

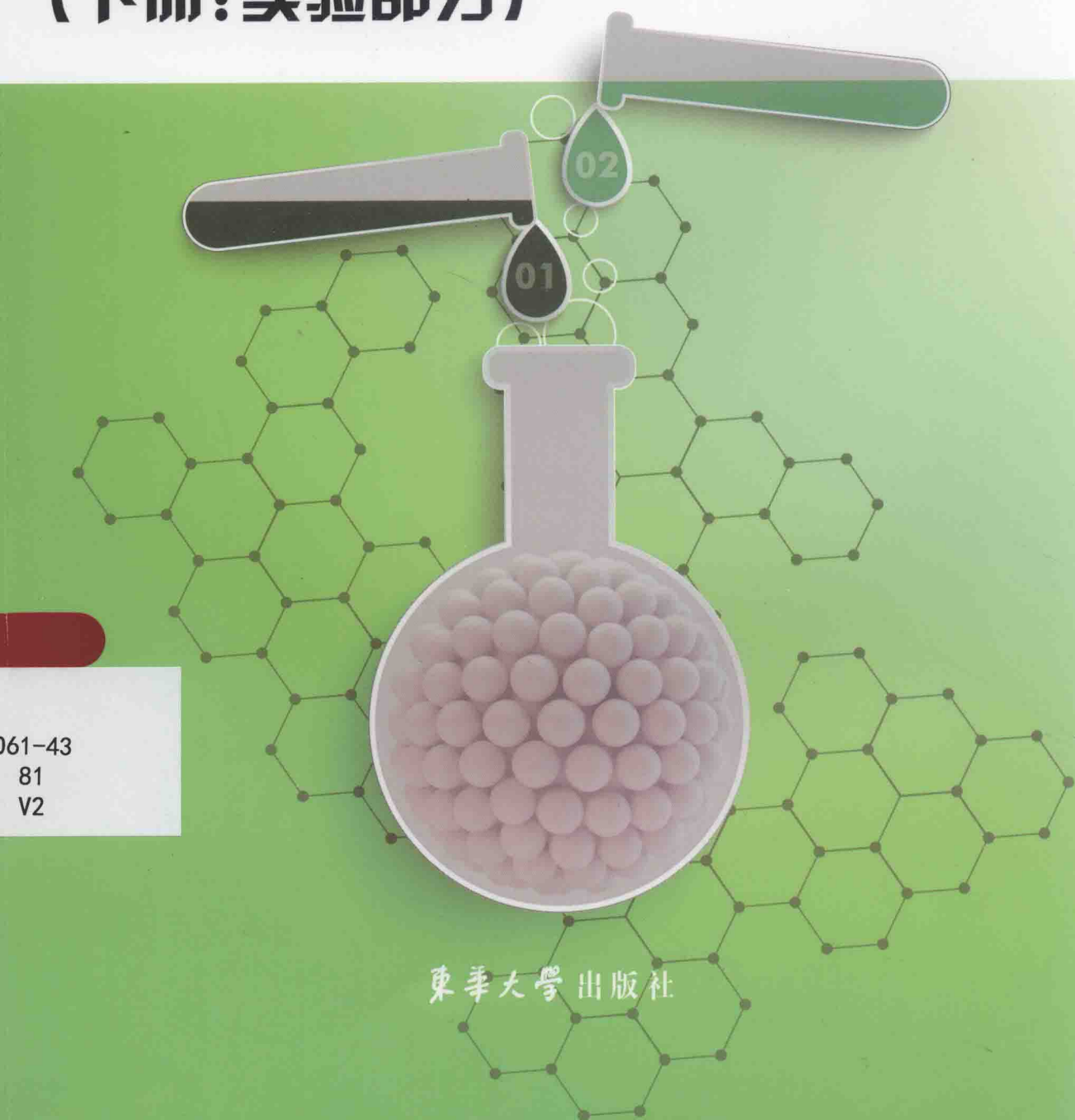
纺织服装高等教育“十二五”部委级规划教材

主 编：任 洁 刘旭峰

无机化学

WUJI HUAXUE

(下册：实验部分)



061-43

81

V2

东华大学出版社

纺织服装高等教育“十二五”部委级规划教材

无机化学

WUJI HUAXUE

(下册:实验部分)

主 编:任 洁 刘旭峰

副主编:吴舒红

参 编:梁 冬 何丽清

吴志敏 黄景怡

彭 涛 周 芬

魏芬芬

东华大学出版社

· 上海 ·

目 录

实践模块

模块一 无机化学实验基本知识	2
任务 1 无机化学实验室基本常识	2
任务 2 无机化学实验中的数据表达与处理	7
任务 3 实验报告的撰写	11
模块二 无机化学实验基本技能	14
任务 1 无机化学实验常用玻璃仪器的认知、洗涤和干燥	14
任务 2 化学试剂的取用规则	22
任务 3 实验室加热操作	23
任务 4 玻璃管的加工与塞子的钻孔	26
任务 5 试纸选取与使用	29
任务 6 干燥器的使用	30
任务 7 移液管的使用	31
任务 8 容量瓶的使用	32
任务 9 溶解、蒸发和结晶操作	34
任务 10 固液分离及沉淀的洗涤	34
任务 11 天平的使用	37
任务 12 pH 计的使用方法	41
模块三 无机化学实验项目	44
项目 1 常用基本操作实验	44
实验 1 称量练习	44
实验 2 溶液的配制	47
实验 3 粗盐的提纯	49
实验 4 五水硫酸铜结晶水的测定	51
项目 2 基本原理实验	53
实验 5 化学反应速率的测定	53

实验 6 电离平衡	57
实验 7 沉淀反应	59
实验 8 测定醋酸的电离常数	61
实验 9 离子交换法测定硫酸钙的溶度积	62
实验 10 氧化还原反应、电化学	65
实验 11 配位化合物	67
项目 3 重要元素及其化合物性质实验	70
实验 12 卤素及其化合物	70
实验 13 氧、硫的化合物	73
实验 14 p 区非金属元素(氮、磷、碳、硅、硼)	75
实验 15 p 区金属元素(铝、锡、铅、铋、铊)	79
实验 16 ds 区金属(铜、银、锌、镉、汞)	82
实验 17 d 区金属元素(一)(铬、锰)	85
实验 18 d 区金属元素(二)(铁、钴、镍)	87
附录	90
参考文献	93

实践模块

只談細微差別

模块一 无机化学实验基本知识

任务1 无机化学实验室基本常识

1.1 课程的性质和任务

随着教育的不断深入发展,实验实训教学比例逐步提升,实验实训已成为培养复合应用型人才的重要手段。无机化学实验是化学实验的重要组成部分,是化学专业及化学相关专业的学生必修的一门基础实验课程。无机化学实验的基本目标是:通过基本操作技能训练,使学生获取无机化学基本理论、原理和物质变化的感性认识,进一步熟悉化学元素及其化合物的重要性质,加深对化学基本原理和基础知识的理解、应用,使学生初步具备独立准备和进行实验的能力,养成细致地观察和记录现象的习惯,培养细致地归纳、综合并正确处理实验数据和分析实验结果的能力,学会用语言准确表达实验结果。

1.2 实验基础知识

1.2.1 实验室规则

化学实验教学有别于传统的理论教学,学生是教学过程中的主体和教师的主导作用体现得尤为充分。为了使學生尽快适应这种教学方式,规范教学秩序,必须有完善、规范的规章制度。化学实验室是开展实验教学的主要场所,因为化学实验室涉及许多仪器、仪表、化学试剂甚至有害有毒药品,保证教学人员的安全,保证实验设备的完好、防火安全和环境保护,都是贯穿整个实验过程的重要任务,也是学生在实验过程中必须掌握的课程内容。

实验室规则是人们在长期的实验室工作中归纳总结出来的规范,它是保证实验的环境和工作秩序、防止意外事故发生、做好实验的根本保证。人人必须做到,必须遵守。其内容主要包括:

① 实验前要做好预习和实验准备工作,检查实验所需的药品、仪器是否齐全。如发现缺损,应立即报告老师(或实验员)补领;实验中如有仪器破损,也应及时向实验员报告,换取新仪器,并按仪器损坏规定赔偿。

② 实验时要严格按照规范操作进行,保持安静和秩序,仔细观察,积极思考,如实详细地做好记录。

③ 爱护财产,注意节约水、电、试剂。按照化学实验基本操作规定的方法取用试剂,必须严格按照操作规程使用精密仪器,如发现仪器有故障,应立即停止使用,并及时报告指导

教师;公用仪器和临时的仪器用后应归还原位,如有损坏,必须及时登记补领,并且按照规定赔偿。

④ 应保持实验室的整洁,实验时做到桌面、地面、水槽、仪器四净,废弃的固体和滤纸等应丢入废物缸内,严禁投入或倒入水槽内,以防水槽和下水管堵塞或腐蚀。

⑤ 加强环境保护意识,严格按照规定回收废液和处理废物,减少有毒气体和废液对大气、水和周围环境的污染。

⑥ 严格遵守剧毒药品的管理制度,领用时登记,用完后及时回收或销毁,落过毒物的桌子和地面应擦净,并洗净双手。

⑦ 如果发生意外事故,应保持镇静;遇有人烧伤、烫伤、割伤时,应立即报告教师,及时救治。

⑧ 建立轮流值日制度。值日生的职责为整理公用仪器,打扫实验室,清倒废物缸,并协助实验室管理人员检查清点实验用品,关好水、电及门窗。实验室内一切物品(仪器药品和产物等),未经同意不得带离实验室。

1.2.2 实验室安全知识和意外事故处理

1.2.2.1 实验室安全常识

进行化学实验不可避免地会接触到许多化学试剂和仪器,其中包括一些有毒、易燃、易爆、有腐蚀性的试剂,以及玻璃器皿、电气设备、加压和真空器具等危险物品。如不按照操作规程进行操作,就有可能发生中毒、火灾、爆炸、触电或仪器设备损坏等事故。为了实现预期的教学目标而又不造成国家财产的损失和人身健康的损害,进行化学实验必须严格遵守必要的安全规则。

① 熟悉实验室环境。了解实验室有关安全设施(如水、电、气的总开关,消防用品如灭火器、沙桶等)的位置及其使用方法,不得随意搬动安全用具。

② 一切有毒或有刺激性气体的实验都应在通风橱内进行。

③ 绝对不允许任意混合各种化学药品,以免发生意外事故。

④ 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,切勿溅在皮肤或衣服上,特别是眼睛上。稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢倒入水中,并不断搅拌,而不能相反进行,以避免迸溅。

⑤ 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物、特别是氰化物)不得进入口内或接触伤口。剩余的废液也不能随便倒入下水道,应倒入废液缸中。

⑥ 加热试管时,不要将管口对着自己或别人,更不能俯视正在加热的液体,以免液体溅出而烫伤。

⑦ 将玻璃管、温度计、漏斗等插入橡皮塞(或软木塞)时,应涂以水或甘油等润滑剂,并用布垫好,以防玻璃管破碎刺伤。操作时应手持塞子的侧面,切勿将塞子握在手掌中。

⑧ 严禁性质不明的物料入口,实验室内不得吸烟、饮食,离开实验室前应先洗手;若使用过毒物,还应漱口。

⑨ 实验室内所有药品不得携带出室外。用剩的药品应交还给教师。

1.2.2.2 化学实验室意外事故防护及处理

(1) 常用危险化学品的分类及标志。国家质量技术监督局于1992年发布了国家标准《常用危险化学品的分类及标志》(GB 13690—1992),按主要危险特性把危险化学品分为8类:

第1类,爆炸品。指在外界作用下(如受热、受压、撞击等),能发生剧烈的化学反应,瞬

时产生大量的气体和热量,使周围压力急骤上升而发生爆炸,对周围环境造成破坏的物品;也包括无整体爆炸危险,但具有燃烧、抛射及较小爆炸危险的物品。

第2类,压缩气体和液化气体。指压缩、液化或加压溶解的气体,并应符合下述两种情况之一者:

① 临界温度低于 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$,或在 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时其蒸气压大于 294 kPa 的压缩或液化气体;② 温度在 $21.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,气体的绝对压强大于 275 kPa ,或在 $54.4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,气体的绝对压强大于 715 kPa 的压缩气体,或在 $37.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,雷德蒸气压大于 275 kPa 的液化气体或加压溶解的气体。

第3类,易燃液体。指易燃的液体、液体混合物或含有固体物质的液体,但不包括由于其危险特性已列入其他类别的液体,其闭杯试验闪点等于或低于 $61\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

第4类,易燃固体、自燃物品和遇湿易燃物品。易燃固体指燃点低,对热、撞击、摩擦敏感,易被外部火源点燃,燃烧迅速,并可能散发出有毒烟雾或有毒气体的固体,但不包括已列入爆炸品的物品。自燃物品指自燃点低,在空气中易发生氧化反应,放出热量而自行燃烧的物品。遇湿易燃物品指遇水或受潮时,发生剧烈化学反应,放出大量的易燃气体和热量的物品,有的不需明火即能燃烧或爆炸。

第5类,氧化剂和有机过氧化物。氧化剂指处于高氧化态,具有强氧化性,易分解并放出氧和热量的物质,包括含有过氧基的无机物;其本身不一定可燃,但能导致可燃物的燃烧,与松软的粉末状可燃物能组成爆炸性混合物,对热、震动或摩擦较敏感。有机过氧化物指分子组成中含有过氧基的有机物,其本身易燃易爆,极易分解,对热、震动或摩擦极为敏感。

第6类,有毒品。指进入机体后,累积达一定的量,能与体液和器官组织发生生物化学作用或生物物理学作用,扰乱或破坏肌体的正常生理功能,引起某些器官和系统暂时性或持久性的病理改变,甚至危及生命的物品。

第7类,放射性物品。指放射性比活度大于 $7.4 \times 10^4\text{ Bq/kg}$ 的物品。

第8类,腐蚀品。指能灼伤人体组织并对金属等物品造成损坏的固体或液体,包括与皮肤接触在 4 h 内出现可见坏死现象,或温度在 $55\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时对 20 号钢 的表面均匀年腐蚀率超过 6.25 mm 的固体或液体。

常用危险化学品的包装标志见图 1-1-1。

(2) 防火、触电的预防及处理。
违章用电常常可能造成人身伤亡、火灾、损坏仪器设备等严重事故。化学实验室使用电器较多,特别要注意安全用电,防止触电及引起火灾。万一有人触电后应立即拉下电闸,尽快用绝缘物(干燥的木棒、竹竿)将触电者与电源隔离,必要时进行人工呼吸,并立即送医院治疗。



图 1-1-1 常用危险化学品的包装标志

实验中使用电器时,应防止人体与电器导电部分直接接触,不能用湿的手或手握湿的物体接触电插头;为了防止触电,装置和设备的金属外壳等应连接地线。实验结束后应切断电源,并将电器连接总电源的插头拔下。

在操作易燃溶剂时,应远离火源,切勿将易燃溶剂放在敞口容器内用明火加热或放在密闭容器中加热,切勿将其倒入废液缸,更不能将敞口容器放易燃液体。倾倒时应远离火源,最好在通风橱内进行。用易燃物质进行实验时,应远离酒精等易燃物质。蒸馏易燃物质时,装置不能漏气,接受器支管应与橡皮管相连,使余气通往水槽或室外。回流或蒸馏液体时应放沸石,不要用火直接加热烧瓶,而应根据液体沸点高低使用石棉网、油浴、沙浴或水浴,冷凝水要保持畅通。油浴加热时,应绝对避免水溅入热油中。酒精灯用毕应盖上盖子,避免使用灯颈已破损的酒精灯,切忌斜持一盏酒精灯到另一盏酒精灯上点火。

(3) 爆炸的预防及处理。蒸馏装置必须安装正确。常压操作切勿使用密闭体系;减压操作用圆底烧瓶或吸滤瓶做接受器,不可用锥形瓶,否则可能发生爆炸。使用易燃易爆气体(如氢气、乙炔等)要保证通风,严禁明火,并应阻止一切火星的产生。有机溶剂(如乙醚和汽油等)的蒸汽与空气相混合时极危险,可能由于热的表面或火花而引起爆炸,应特别注意。使用乙醚时应检查有无过氧化物存在,如有则立即用 FeSO_4 除去后再使用。对于易爆炸的固体,或遇氧化剂会发生猛烈爆炸或燃烧的化合物,或可能生成有危险的化合物的实验,都应事先了解其性质、特点及注意事项,操作时应特别小心。开启有挥发性液体的试剂瓶,应先充分冷却,开启时瓶口必须指向无人处,以免由于液体喷溅而导致伤害;当瓶塞不易开启时,必须注意瓶内物质的性质,切不可贸然用火加热或乱敲瓶塞。

(4) 化学药品中毒的预防及处理。对有毒药品应小心操作,妥善保管,不能乱放。有些有毒物质会渗入皮肤,因此,使用这些有毒物质时必须戴上手套,穿上工作服;操作后应立即洗手,切勿让有毒药品沾五官和伤口。反应过程中,有毒有害或有腐蚀性的气体产生时,应在通风橱内进行,实验中不要把头伸入通风橱内,使用后的器皿应及时清洗。万一出现意外情况,实验室先进行应急处理,伤势较重者,应立即送医院。

(5) 割伤和烫伤预防及处理

① 割伤(玻璃或铁器刺伤等)。若伤口内有异物,先取出异物,如轻伤可用蒸馏水、生理盐水或硼酸液擦洗伤处,用消毒纱布包扎或贴创可贴;伤势较重时,则先用酒精在伤口周围清洗消毒,再用纱布按住伤口压迫止血,并立即送往医院就诊。

② 烫伤。采取“冷散热”的措施,在水龙头下用冷水持续冲洗伤部,或将伤处置于盛有冷水的容器中浸泡,持续 30 min,以脱离冷源后疼痛已显著减轻为准。这样可以使伤处迅速、彻底地散热,使皮肤血管收缩,减少水肿,缓解疼痛,减少水泡形成,防止创面形成疤痕。

为了对实验室内意外事故进行紧急处理,应该在每一个实验室内准备一个急救药箱。药箱内可准备下列药品:

消毒酒精	硫酸铜溶液(5%)
碘酒	碳酸氢钠溶液(5%)
红药水	饱和硼酸溶液
烫伤膏	氨水(5%)
止血贴	醋酸溶液(2%)

另外,消毒纱布、消毒棉条、剪刀等也是必不可少的。

1.2.3 无机化学实验室废弃物的环保处理

实验中经常会产生某些有毒的气体、液体和固体,都应该及时处理。特别是某些剧毒物质,如果直接排出就会污染周围空气和水源,损害人体健康。因此,对废液和废气、废渣,要经过严格的处理后,才能排弃。

产生少量有毒气体的实验应在通风橱内进行,通过排风设备将毒气排到室外(使排出气在室外大量空气中稀释),以免污染室内空气。产生毒气量大的实验则必须备有吸收或处理装置,如二氧化氮、二氧化硫、氯气、硫化氢、氟化氢等,可用导管通入碱液中,使其大部分吸收后排出,一氧化碳可点燃生成二氧化碳。少量有毒的废渣常埋于地下(应有固定地点)。

常见废液处理的一些方法包括:

① 无机实验中的废液常常是大量的废酸液。收集于废酸缸中的废酸,可先用耐酸塑料网纱或玻璃纤维过滤,滤液加碱中和,调 pH 值至 6~8 后方可排出,少量滤渣可埋于地下。

② 无机实验中含铬废液量大的是废铬酸洗液,可以用高锰酸钾氧化法使其再生利用。少量的废液可加入废碱液或石灰使其生成 $\text{Cr}(\text{OH})_3$ 沉淀,将此废渣埋于地下。

氧化再生方法:先在 383~403 K 下不断搅拌加热浓缩,除去水分后,冷却至室温,缓缓加入高锰酸钾粉末。每 1 000 mL 加入 10 g 左右,直至溶液呈深褐色或浅紫色。边加边搅拌,直至全部加完。然后直接用火加热,至有 SO_3 出现时停止加热。稍冷通过玻璃砂芯漏斗过滤,除去沉淀。冷却后析出红色 CrO_3 沉淀,再加适量硫酸使其溶解即可使用。

③ 氰化物是剧毒物质,含氰废液必须严格处理。少量的含氰废液可先加入 NaOH 调至 $\text{pH} > 10$,再加几克高锰酸钾使 CN^- 氧化分解。大量的含氰废液可用碱性氯化法处理,先用碱调至 $\text{pH} > 10$,再加入次氯酸钠,使 CN^- 氧化成氰酸盐,并进一步分解为 CO_2 和 N_2 。

④ 含汞盐废液应先调 pH 值至 8~10 后,加入适当过量的 Na_2S ,生成 HgS 沉淀,并加入 FeSO_4 ,生成 FeS 沉淀,从而吸附 HgS 共沉淀下来。静置后分离,再离心、过滤。清液含汞量可降到 $0.02 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 以下排放。少量残渣可埋于地下;大量残渣可用焙烧法回收汞,注意一定要在通风橱内进行。

⑤ 含重金属离子的废液,最有效和最经济的方法是加碱或加硫化钠,把重金属离子变成难溶性的氢氧化物或硫化物沉淀下来,从而过滤分离,少量残渣可埋于地下。

1.2.4 常用试剂

常用化学试剂种类繁多,化学实验中常用的有一般试剂、基准试剂和专用试剂。一般试剂是实验室中最普遍使用的试剂,以其所含杂质的多少可划分为优级纯、分析纯、化学纯和生物试剂等,其规格和适用范围等见表 1-1-1。

表 1-1-1 一般试剂的规格和适用范围

试剂规格	符号	适用范围	标签颜色
优级纯	G. R.	精密分析实训或科学研究工作	绿色
分析纯	A. R.	一般分析实训或科学研究工作	红色
化学纯	C. P.	一般化学实训	蓝色
实验试剂	L. R.	一般化学实训辅助试剂	棕色或其他颜色
生物染色剂	B. R.	生物化学及医用化学实训	咖啡色染色剂

化学试剂除上述几个等级外,还有基准试剂、光谱纯试剂、色谱纯试剂及超纯试剂等。基准试剂(P. T.)相当于或高于优级纯试剂,专做滴定分析的基准物质,用以确定未知溶液的准确浓度或直接配制标准溶液,其主成分含量一般为 99.95%~100.00%,杂质总量不超过 0.05%。

光谱纯试剂的杂质含量用光谱分析法测不出或杂质低于某一限度,主要用于光谱分析中做标准物质,纯度在 99.99%以上。

超纯试剂又称高纯试剂,是采用一些特殊设备(如石英、铂器皿)生产的。

不能认为使用的试剂越纯越好,这需要有相应的纯水及仪器与之配合才能发挥试剂的纯度作用。同时,试剂等级不同,价格相差很大。因此应根据需要选用试剂,避免造成不必要的浪费。一些要求不高的试剂,例如,配制铬酸洗液的浓硫酸及重铬酸钾,作为燃料及一般溶剂的乙醇等,都应使用低廉的工业品。

任务2 无机化学实验中的数据表达与处理

2.1 误差与偏差

实验中,取同一试样进行多次重复测量,其测定结果常常不会完全一致,这说明误差是普遍存在的。人们在进行各项测量工作中,既要掌握各种测定方法,还要对测量结果进行评价。对测量结果的准确性,进行科学分析,找出误差的大小及其产生的原因,目的是追求不断提高测量结果的准确性。

2.1.1 误差与准确度

准确度是指测量值与真实值之间的符合程度,通常用误差表示。误差越小,测量值(x)与真实值(T)越接近,准确度越高。

误差分为绝对误差和相对误差。绝对误差(E)是指测量值与真实值之差,相对误差(E_r)是指绝对误差在真实值中所占的比例,分别表示为:

$$\text{绝对误差}(E) = \text{测量值}(x) - \text{真实值}(T)$$

$$E_r = \frac{E}{T} \times 100\%$$

绝对误差和相对误差都有正负之分:正值表示测定结果偏高;负值表示测定结果偏低。相对误差与被测量值有关,用相对误差表示测定结果的准确度更为确切、合理。但在实际工作中,真实值通常是未知的,无法计算准确度。因此,通常用“标准值”代替真实值来检查分析结果的准确度,有时也用精密度来说明测定结果的好坏。

2.1.2 偏差与精密度

精密度是指在相同条件下,多次平行测定结果相互接近的程度,它体现了测定结果的重现性。精密度用偏差表示,偏差越小,说明测定结果的精密度越高;偏差越大,精密度越低。

偏差分为绝对偏差(d_i)和相对偏差(d_r)。由于真实值往往不知道,因而只能用多次分析结果的平均值代表分析结果(即以平均值为“标准”),这样计算出来的误差称为偏差。

绝对偏差是指某一次测量值与平均值的差异,即

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

相对偏差是指某一次测量的绝对偏差占平均值的百分比,即

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

为表示多次测量的总体偏离程度,可以采用平均偏差($\bar{d}$),它是指各次偏差的绝对值的平均值。

$$\bar{d} = \frac{|d_1| + |d_2| + |d_3| + \cdots + |d_n|}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n |d_i|}{n}$$

平均偏差没有正负号。平均偏差占平均值的百分数叫相对平均偏差($\bar{d}_r$),即

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

在分析工作中,还可利用标准偏差和相对标准偏差来表示精密度。当测定次数有限时($n < 20$),标准偏差常用下式表示:

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

用标准偏差表示精密度比平均偏差好,能更清楚地说明数据的分散程度。

相对标准偏差也称为变异系数,是标准偏差占平均值的百分率:

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

2.1.3 误差产生的原因与减免的方法

根据误差产生的原因与特点,可将误差区分为系统误差和偶然误差。

2.1.3.1 系统误差

系统误差(也叫可测定误差)是由某种确定的原因所引起的误差。系统误差根据产生的原因不同,可分为方法误差、仪器误差、试剂误差及操作误差等。

① 方法误差是由于测定方法本身缺陷或不够完善所引起的误差。例如,反应进行不完全,干扰离子的存在,指示剂选择不当等,会造成误差。

② 仪器误差是由于所用仪器本身不够准确或未经校正所引起的误差。例如,称量仪器、容量仪器、温度计等刻度不够准确而未经校正,仪表零点未调好,指示值不准确等仪器系统的因素,会造成误差。

③ 试剂误差是由于试剂不纯及实验用的蒸馏水中含有杂质所引入的误差。

④ 操作误差是在正常操作情况下,由于操作人员的操作习惯不当而引起的误差。例如,读取滴定管的读数偏高或偏低,对终点颜色辨别不够敏锐等,会引起误差。

系统误差可以通过标准方法或标准样品进行对照实验、空白实验、校准仪器等方法进行

修正。

2.1.3.2 偶然误差

偶然误差是由某些难以察觉的偶然原因所造成的误差。例如,外界条件(温度、湿度、振动和气压等)变动引起瞬间微小变化,或者实验仪器性能(灵敏度)的微小变化,以及实验者对各份试样处理的微小差别等。由于引起误差的原因是偶然性的,就单个误差值的出现情况而言是可变的,有时大,有时小,有时为正,有时为负,因此,既不可预料也没有确定的规律,它随具体的偶然因素的不同而不同。但是在相同条件下,对同一个量进行大量重复的测量而得到的一系列偶然误差来说,则显示出如下的统计分布规律:

- ① 绝对值相等的正误差和负误差出现的机会相等。
- ② 绝对值小的误差比绝对值大的误差出现的机会大
- ③ 误差超出一定范围的机会很小。

根据上述特点可知,在同一测量条件下,随着测量次数的增加,偶然误差的算术平均值将趋近于零。也就是说,在系统误差很小的情况下,平行测量的次数越多,所得的平均值就越接近真实值,偶然误差对平均值的影响也就越小。所以通常要求平行测量 2~4 次,以获得较准确的测量结果。

此外,由于实验人员粗枝大叶,不遵守操作规程,也极易造成不应有的错误。例如,器皿未洗净、试液丢失、试剂误用、记录及运算错误等而引起的误差,称为过失误差。如果已发现有错误的测量,应该取消该数据,不能参与总测量结果的计算。因此,每个实验者都要一进实验室开始就必须严格遵守操作规程,养成一丝不苟的良好科学实验习惯。

从以上的分析可以看出,系统误差和偶然误差对测量结果往往都有影响,但所产生的影响是不同的。精密度反映偶然误差大小的程度,而准确度反映系统误差大小的程度。测定结果的精密度好,说明它的偶然误差小,但不一定准确度就高;只有在消除系统误差后,才能做到精密度好,准确度又高。因此,在实际测量中,要把两类误差的影响结合起来考虑,以便提高测定结果的准确性。

2.2 有效数字与实验数据记录

2.2.1 有效数字

有效数字是指科学实验中实际能够测量到的数字。在有效数字中,除最后一位数是“可疑数字”(也是有效的)外,其余各位数字都是准确的。

有效数字的位数可用下面几个数值来说明:

数值	0.003 8	0.030 8	0.308 0	38.0	38.00
有效数字的位数	2 位	3 位	4 位	3 位	4 位

数字 1, 2, 3, 4, 5, ..., 9, 都可作为有效数字。只有“0”有些特殊,它在数值的中间或最后面时,则表示一定的数量,应当包括在有效数字的位数中;但是,如果“0”在数值的最前面,它只是定位数字,用来表示小数点的位置,而不是有效数字。

2.2.2 实验数据记录

在化学实验中,经常需要对某些物理量进行测量,并根据测得的数据进行记录及计算,常取决于测量仪器和观察的精确程度。

例如,用托盘天平称量某样品,质量为 5.6 g;因为托盘天平只能准确到 0.1 g,所以该样品质量可表示为 $(5.6 \pm 0.1)\text{g}$,它的有效数字是 2 位。如果将该样品放在分析天平上称量,其质量是 5.622 4 g;由于分析天平能准确到 0.000 1 g,所以该样品质量可表示为 $(5.622\ 4 \pm 0.000\ 1)\text{g}$,它的有效数字是 5 位。又如,最小刻度为 1 mL 的用 25 mL 量筒测量液体体积时,两刻度之间可估计出 0.1 mL,测得体积为 19.5 mL;其中 19 mL 是直接由量筒的刻度读出的,而 0.5 mL 是估计的,所以该液体在量筒中的准确读数可表示为 $(19.5 \pm 0.1)\text{mL}$,它的有效数字是 3 位。如果将液体用最小刻度为 0.1 mL 的 25 mL 滴定管测量,则测得体积为 19.56 mL;其中 19.5 mL 是从滴定管的刻度读出的,而 0.06 mL 是估计的,所以该液体的体积可以表示为 $(19.56 \pm 0.01)\text{mL}$,它的有效数字是 4 位。

从上面的例子可以看出,有效数字与仪器的精确程度有关,其最后一位数字是估计的(可疑数),其他的数字都是准确的。因此,在记录测量数据时,任何超过或低于仪器精确程度的有效位数的数字都是不恰当的。如果在托盘天平上称得某物质质量为 5.6 g,不可记为 5.600 g;在分析天平上称得某物质质量恰为 5.600 0 g,亦不可记为 5.6 g。因为前者夸大了仪器的精确度,后者缩小了仪器的精确度。

在记录实验数据和有关的化学计算中,要特别注意有效数字的运用,否则会使计算结果不准确。

表 1-2-1 常用仪器的精度

仪器名称	仪器精度	示例	有效数字
托盘天平	0.1 g	23.5 g	3 位
分析天平	0.000 1 g	31.606 8 g	6 位
10 mL 量筒	0.1 mL	7.8 mL	2 位
100 mL 量筒	1 mL	73 mL	2 位
移液管	0.01 mL	25.00 mL	4 位
滴定管	0.01 mL	38.27 mL	4 位
pHS-25 酸度计	0.01	5.56	2 位(小数部分)

2.2.3 有效数字的运算法则

实验结果常常是多个实验数据通过一定的运算得到的,其有效数字位数的确定应通过有效数字运算加以确定。有效数字常用的法则包括:

① 记录测量数值时,只保留 1 位可疑数字。

② 当有效数字位数确定后,其余数字应一律舍弃。舍弃办法采取“四舍六入五留双”的规则,即:当尾数 ≤ 4 时舍弃,其余保留的各位数字不变,例如将“8.234 47”取 4 位有效数字,结果为“8.234 3”;当尾数 ≥ 6 时进位,例如“2 368”取 3 位有效数字,结果为“ 2.37×10^2 ”,将“20.608”取 2 位有效数字,结果为“21”;当尾数=5 时,如前一位为奇数则进位,前一位为偶数则舍弃,例如“8.103 5”和“8.102 5”取 4 位有效数字,结果分别为“8.104”与“8.102”。

③ 在加减运算中,加减结果的位数应与其中小数点后位数最少的相同,即先以小数点后位数最少的数据为基准,将其他数据按“四舍六入五留双”的原则修约多余数字后,再进行加减。例如, $23.93 + 12.4 + 0.012\ 2$, 计算方法如下:

$$23.93 + 12.4 + 0.012\,2 = 23.9 + 12.4 + 0.01 = 36.3$$

所以最后结果为 36.3。

④ 在乘除运算中,在计算几个数相乘或相除时,其积或商的有效数字位数,应与各数值中有效数字位数最少者相同,而与小数点的位置无关,即:先以有效数字位数最少的数据为基准进行修约,再进行乘除。注意:10 的方次不影响有效数字的位数。例如, $23.156 \times 0.012\,3 \times 42.8$, 计算方法如下:

$$23.156 \times 0.012\,3 \times 42.8 = 23.2 \times 0.012\,3 \times 42.8 = 12.2$$

⑤ 在对数运算中,对数值的有效数字位数只由尾数部分的位数决定,首数部分为“10”的幂数,不是有效数字。如 2 345 为 4 位有效数字,其对数 $\lg 2\,345 = 3.370\,1$,尾数部分仍保留 4 位。

⑥ 计算中的倍数、分数及常数(π 和 e)等一些非测量的有效数字的位数视为无限多,需要几位就写几位。

⑦ 表示实验分析结果的精确度和准确度时,误差和偏差等可根据实际测量情况只取 1 位或 2 位有效数字。

任务 3 实验报告的撰写

3.1 实验报告结构

实验报告的书写应该做到内容真实可靠,叙述简明扼要,文字通顺,条理清楚,字迹工整,图表清晰。一般而言,一份完整的实验报告应包含实验目的和要求、实验原理、实验仪器和药品、实验步骤、实验数据和结果、评价和讨论共 6 个部分。

实验目的和要求主要体现本次实验所涉及并要求掌握的知识点和基本操作,可参照每一个具体实验的实验目的进行撰写。

实验原理主要体现实验原理分析,可参照每一个具体实验的实验原理,用简练的语言表述。

实验仪器和药品要写明本实验所用的主要仪器设备名称、型号及厂家,试剂名称、浓度及规格。

实验步骤部分是报告中比较重要的部分,根据实验内容用自己的语言正确地写出简明的实验步骤,尽量用简图、表格,或以化学式、符号等表示;关键之处应加以注明,步骤中的内容可用符号简化。例如:化合物只写分子式;加热用“ $\triangle$ ”,加用“+”,沉淀用“ $\downarrow$ ”,气体逸出用“ $\uparrow$ ”等符号表示;仪器以示意图代之。在此项中还应写出实验的注意事项,以保证实验顺利进行。

实验数据及结果包括实验数据、数据处理及结果,应直接附上原始数据表或打印的有关图表。这是实验报告的主体部分。在记录中,即使得到的结果不理想,也不能随便修改,以养成实事求是和严谨的科学态度。但可以在报告中通过分析和讨论找出原因及解决的办法。

评价和讨论是对实验结果进行分析评价,讨论实验中遇到的问题及处理方法,总结实验的心得体会,并提出实验的改进意见等。此项是回顾、反思、总结和拓展知识的过程,是实验

的升华。这是实验报告的重点和难点,应给予足够的重视。

实验报告封面用统一的格式,建议用论文设计(说明)书来书写(有统一实验报告本的可参考规范自行设计);根据不同的实验类型设计不同形式的报告。总体上要求实验报告字迹工整,文字简练,数据齐全,图表规范,计算正确,分析充分、具体、定量。

3.2 实验报告的一般格式

不同的无机化学实验,实验报告格式有所不同。下面列举两个报告格式供参考。

无机化学制备实验报告模板一

实验名称:实验三 粗盐的提纯

____系____专业____班 学号____姓名____ 指导老师____实验日期____

一、实验目的

(略)

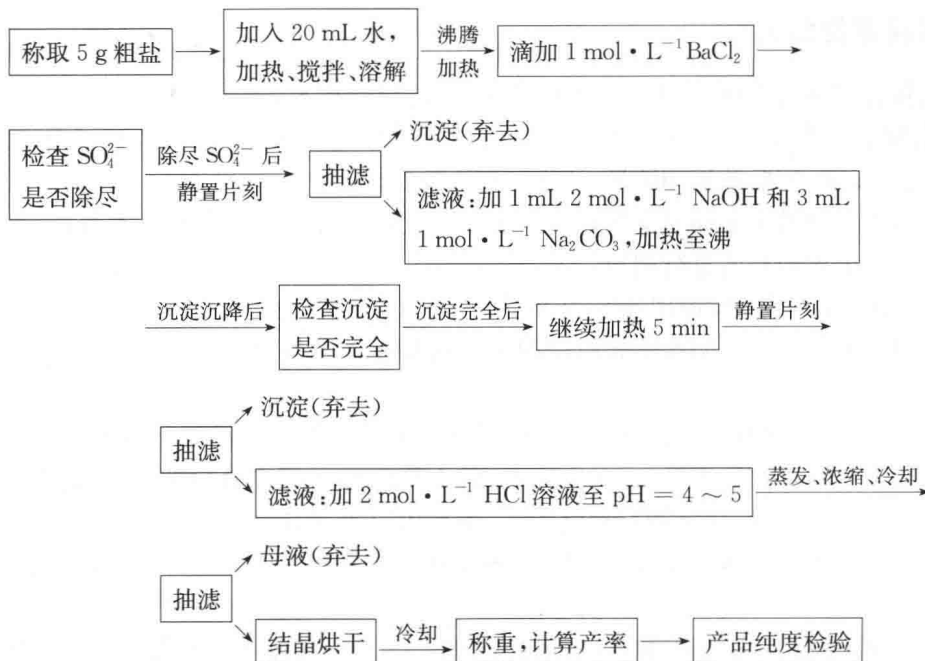
二、实验原理(简述)

(略)

三、实验用品

(略)

四、实验步骤



五、数据记录及处理

1. 粗盐的提纯:

产品外观:(1)粗盐____; (2)精盐____。

产品质量:(1)粗盐____g; (2)精盐____g; (3)产率:____。

2. 产品纯度检验

编号	实验内容	实验现象		结论与反应式
		粗 盐	精 盐	
1	加入 BaCl ₂ 溶液			
2	加入 (NH ₄) ₂ C ₂ O ₄ 溶液			
3	加入 NaOH 溶液和镁试剂			

六、问题与讨论

无机化学性质实验报告模板二

实验名称: _____

_____系 _____专业 _____班 学号 _____ 姓名 _____ 指导老师 _____ 实验日期 _____

一、实验目的
(略)

二、实验用品
(略)

三、实验内容

实验内容	实验现象	反应方程式	解释(结论)

四、问题与讨论

五、小结