为 0.1 mL，读数时要读到小数点后第二位。若始读数为 0.0 mL，应记作 0.00 mL；若终读数在 25.3 mL 和 25.4 mL 之间，则要估读一位，例如读数为 25.32 mL，等等。

但是值得注意的是，在使用万分之一电光分析天平时，天平游标的最小分度值已经是不准确值，不必再估读一位了。如测量一物质质量在 0.645 8 至 0.645 9 之间，这时如果读数刻度线靠近游标的 5.8 mg 刻度，就记为 0.645 8 g，反之，记为 0.645 9 g。

3. 可疑值的取舍

在一组平行测量中，有时会出现个别测量值偏离较大的现象。这时，我们首先要检查一下是否在测量中出现了错误，若没有，则必须由统计规律来决定取舍，一般较简单的方法是 Q 检验法。

Q 检验法的基本步骤是：

(1) 排序 将 n 个测量值按由小到大的顺序排列： $x_1, x_2, \dots, x_n$ 。

(2) 求 Q 值 若其中最大值 x_n 为可疑值，则按下式计算 Q ：

$$Q_{\text{计算}} = \frac{x_n - x_{n-1}}{x_n - x_1}$$

若其中最小值 x_1 为可疑值，则按下式计算 Q ：

$$Q_{\text{计算}} = \frac{x_2 - x_1}{x_n - x_1}$$

(3) 比较判断 将计算的 Q 值与表 1-2 中查得的 Q 值比较。若 $Q_{\text{计算}} > Q_{\text{表}}$ ，

则应舍去此可疑值，否则保留。

表 1-2 Q 值 表

测定次数 (n)	$Q_{0.90}$	$Q_{0.95}$	$Q_{0.99}$
3	0.94	0.98	0.99
4	0.76	0.85	0.93
5	0.64	0.73	0.82
6	0.56	0.64	0.74
7	0.51	0.59	0.68
8	0.47	0.54	0.63
9	0.44	0.51	0.60
10	0.41	0.48	0.57

例题 5次测定试样中 CaO 的质量分数 $\omega \times 100$ 分别为 46.00、45.95、46.08、46.04 和 46.23，46.23 是否舍弃？

解 (1) 排序：45.95，46.00，46.04，46.08，46.23

(2) 计算：
$$Q_{\text{计算}} = \frac{46.23 - 46.08}{46.23 - 45.95} = \frac{0.15}{0.28} = 0.54$$

(3) 比较：置信度为 90%，5 次测量由 Q 值表得 $Q_{0.90} = 0.64$ ； $Q_{\text{计算}} < Q_{0.90}$ ，所以 46.23 可予保留。

4. 测量结果的表示

测量结果最常用的表示方法是均值、平均偏差和相对平均偏差。均值表征测试量的大小，平均偏差和相对偏差表征测试的精密度，也就是说平均测量值的彼此接近程度。

均值的表达式
$$\bar{x} = \left(\sum_{i=1}^n x_i \right) / n$$

平均偏差
$$\bar{d} = \left(\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}| \right) / n$$

相对平均偏差
$$\frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\%$$

式中 x_i ——单次测量值；

n ——测量的次数。

例如，测试值：10.09、10.11、10.10、10.09、10.12，则其平均值为

$$\bar{x} = \frac{10.09 + 10.11 + 10.10 + 10.09 + 10.12}{5} = 10.102$$

但测试值仅准确到小数点后面第一位，第二位已为可疑值，故平均值 $\bar{x}$ 应表示