



高等院校化学实验新体系系列教材

化学测量实验

莫春生 苗碗根 何金兰 庄国雄 编

HUAXUE
CELIANG
SHIYAN



化学工业出版社

高等院校化学实验新体系系列教材

化学测量实验

莫春生 苗碗根 何金兰 庄国雄 编



化学工业出版社

· 北 京 ·

《化学测量实验》是“高等院校化学实验新体系系列教材”之一。主要由组成与结构分析实验、物理化学性质测试实验和化工过程基本参数测量实验等部分构成。全书共安排 54 个实验,分属 8 章:光谱分析实验、色谱分析实验、化学热力学测量实验、化学动力学测量实验、电分析与电化学测量实验、表面和胶体化学测量实验、物质结构测量实验及化工过程基本参数测量实验。另外,除适当介绍误差知识及数据处理方法外,还介绍了该课程涉及的主要测量技术,包括热化学测量技术、压力测量与真空技术、电化学测量技术、光谱仪性能参数测量、色谱仪性能参数测量、表面与胶体化学测量技术和流量测量技术。

本书可作为化学、应用化学、化工、材料、制药、生物技术、环境等专业的教材,也可供相关人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

化学测量实验/莫春生等编. —北京:化学工业出版社, 2011.8
高等院校化学实验新体系系列教材
ISBN 978-7-122-11815-8

I. 化… II. 莫… 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 (2011) 第 138146 号

责任编辑:杜进祥

文字编辑:张 赛

责任校对:战河红

装帧设计:刘丽华

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 装:大厂聚鑫印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/16 印张 16 1/4 字数 421 千字 2011 年 8 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:35.00 元

版权所有 违者必究

前 言

为适应社会发展和经济建设对多元化人才的需求,自20世纪80年代中期始,国内各高校相继进行了化学实验教学体系的革新。经过多年探索,我国重点高校普遍建立了“基础实验-中级实验-综合实验-创新实验-毕业论文”一条龙的实验教学新体系。进入21世纪,随着办学条件的全面改善,我校开展了广东省高等教育教学改革工程项目“化学实验课程体系改革和实验内容创新研究”,在建设化学实验教学中心过程中,构建“一体化、多层次、开放式”的化学实验教学新体系,将原分科设课的四大化学实验重组为“化学基础实验”、“化学合成实验”、“化学测量实验”、“综合化学实验”,并在教学实践的基础上编写了系列教材。

“物理化学实验”、“仪器分析实验”的共同特点是,应用物理学的原理和方法,借助数学工具,运用现代分析测试手段测定物质运动过程中物理参数的变化来研究物质组成、结构及化学变化的一般规律。“化工基础实验”中的化工过程参数测量实验,也是综合运用数学、物理及工程学等知识,把复杂的化工生产过程分解为简单的单元操作(动量传递、热量传递和质量传递)来进行分析和研究,而一般理科院校特别是师范院校化学及相关专业的“化工基础实验”教学内容和分配的学时不多,并不单独设课。基于以上考虑,适当借鉴国内外部分高校化学实验内容的组合,本书试图通过科学、合理的分类把分科设置的“物理化学实验”、“仪器分析实验”、“化工基础实验”三者有机地融为一体,凸现数学、物理及仪器方法在化学测量中的作用。

本书在编排时作如下几点考虑:

1. 由于化学实验教学独立设课,故对实验原理的叙述兼顾简明扼要和独立完整两方面,以利学生预习时正确理解。
2. 由于分析仪器的发展与应用迅速、普遍,本书将光学类仪器和色谱类仪器的主要性能参数的测定,作为实验技术进行专业教学,以利提高学生的实际应用能力。
3. 在实验内容的选取上,以基本知识和各种测量训练为主,兼顾实验内容更新,把适于转化为教学内容的科研成果编写成实验,以期拓展学生视野。
4. 利用化学实验教学中心的优质资源,把现代分析测试仪器应用于本科教学,以期增强学生的知识应用能力。

诚如傅鹰先生所言,编书如造园。繁花绿草,林木葱郁,亭台楼阁,小桥流水等景致,在A园恰到好处,移至B园则可能弄巧成拙,编写教材也大抵如此。把传统分块的实验内容重组,捏合的痕迹显而易见。本书在内容编排上虽自成一体,合理与否尤其是效果尚需通过教学实践检验,本书的编写当是化学实验教学改革的一种尝试。

本书在编写过程中参考了不少国内外化学实验教材和化学文献资料,在此对相应作者表示衷心感谢!

参加本书编写的有莫春生、苗碗根、何金兰、庄国雄、许丽梅、李志果、徐旭耀、彭元怀、周小平等提供了部分资料,全书由莫春生统稿。

由于编者水平所限,书中不当之处在所难免,敬请读者指正。

编 者
2011年5月

目 录

1 绪论	1
1.1 化学测量实验的目的要求	1
1.1.1 课程学习目的	1
1.1.2 课程学习基本要求	1
1.2 实验室安全	3
1.2.1 用电安全	4
1.2.2 气体钢瓶的安全使用	5
2 实验测量误差	8
2.1 误差分类	8
2.1.1 随机误差	8
2.1.2 系统误差	9
2.1.3 分析方法的评价指标	11
2.2 误差的表示方法	12
2.2.1 绝对误差与相对误差	12
2.2.2 算术平均误差	13
2.2.3 标准偏差	13
2.3 误差传递	13
2.3.1 算术平均误差的传递	14
2.3.2 标准偏差的传递	14
3 实验数据记录、表达与处理	18
3.1 实验数据的记录与有效数字	18
3.1.1 实验数据的记录	18
3.1.2 有效数字	18
3.2 离群值的检验与取舍	19
3.2.1 异常值剔除的依据	19
3.2.2 离群值的检验准则	20
3.3 实验数据的表达	23
3.3.1 列表法	23
3.3.2 作图法	24
3.3.3 数学方程式法	26
3.4 Origin 软件在实验数据处理中的应用	28
3.4.1 主界面	29
3.4.2 向工作表中输入数据	30
3.4.3 绘图	31
3.4.4 图形分析	31
4 实验技术	35

4.1	热化学测量技术	35
4.1.1	温度测量	35
4.1.2	温度的控制	39
4.1.3	量热技术	42
4.1.4	热分析法(步冷曲线法)	44
4.1.5	差热分析技术	46
4.1.6	热重分析	47
4.2	压力测量与真空技术	48
4.2.1	压力的表示方法	48
4.2.2	常用测压仪表	49
4.2.3	气压计	50
4.2.4	真空的获得	52
4.2.5	真空的测量	53
4.3	电化学测量技术	57
4.3.1	电导的测量	57
4.3.2	原电池电动势的测量	59
4.3.3	极谱与伏安测量	67
4.4	光谱仪性能参数测量	76
4.4.1	波长示值误差和重复性的检定	76
4.4.2	最小光谱带宽或分辨率的测量	80
4.4.3	光谱仪重复性与稳定性的测量	80
4.5	色谱仪性能参数测量	83
4.5.1	流动相的稳定性测量	84
4.5.2	固定相性能的测量	85
4.5.3	检测器的检出能力测定	86
4.5.4	整机定量重复性的测量	89
4.6	胶体与界面化学测量技术	90
4.6.1	表面与界面	90
4.6.2	溶胶的制备和纯化	93
4.6.3	乳状液、微乳状液与凝胶	94
4.6.4	胶体溶液的性质	95
4.6.5	表面活性剂的吸附作用	98
4.7	流量测量	99
5	光谱分析实验	102
实验1	电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定废水中镉、铬的含量	102
实验2	电感耦合等离子体发射光谱法测定水样中的铅、铜	104
实验3	原子吸收分光光度法测定自来水中钙、镁的含量	105
实验4	冷原子吸收光谱法测定废水和尿中的痕量汞	108
实验5	石墨炉原子吸收光谱法测定血清中的痕量铬	110
实验6	荧光分析法测定水中的镁	111
实验7	荧光法测定乙酰水杨酸和水杨酸	112
实验8	荧光分析法测定邻-羟基苯甲酸和间-羟基苯甲酸混合物中二组分的含量	114

实验 9	分光光度法同时测定维生素 C 和维生素 E	115
实验 10	分光光度法测定磺基水杨酸合铁的组成和稳定常数	117
实验 11	苯和苯衍生物的紫外吸收光谱的测绘及溶剂性质对紫外吸收光谱的影响 ..	118
实验 12	有机物红外光谱的测绘及结构分析	120
实验 13	醛和酮的红外光谱测定	121
实验 14	红外光谱法测定苯酚、苯甲酸	122
6	色谱分析实验	125
实验 15	气相色谱填充柱的制备	125
实验 16	流动相速度对柱效的影响	127
实验 17	气相色谱定性和定量分析	128
实验 18	反相液相色谱法分离芳香烃	130
实验 19	高效液相色谱法测定饮料中的咖啡因	131
7	化学热力学测量实验	133
实验 20	燃烧热测定	133
实验 21	凝固点降低法测分子量	136
实验 22	纯液体饱和蒸气压的测定	139
实验 23	双液系的气-液平衡相图	143
实验 24	二组分金属相图的绘制	146
实验 25	碘和碘离子反应平衡常数的测定	148
实验 26	三元相图的绘制与微乳状液制备	150
实验 27	差热分析	154
8	化学动力学测量实验	156
实验 28	旋光法测定蔗糖转化反应的速率常数	156
实验 29	乙酸乙酯皂化反应速率常数和活化能的测定	158
实验 30	丙酮碘化反应的速率方程	162
9	电分析与电化学测量实验	166
实验 31	氟离子选择电极测定自来水中含氟量	166
实验 32	极谱分析中的氧波、极大现象及迁移电流的消除	168
实验 33	单扫描极谱法同时测定铅和镉	170
实验 34	电导法测定水的电导率	172
实验 35	循环伏安法测定亚铁氰化钾	174
实验 36	离子迁移数的测定	176
实验 37	原电池电动势和电极电势的测定	178
实验 38	极化曲线的测定	182
实验 39	电导率测定的应用	184
10	表面和胶体化学测量实验	188
实验 40	溶液中的等温吸附	188
实验 41	最大泡压法测定溶液的表面张力	190
实验 42	电导法测定水溶液中表面活性剂的临界胶束浓度	193
实验 43	电泳	195
实验 44	黏度法测定水溶性高聚物相对分子质量	198
11	物质结构测量实验	202

实验 45	偶极矩的测定	202
实验 46	配合物的磁化率测定	207
12	化工过程基本参数测量实验	212
实验 47	雷诺实验	212
实验 48	管路阻力测定实验	214
实验 49	离心泵性能测定实验	216
实验 50	强制对流下对流传热系数的测定	218
实验 51	吸收实验	222
实验 52	精馏实验	228
实验 53	过滤实验	232
实验 54	干燥实验	235
附录		239
附录 1	测量的不确定度	239
附录 2	载气流速的校正	240
附录 3	国际单位制的基本单位	241
附录 4	国际单位制的辅助单位	241
附录 5	国际单位制的导出单位	241
附录 6	国际制词冠	242
附录 7	常用单位换算表	242
附录 8	基本物理常数表	243
附录 9	t 分布表	243
附录 10	不同温度下水的部分物理性质	245
附录 11	一些溶剂的凝固点降低常数	246
附录 12	298K、标准压力下, 水溶液中一些电极的标准电极电势 (氢标还原)	246
附录 13	不同温度下饱和甘汞电极 (SCE) 的电极电势	249
附录 14	甘汞电极的电极电势与温度的关系	249
附录 15	常用参比电极的电极电势及温度系数	249
附录 16	干空气的物理性质 (101.325kPa)	250
参考文献		251

1 绪 论

1.1 化学测量实验的目的要求

1.1.1 课程学习目的

化学测量实验是学生在完成基本操作技能训练、性质鉴定、合成制备、化学分析等实验内容后的一门独立的化学实验课程，主要由组成与结构分析实验、物理化学性质测试实验和化工过程基本参数测量实验等部分构成。化学测量实验应用物理学的原理和方法，借助数学工具，运用现代分析测试手段，通过实验测定物质运动过程中的物理参数来研究物质组成、结构、化学变化的一般规律以及化工生产过程中的单元操作。通过化学测量实验课程的学习，使学生了解和掌握运用物理学的原理和方法研究化学问题的途径，加深对物理化学分析方法原理的理解，掌握基本测试方法、先进的分析技术和典型仪器的使用；了解化工单元操作设备的基本原理及物理参数的测定，学会实验设计；培养正确记录实验现象和数据、正确处理和分析实验结果的能力，为后续更高层次实验课程的学习及毕业论文（设计）训练奠定基础。

1.1.2 课程学习基本要求

(1) 实验预习 化学测量实验与其他基础化学实验的不同之处在于：①每个实验都有理论依据；②实验装置比较复杂，使用各种分析仪器，有些是结构复杂的精密贵重仪器；③多步操作，需严格控制实验条件，影响测量结果的因素较多；④需要对大量实验数据进行分析、处理或进行图谱解析。因此，要求实验前进行认真预习。

预习的主要内容包括：①准备一本预习报告（实验记录）本。②了解实验目的，透彻理解实验原理，借助示意图及文字说明初步了解实验装置，实验需用的仪器（结构及使用方法），特别要熟记注意事项。③熟记实验步骤。④参考教材，自行设计实验数据记录表格。⑤在以上基础上写出预习报告。预习报告要求用自己的语言简洁指明实验目的、实验原理（列出计算公式）、所用试剂和仪器、简明实验步骤、必要的实验装置图、数据记录表格、注意事项、疑难问题等，切忌照抄实验教材。预习时若需查找有关文献资料、数据手册等，也应一一详细列出。

经过充分预习和根据预习报告，应能不再依赖教材完成整个实验操作。

(2) 实验操作 实验前首先检查仪器、试剂及其他实验用品是否符合实验要求，做好实验的各项准备工作，然后按照要求安装调试实验设备，进行实验。

在实验操作过程中，要严格控制实验条件，仔细观察和分析实验现象，客观、正确地记录原始数据（原始数据还包括实验日期、室温、大气压、实验条件、仪器型号与精度、试剂名称与级别、溶液浓度等）。原始数据不能用铅笔记录，更不能涂改。

实验中发现异常情况或遇到故障应及时排除，实验者本人不能排除时，立即报告指导教师或实验技术人员，及时采取措施。

实验结束后要整理和清洁实验所用仪器、试剂和其他用品,经实验指导教师审查实验数据、验收实验仪器和用品,并在原始数据记录本上签字后方能离开实验室。

(3) 实验报告 实验报告的内容包括:实验目的、简明原理及装置、仪器和试剂、实验步骤、实验数据及处理(列出原始数据、计算公式、计算示例、作出必要的图形)、实验结果或结论、分析和讨论、参考资料。

实验完成后,在尽可能短的时间内安排专门时间完成实验报告。写实验报告时要不厌其烦,耐心计算、规范作图,重点放在对实验数据的处理和实验结果的分析讨论上。

实验结果讨论部分包括:对实验现象的分析和解释、实验结果的误差及误差来源分析、实验后的体会等。实验结果的讨论是报告的重要部分,此环节锻炼学生分析、思考、归纳及综合运用所学知识解决问题的能力,学会发现或提出问题,然后能自圆其说,给予科学合理的解释。不要以简单地回答思考题来代替对实验结果的讨论。一份没有讨论的实验报告是一份不合格的报告。

一份好的实验报告应该符合实验目的明确、原理清楚、数据准确、图表合理、美观、结果正确、分析透彻、讨论深入、结构完整、语言表达准确、简洁等,具备科学性和可读性。

可参考学士学位论文格式,把化学测量实验报告写成科学小论文。

(4) 小论文格式 科学论文虽无统一格式,但有其特定的写作内容,其构成常包括以下部分:标题、作者、单位、中英文摘要及关键词、前言、正文、致谢、参考文献、附录等。

① 标题 标题即论文题目,要求高度概括而又准确反映论文的中心内容。它是论文的总纲,是读者判断是否阅读全文的依据,也是进行文献检索的主要依据。论文标题冗长则概括性不强,太短则难以准确反映文章中心内容。系列文章则可以排序加副标题。

② 作者及单位 署名作者只限于那些选定研究课题、制定研究方案、直接参加全部或主要研究工作,对论文做出主要贡献并了解论文报告的全部内容,能对论文内容负责的相关人员。工作单位写于作者名下。

③ 中英文摘要及关键词 撰写摘要的目的是让读者一目了然本文研究什么问题。用何种方法手段、得出怎样的结果、结果的意义何在等。它是对论文内容不加注解和评论的概括性陈述,是论文的高度浓缩,一般在全文完成后提炼出来。摘要的篇幅以几十个字至300字为宜。中文论文需要英文摘要(Abstract)时,不要生硬的把中文摘要字句一一对应地翻译成英文,在用词、语法及句法等方面应符合英语表达习惯。如中文的主动语态在科技英语中常用被动语态等。

④ 关键词 将论文中起关键作用、最能说明问题、代表论文内容特征的或最有意义的词遴选出来作为关键词,便于检索。可选3~8个关键词。

⑤ 前言 前言又叫引言、导言、序言等,也可不加标题,它是论文主体部分的开端。一般包括以下内容。

a. 研究背景和目的 说明从事该项研究的理由。研究目的与背景密不可分,便于读者领会作者的思路,从而准确把握文章的实质。

b. 文献综述 相关领域里前人工作的小结,包括已研究的问题、取得的成果、存在的不足,或未涉及的研究领域等。文献综述的结论是论文研究背景和目的的有力佐证。

c. 研究内容概述 包括研究所涉及的范围、拟采用的研究方法或途径、所取得成果的适用范围、研究意义等。

前言部分贵在言简意赅,条理清晰。

⑥ 正文部分 论文的正文是核心部分,根据文章内容和作者意图的不同而无规定格式。对于以化学实验为研究手段的论文或技术报告,一般包括以下几部分。

a. 药品与试剂 详细列出实验用所有化学药品和试剂的名称、规格、生产单位、溶液浓度等,若自己合成或纯化,需说明必要细节。

b. 仪器/设备/装置 实验所用仪器,或设备,或装置的名称、型号、生产单位、装置图等。

c. 实验方法和过程 说明实验所采用的是什麼方法,实验过程如何。测定物理化学参数时,说明实验原理、计算公式等。使用多种方法手段时必须一一说明。

d. 实验结果与讨论 以文字、表格、图形、数学方程式等不同形式列出实验结果。实验结果不是原始实验数据的简单罗列,需对实验数据进行整理和处理。讨论部分是指对实验结果从理论(机理)上进行解释,阐明自己的新发现或新见解。

这部分内容是论文的重点,是结论产生的基础。写作这部分内容时应注意以下几个问题。

实验数据处理过程必须实事求是,不可随意取舍,更不能先入为主,伪造数据。对于离群值,要运用误差理论进行检验,决定取舍,或反复验证,判断是工作失误、意外现象、还是事情本来就是如此。

精心制作图、表。图要能直观地表达变量间的相互关系;表要易于显示数据的变化规律及各参数的相关性。还要把图、表设计得美观。

对实验结果的分析必须以事实为基础,以理论为依据。

e. 结论 结论是论文在实验结果及理论分析基础上作出的最后判断,是研究工作的结晶,反映研究成果的水平。提炼结论时也必须以实验结果为依据,不可随意外推,妄下结论。

⑦ 致谢 感谢除作者之外的所有对论文有贡献的人员或机构,包括指导过论文写作的专家、学者、提供文献资料者、帮助进行分析测试的实验技术人员、图表制作人员、提供研究经费的机构等单位等,以示尊重。

⑧ 参考文献 参考文献反映论文作者在完成整个论文过程中对前人工作的借鉴情况。一般而言,前言部分所列文献与研究主题密切相关;实验方法部分,常引用文献中述及的方法或作者采用的方法与文献方法进行比较;在讨论部分,理论根据的出处、自己的结果与他人研究结果的比较等都需要引用文献。按被引用的顺序对所引用的文献进行编号。如果论文投刊发表,需按照刊物的具体要求编排文献的著录格式。

作者在阅读文献时,应记下有用文献的详细信息,包括作者、题名、刊物名(书名等)、出版年、卷号(期号)、起止页码、有用信息等。只有作者亲自阅读的文献才能作为引用的参考文献。

⑨ 附录 对于某些数量较大的重要原始数据或完整的理论依据、进行大篇幅的数学物理方程推导、其他有参考价值的资料,不便于或刊物不允许作为正文内容,可以附录形式作为对正文的补充,放在论文最后。附录不是必需的。

1.2 实验室安全

化学实验室的安全隐患主要有爆炸、着火、中毒、灼伤、割伤、触电、辐射等。只要实验操作人员具有全面的专业知识、高尚的道德情操、良好的工作作风、强烈的安全意识,规范操作,基本上可以杜绝由于无知、粗心大意等主观因素造成的诸如用电不慎、使用化学试剂不当、高温高压失控、错误操作仪器设备等安全事故。先行化学实验课中已对化学实验室

中的安全防护进行了反复强调, 每一个化学实验工作者必须牢记的是, 无论何时何地进行化学实验, 都应把安全放在首位! 本节结合化学测量实验的特点有选择性的介绍安全用电及气体钢瓶使用的有关知识。

1.2.1 用电安全

化学测量实验用电较多, 特别要注意安全用电。表 1-1 给出 50Hz 交流电在不同电流强度时通过人体产生的反应情况。

表 1-1 不同电流强度时的人体反应

电流强度/mA	1~10	10~25	25~100	100 以上
人体反应	麻木感	肌肉强烈收缩	呼吸困难, 甚至停止呼吸	心脏心室纤维性颤动, 死亡

(1) 保护接地和保护接零 在正常情况下电器设备的金属外壳不导电, 但设备内部的某些绝缘材料若损坏, 金属外壳就会导电。当人体接触到带电的金属外壳或带电的导线时, 会有电流流过人体。带电体电压越高, 通过人体的电流越大, 对人体的伤害也越大。当大于 10mA 的交流电或大于 50mA 的直流电通过人体时, 就可能危及生命安全。我国规定 36V (50Hz) 的交流电是安全电压。超过安全电压的用电就必须注意用电安全, 防止触电事故。为防止发生触电事故, 要经常检查实验室用的电器设备是否漏电、用电导线有无裸露和电器设备是否有保护接地或保护接零措施。

① 设备漏电测试 检查带电设备是否漏电, 使用试电笔最为方便。它是一种测试导线和电器设备是否漏电的常用电工工具, 由笔端金属体、电阻、氖管、弹簧和笔尾金属体组成。大多数将笔尖做成改锥形式。若把试电笔尖端金属体与带电体接触, 笔尾金属端与人的手部接触, 氖管就会发光, 而人体并无不适感。氖管发光说明被测物带电。这样, 可及时发现设备是否漏电。试电笔在使用前应在带电的导线上预测, 检查是否正常。

用试电笔检查漏电, 只是定性检查, 判断漏电程度必须使用其他仪表检测。不能用试电笔去试高压电。使用高压电源应有专门的防护措施。

② 保护接地 保护接地是用一根足够粗的导线, 一端接在设备的金属外壳上, 另一端接在接地体上 (专门埋在地下的金属体), 设备外壳通过导线与大地连为一体。一旦发生漏电, 电流通过接地导线流入大地, 降低外壳对地电压。当人体触及带电的外壳时, 人体相当于接地电阻的一条并联支路, 由于人体电阻远远大于接地电阻, 所以通过人体的电流很小, 避免了触电事故。

③ 保护接零 保护接零是把电器设备的金属外壳接到供电线路体系中的中性线上, 而不需专设接地线与大地相连。这样, 当电器设备因绝缘损坏而碰壳时, 相线 (即火线)、电器设备的金属外壳和中性线就形成一个“单相短路”的电路。由于中性线电阻很小, 短路电流很大, 会使保护开关动作或使电路保护熔断丝断开, 切断电源, 消除触电危险。

在采用保护措施时, 必须注意不允许在同一体系上把一部分设备接零, 另一部分用电设备接地。

(2) 实验室用电的导线选择 实验室用电或实验流程中的电路配线, 设计者要提出导线规格。导线选择不当会在用电过程造成危险。导线种类很多, 不同导线和不同配线条件下都有安全截流值规定, 可在有关手册中查到。

合理配线的同时还应注意保护熔断丝选配恰当, 不能过大也不应过小。过大失去保护作用, 过小则在正常负荷下会熔断而影响工作。

(3) 实验室安全用电规则

- ① 实验前先了解室内总电闸和分电闸的位置,以便出现事故时及时切断电源。
- ② 电器设备维修时必须停电作业。
- ③ 带金属外壳的电器设备都应该保护接零,定期检查是否连接良好。
- ④ 导线的接头应紧密牢固。接触电阻要小。裸露的接头部分必须用绝缘胶布包好或用绝缘管套好。
- ⑤ 所有电器设备在带电时不能用湿布擦拭,其上更不能有水滴。不用湿手接触带电体。
- ⑥ 严禁私自加粗保险丝或用铜、铝丝代替。熔断保险丝后,一定要查找原因,消除隐患,再换上新保险丝。
- ⑦ 电热设备不能直接放在实验台上使用,必须用隔热材料架垫,以防着火。
- ⑧ 发生停电时必须先切断所有电闸,防止人员离开后,再供电使电器设备在无人监管下运行。
- ⑨ 室内若有氢气、煤气等易燃易爆气体,应避免产生电火花。继电器工作时、电器接触点接触不良时及开关电闸时易产生电火花,要特别小心。
- ⑩ 如遇电线起火,立即切断电源,用沙或二氧化碳、四氯化碳灭火器灭火,禁止用水或泡沫灭火器等导电液体灭火。

⑪ 离开实验室前,切断室内总电源。

(4) 电器仪表的安全使用

- ① 使用前先了解电器仪表要求使用的电源是交流电还是直流电,是三相电还是单相电以及电压的大小(如 380V、220V、6V)。须弄清电器功率是否符合要求及直流电器仪表的正、负极。
- ② 仪表量程应大于待测量。待测量大小不明时,应从最大量程开始测量。
- ③ 实验前要检查线路连接是否正确,经教师检查同意后方可接通电源。
- ④ 在使用过程中如发现异常,如不正常声响、局部温度升高或嗅到焦味,应立即切断电源,并报告教师进行检查。

1.2.2 气体钢瓶的安全使用

化学测量实验另一类需要引起特别注意的是各种高压气体。这些气体被贮存在高压钢瓶(气瓶)中。高压钢瓶是一种贮存各种压缩气体或液化气体的高压容器。钢瓶容积一般为 40~60L,最高工作压力为 15MPa,最低也在 0.6MPa 以上。瓶内压力很高,贮存的气体有些又是有毒的或易燃易爆的,故使用前一定要掌握钢瓶构造和使用方法。

钢瓶主要由筒体和瓶阀构成,附件包括保护瓶阀的安全帽、开启瓶阀的手轮、使运输过程减少震动的橡皮圈、减压阀和压力表。

各类钢瓶的表面都应涂上一定颜色的油漆,目的不仅是防锈,主要是能从颜色上迅速辨别钢瓶中气体的种类。常用的各类钢瓶的颜色及其标识如表 1-2 所示。

表 1-2 常用各类气体钢瓶的颜色及其标识

气体种类	工作压力 /MPa	水压试验 压力/MPa	钢瓶颜色	文字	文字颜色	阀门出 口螺纹
氧	15	22.5	浅蓝色	氧	黑色	正扣
氢	15	22.5	暗绿色	氢	红色	反扣
氮	15	22.5	黑色	氮	黄色	正扣
氨	15	22.5	棕色	氨	白色	正扣

续表

气体种类	工作压力 /MPa	水压试验 压力/MPa	钢瓶颜色	文字	文字颜色	阀门出 口螺纹
压缩空气	15	22.5	黑色	压缩空气	白色	正扣
二氧化碳	12.5(液)	19	黑色	二氧化碳	黄色	正扣
氨	3(液)	6	黄色	氨	黑色	正扣
氯	3(液)	6	草绿色	氯	白色	正扣
乙炔	3(液)	6	白色	乙炔	红色	反扣
二氧化硫	0.6(液)	1.2	黑色	二氧化硫	白色	正扣

(1) 高压气体钢瓶的安全使用

- ① 钢瓶应放在阴凉，远离电源、热源（如阳光、暖气、炉火等）的地方，并加以固定。可燃性气体钢瓶必须与氧气钢瓶分开存放。
- ② 搬运钢瓶时要戴上瓶帽、橡皮腰圈。要轻拿轻放，不要在地上滚动，避免撞击和摔倒。
- ③ 高压钢瓶必须要安装好减压阀后方可使用。一般，可燃性气体钢瓶上阀门的螺纹为反扣的（如氢、乙炔），不燃性或助燃性气瓶（如 N_2 、 O_2 ）为正丝。各种减压阀绝不能混用。
- ④ 开、闭气阀时，操作人员应避开瓶口方向，站在侧面，缓慢操作，防止万一阀门或压力表冲出伤人。
- ⑤ 氧气瓶的瓶嘴、减压阀都严禁沾污油脂。在开启氧气瓶时还应特别注意手上、工具上不能有油脂，扳手上的油应用酒精洗去，待干后再使用，以防燃烧和爆炸。
- ⑥ 氧气瓶与氢气瓶严禁在同一实验室内使用。
- ⑦ 钢瓶内气体不能完全用尽，应保持在 0.05MPa 表压以上的残留压力，以防重新灌气时发生危险。
- ⑧ 钢瓶须定期送交检验，合格钢瓶才能充气使用。

(2) 气体减压阀的构造及正确使用 气体钢瓶充气后，压力可达 15MPa，使用时必须用气体减压阀。氧气钢瓶的构造如图 1-1 所示，减压阀工作原理如图 1-2 所示。当顺时针方

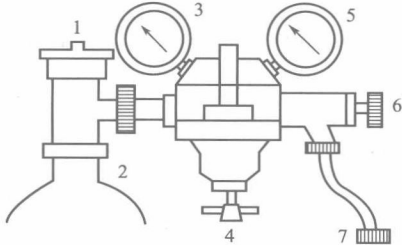


图 1-1 氧气钢瓶构造示意图

- 1—钢瓶总阀门；2—氧气表与钢瓶连接螺旋；
- 3—总压力表；4—调压阀门；5—分压力表；
- 6—供气阀门；7—接氧弹进气口螺旋

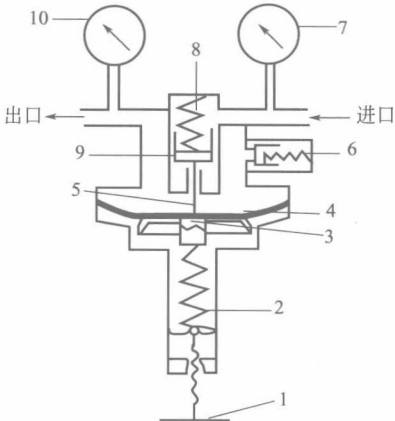


图 1-2 减压阀工作原理示意图

- 1—手柄；2—主弹簧；3—弹簧垫块；
- 4—薄膜；5—顶杆；6—安全阀；7—高压表；
- 8—压缩弹簧；9—活门；10—低压表

向旋转手柄 1 时, 压缩主弹簧 2, 作用力通过弹簧垫块 3、薄膜 4 和顶杆 5 使活门 9 打开, 这时进口的高压气体 (其压力由高压表 7 指示) 由高压室经活门调节减压后进入低压室 (其压力由低压表 10 指示)。当达到所需压力时, 停止转动手柄, 开启供气阀, 将气体输到受气系统。

停止用气时, 逆时针旋松手柄 1, 使主弹簧 2 恢复原状, 活门 9 由压缩弹簧 8 的作用而密闭。当调节压力超过一定允许值或减压阀出故障时, 安全阀 6 会自动开启排气。

安装减压阀时, 应先确定尺寸规格是否与钢瓶和工作系统的接头相符, 用手拧满螺纹后, 再用扳手上紧, 防止漏气。若有漏气应再旋紧螺纹或更换皮垫。

在打开钢瓶总阀门 1 之前 (参见图 1-1), 首先必须仔细检查调压阀门 4 是否已关好 (手柄松开是关)。切不能在调压阀门 4 处在开放状态 (手柄顶紧是开) 时, 突然打开钢瓶总阀门 1, 否则会出事故。只有当手柄松开 (处于关闭状态) 时, 才能开启钢瓶总阀门 1, 然后再慢慢打开调压阀门。

停止使用时, 应先关钢瓶总阀门 1, 到压力表下降到零时, 再关调压阀门 4 (即松开手柄)。

2 实验测量误差

2.1 误差分类

实验测量值与被测物的真值之差称为误差。真值不可知，现代科学测量中，把使用校正过的仪器经多次测量得到的算术平均值或文献手册中的公认值近似作为真值。严格意义上，所有科学测量均存在误差。根据误差性质将其分为三类：随机误差、系统误差和过失误差。随机误差：其数值的大小和方向有规律，是无法克服的，一般增加测量次数可以使之减小。系统误差：某一特定因素引起的，增加测量次数不可以使之减小，但改变方法可以消除，这是一类不允许存在的误差，必须加以校正。过失误差：无规律可循，但必须消除。

2.1.1 随机误差

相同条件下，多次重复测量同一物理量，每次结果的误差时正时负，误差的绝对值时大时小，且正、负、大、小出现的几率相等，这类误差称为随机误差（不确定误差）。随机误差是客观存在。不论使用多么完善的仪器，选择多么恰当的方法，操作多么严谨，随机误差总是在一定限度内存在。增加测量次数可以减少随机误差，但不能使随机误差消失。随机误差的大小和符号服从正态分布，其函数形式为：

$$\varphi(x) = \frac{1}{\sigma \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}} \quad (2-1)$$

式中， μ 为正态分布的均值，在不存在系统误差时，它就是真值，它表示测量值的集中趋势； x 为分布总体中随机抽取的样本值，从总体中随机抽取 n 个值 $x_1, x_2, x_3, \dots, x_n$ 称为样本， n 则称为样本容量； σ 为正态分布的标准差，它表示样本值的离散特征； e 为自然对数的底， $e=2.718$ 。

为了简单起见，将 $\mu=0, \sigma=1$ 的正态分布称为标准正态分布，记为 $N(0,1)$ 。显然，均值 μ 和标准差 σ 是正态分布的两个基本参数，当确定了 μ 和 σ ，正态分布就确定了。

标准正态分布的密度函数曲线如图 2-1。正态分布的密度函数曲线关于直线 $x=\mu$ 对称。

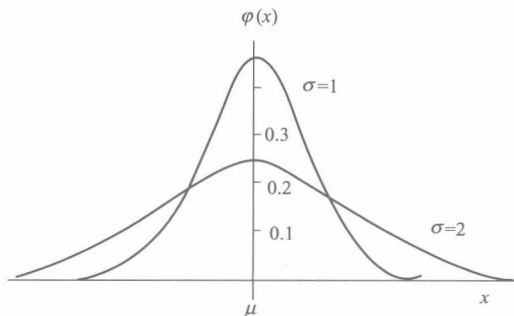


图 2-1 正态分布的密度函数

$\varphi(x)$ 永远取正值。在标准正态分布中，当

$\sigma=1$ 时， $\varphi(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \approx 0.4$ ；当 $\sigma=0.5$ 时，

$\varphi(x) = \frac{1}{0.5 \sqrt{2\pi}} \approx 0.8$ ；从图中可知， σ 值愈

大，曲线的最高点愈低，曲线就平缓，表明测定值愈分散，测定的精密度愈差。反之， σ 值愈小，测定值愈集中，测定的精密度愈好。用正态分布函数来描述测量数据中的随机误差非常合适。当不存在系统误差时，在大量

的测定中,多数测定值都集中在平均值附近,而且,正、负误差出现的概率几乎相等,特别大或者特别小的误差出现的概率都特别小,这种概率特别小的情况在统计学上称为“小概率事件”。正常情况下这种“小概率事件”是不可能发生的。系统误差的检验、异常值的剔除及方差分析等都是建立在“小概率事件”是否发生的基础上。

2.1.2 系统误差

在相同条件下,对同一物理量进行多次测量,结果总是恒偏大或恒偏小,改变条件,测量误差按一确定规律变化,把此种误差称为系统误差(或恒定误差、确定误差)。存在系统误差的主要原因如下。

(1) 仪器误差 由于仪器结构上的缺陷引起,如刻度不准等。仪器误差通过检定后校准的方法改正。

(2) 试剂误差 主要由试剂不纯引起,如蒸馏水中含有微量杂质等。通过纯化试剂或使用要求纯度的试剂予以改正。

(3) 个人误差 由操作者的个人习惯或特点引起,如读数时总是把头偏向一边、对颜色变化不敏感、光学测量中视觉迟钝、电学测量中听觉迟钝等。

(4) 方法误差 实验测量所依据的理论方法有缺陷,或引入太多近似,如由凝固点降低法所测得的溶质的摩尔质量总是较真值偏低等。

(5) 条件误差 主要由实验条件控制不合格引起,如用毛细管黏度计测量液体黏度时,恒温槽的温度偏高或偏低等。

系统误差的存在严重影响测量结果的准确性,科学测量中不允许存在系统误差。对系统误差必须进行检验判断并加以校正。为了消除系统误差,可以让不同的操作者用不同方法、使用不同仪器测定同一个量,若彼此在允许范围内相符,认为系统误差基本消除。此外,测量方法是否存在系统误差,常用统计学上的t检验法。

2.1.2.1 t检验法的理论基础

t检验法的理论依据是随机误差的正态分布。在图2-1随机误差的正态分布中,要求测量次数为足够大或无限大,测量的随机误差分布才遵循或近似遵循符合正态分布。但在实际中任何测量都是小样本数,即测量次数在10~20次。小样本试验并不能求出总体的均值 μ 和总体标准差 σ 值,而只能求得样本的均值 $\bar{x}$ 和样本的标准差 S 。所以,小样本试验不能直接采用正态分布。处理小样本试验数据必须采用类似于正态分布的t分布。t分布的概率密度的函数为:

$$\varphi(t) = \frac{\Gamma\left(\frac{f+1}{2}\right)}{\sqrt{\pi f} \Gamma\left(\frac{f}{2}\right)} \left(1 + \frac{t^2}{f}\right)^{-\frac{f+1}{2}} \quad (2-2)$$

式中, f 为计算本数据标准偏差 S 的自由度。

t分布的概率密度的函数只取决于自由度 f 和 t 值。图2-2给出了一组不同 f 值的t分布曲线。所有的t分布曲线都保持了正态分布曲线的形状。在自由度 $f < 10$ 时,t分布曲线与正态分布曲线相差比较大;当 $f > 20$ 时,t分布曲线与正态分布曲线比较相近;当 $f \rightarrow \infty$ 时,t分布曲线与正态分布曲线完全一致,这时 $t = \mu$ 。

在图2-1中我们知道正态分布曲线和横轴之间的面积,即为 $-\infty < x < \infty$ 区间的积分值,它表示各种大小偏差的样本值出现的概率总和,其值为1。那么在t分布曲线中,在自由度 f 确定,当选定边界值 α 后,由式(2-2)可以计算随机变量 t 值的概率,即: