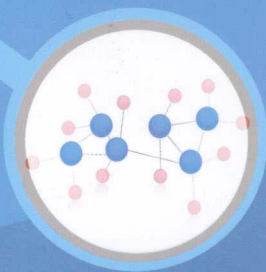


高等学校“十二五”规划教材

基础化学实验

李谦定 刘祥 主编

JICHU HUAXUE SHIYAN



化学工业出版社

013067114

06-3
274

高等学校“十二五”规划教材

基础化学实验

李谦定 刘祥 主编

JICHU HUAXUE SHIYAN



化学工业出版社

· 北京 ·



北航

C1675116

06-3/274

01307114

本书在介绍基础化学实验基本知识、常用仪器和基本操作的基础上,选取了52个有代表性的实验,涵盖了基本操作和基本理论实验、基础制备实验、元素及其化合物性质实验等,为增加应用性、趣味性和实践性,还特设了一些综合设计性实验和趣味实验。

本书可作为化学化工类专业的无机化学实验教材,也可供非化学化工专业开设普通化学实验选用。

基础化学实验

李谦定 刘祥 主编

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验/李谦定,刘祥主编. —北京:化学工业出版社, 2013.7

高等学校“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-17573-1

I. ①基… II. ①李…②刘… III. ①化学实验-高等学校-教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆CIP数据核字(2013)第123070号

责任编辑:宋林青 陶艳玲

责任校对:蒋宇

加工编辑:徐雪华

装帧设计:史利平

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:三河市万龙印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张12 字数293千字 2013年9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:22.00元

版权所有 违者必究

编写说明

本书主要包括：基础化学实验基本知识、基础化学实验常用仪器、基础化学实验基本操作和实验内容等 4 个部分，共选编了 52 个实验，以供任课教师根据具体专业需要选作。在内容取材上，注意实验的应用性、趣味性和实践性，增加了一些综合性实验和一些具有趣味性且贴近生活的实验内容，旨在提高学生的学习热情和兴趣，进一步巩固所学知识。

本书的出版，得到了化学工业出版社和西安石油大学的鼎力支持，在此表示衷心的感谢！在本书的编写过程中，参阅了大量国内外书刊及兄弟院校的教材，并从中汲取了某些内容，对此，也特致谢意。

参加本书编写的有：李谦定（主编，编写第三部分）、刘祥（主编，编写第一部分、第二部分和第四部分的第二节）、孟祖超（编写第四部分的第三、四、五节及附录）、苏碧云（编写第四部分的第一节）。全书由刘祥统稿。

本书既可用于理工院校化学化工类专业的无机化学实验课，也可用作非化学化工专业普通化学实验课的教材。

由于编者水平有限，缺点和疏漏在所难免，敬请读者批评指正。

编者

2013 年 4 月于西安

目 录

引言	1
第一部分 基础化学实验基本知识	2
一、实验守则	2
二、危险品的使用	2
三、实验室一般伤害事故的救护	3
四、灭火常识	3
五、化学试剂的规格	4
六、常用干燥剂	4
七、误差与有效数字	5
八、实验数据表达法	10
第二部分 基础化学实验常用仪器	13
一、常用普通仪器	13
二、台秤与天平	17
三、酸度计	25
四、分光光度计	31
五、电导率仪	34
第三部分 基础化学实验基本操作	38
一、玻璃仪器的洗涤与干燥	38
二、试剂的取用与溶液的配制	39
三、试管的使用	40
四、基本度量仪器的使用	42
五、加热的方法	46
六、溶解与结晶	49
七、溶液与沉淀的分离	50
八、气体的发生、净化、干燥和收集	53
九、试纸的使用	55
十、玻璃加工操作	56
十一、其他	60
第四部分 实验内容	62
一、基本操作和基础理论的实验	62
实验1 天平与称量	62
实验2 气体常数的测定	63
实验3 凝固点下降法测相对分子质量	64

实验 4	化学反应热的测定	66
实验 5	化学反应速率与活化能测定	68
实验 6	化学平衡常数的测定	72
实验 7	电解质溶液	75
实验 8	醋酸电离度和电离常数的测定	78
实验 9	氧化还原反应与电化学	80
实验 10	氯化铅溶度积常数的测定 (离子交换法)	84
实验 11	碘化铅溶度积常数的测定 (分光光度法)	85
实验 12	$[\text{Ti}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ 分裂能的测定	87
实验 13	硫氰酸铁配位离子配位数的测定	89
实验 14	水的净化 (离子交换法)	91
二、基础制备实验		95
实验 15	试剂氯化钠的制备	95
实验 16	硫酸亚铁铵的制备	98
实验 17	硫代硫酸钠的制备	100
实验 18	高锰酸钾的制备	102
实验 19	配合物的合成	104
实验 20	硫酸铜的提纯	105
实验 21	分子筛的合成	106
实验 22	铬黄颜料 PbCrO_4 的制备	110
三、元素及其化合物性质实验		111
实验 23	主族元素及其化合物 (一)	111
实验 24	主族元素及其化合物 (二) ——卤素和氮	114
实验 25	主族元素及其化合物 (三) ——过氧化氢与硫的化合物	117
实验 26	主族元素及其化合物 (四) ——碳和硅	120
实验 27	胶体溶液	123
实验 28	配合物	126
实验 29	钛和钒	129
实验 30	铬和锰	131
实验 31	铁、钴、镍	134
实验 32	锌、镉、汞	137
实验 33	铜和银	140
四、综合实验与设计性实验		143
实验 34	三草酸合铁 (Ⅲ) 酸钾的合成、配阴离子组成及电荷数测定	143
实验 35	葡萄糖酸锌的制备与分析	147
实验 36	废银盐溶液中银的回收	149
实验 37	单质碘的提取与 KI 的制备	150

实验 38	从碳酸氢铵和氯化钠制备碳酸钠	151
实验 39	设计性实验 (一) (以铜为原料制备硫酸铜)	153
实验 40	设计性实验 (二) (磷酸氢二钠的制备)	154
实验 41	设计性实验 (三) (含铬废液的处理)	154
实验 42	设计性实验 (四)	154
实验 43	设计性实验 (五)	155
实验 44	设计性实验 (六)	156
实验 45	设计性实验 (七)	156
五、课外实验		156
实验 46	五彩缤纷的焰火	156
实验 47	滴水生烟——水在反应中的催化作用	157
实验 48	水中花园	158
实验 49	烛火自明	159
实验 50	玻璃棒点酒精灯	159
实验 51	晴雨花	160
实验 52	日常生活中的化学实验	160
附录		163
附录 1	不同温度下水的饱和蒸气压	163
附录 2	普通有机溶剂的性质	163
附录 3	实验室常用酸碱溶液的浓度	164
附录 4	常用酸碱指示剂 (18~25℃)	164
附录 5	常用缓冲溶液的 pH 范围	165
附录 6	实验室某些试剂的配制	165
附录 7	几种常用试纸的制备	166
附录 8	酸碱在水溶液中的离解常数 (25℃)	167
附录 9	溶度积常数 (25℃)	167
附录 10	标准电极电势	168
附录 11	常见配离子的稳定常数	171
附录 12	常见离子鉴定方法	172
参考文献		183

引言

化学是一门实践性很强的学科，它的每一项重要发明和发现都源于实践。通过实验，人们发现和发展理论，又通过实验来检验理论的正确性。基础化学实验是学习基础化学理论的重要环节。

基础化学实验的目的就在于，通过实验：

- (1) 巩固和扩大课堂所获得的知识，为理论联系实际提供具体的条件；
- (2) 培养学生正确掌握实践操作的基本技术，正确使用常用仪器，获得准确的实验数据和结果；
- (3) 培养学生独立工作和思考的能力；
- (4) 培养学生实事求是的科学态度，以及准确、细致、整洁等良好的工作作风；
- (5) 培养学生逐步掌握科学研究的方法；
- (6) 为后续课程的学习打下坚实的基础。

要达到实验的目的，学生必须有正确的学习态度与学习方法，并努力抓好以下三个环节。

(1) 预习 实验之前认真阅读实验教材和教科书的有关内容，明确实验目的，了解实验原理、内容、步骤及注意事项，做到胸中有数，以免浪费时间和药品。写好预习报告，交给指导教师检查。

(2) 实验 认真操作，仔细观察，如实记录实验现象。如果遇到反常现象，应认真查找原因，在教师指导下重做实验。实验过程中要严格遵守实验守则，始终保持环境肃静、整洁。实验结束后做好清扫工作，摆好仪器、药品，关好水、电等。实验记录交教师检查签字后方可离开实验室。

(3) 报告 简要叙述和解释实验现象，正确处理实验数据，写出有关的反应方程式，得出正确的结论。做到文字工整、图表清晰，并按时交出实验报告。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，对思考题应有正确的回答。对“测定实验”、“制备实验”及“性质实验”等不同类型的实验，要注意实验报告格式的区别。

第一部分 基础化学实验基本知识

一 实验守则

- (1) 实验前应认真预习实验原理,熟悉所需仪器、试剂、操作步骤及注意事项。
- (2) 不迟到,不早退,保持实验室安静。
- (3) 实验过程中要正确操作、观察,认真记录,培养严谨的科学作风。
- (4) 完成实验后,原始记录应交指导老师审阅,并按时写出实验报告。
- (5) 必须保持实验室的清洁整齐。废物应倒入废物缸内,不得倒入水槽或到处乱扔。
- (6) 严格遵守实验室各项制度。注意安全,爱护仪器,节约试剂、水、电及煤气等。
- (7) 每次实验课由班长安排同学值日。值日生要负责当天实验室的卫生、安全和一些服务性的工作。

二 危险品的使用

- (1) 浓酸、浓碱有腐蚀性,切勿溅在皮肤和衣服上。稀释浓酸时,应将浓酸慢慢地注入水中,切勿将水注入酸中。
- (2) 绝不能将几种药品任意混合,以免发生意外。
- (3) 钾、钠等活泼金属与水或空气接触易燃,要保存在煤油里,容器要密封,要用镊子夹取。残渣应收集起来用酒精分解,切勿乱扔。
- (4) 白磷有剧毒,切勿与人体接触,在空气中能自燃,要保存在水里且要密封,防冻,要用镊子夹取,在水下切割。残渣要收集起来,放在铁丝网上,在通风橱中烧掉。
- (5) 有机溶剂(如乙醇、乙醚、丙酮、苯等)易燃,使用时要远离明火。用毕,立即盖紧瓶塞,保存在阴暗处,最好埋在砂箱内。
- (6) 不纯的氢气遇火会立即爆炸,使用氢气时应严禁烟火。点燃氢气前,必须检查其纯度。
- (7) 银氨溶液久置会变成叠氮化银(AgN_3)而引起爆炸,因此不能在实验室久存,也不能倒入下水道,实验完毕后应立即用酸处理后回收。
- (8) 强氧化剂(如高锰酸钾、氯酸钾、硝酸钾等)或它们与其他物质的混合物(如氯酸钾与红磷、木炭、硫黄等混合)不能研磨,否则会引起爆炸,保存和使用这些药品时,应注意安全。
- (9) 一切有毒或有恶臭的实验应在通风橱中进行。
- (10) 不要直接俯嗅所产生的气体,必要时可用手轻拂气体,扇向自己后再嗅。
- (11) 金属汞易挥发,吸入人体内会逐渐积累而引起慢性中毒,所以不能把汞洒落在地

上或桌面上。一旦洒落,必须尽可能地收集起来,并用硫磺粉覆盖在洒落的地方,以使汞转变为不挥发的硫化汞。

(12) 钡盐、铅盐、铬盐、汞的化合物、砷的化合物等,特别是氰化物有剧毒,切勿入口或接触伤口。其废液也不能倒入下水道,应统一回收处理。

三 实验室一般伤害事故的救护

(1) 如有酸液或碱液溅在皮肤上,必须用水冲洗。对于酸烧伤,需要用 3% NaHCO_3 溶液(或稀氨水、肥皂水)洗涤。对于碱烧伤,需再用 1% CH_3COOH 溶液洗涤,最后可涂一些凡士林或烫伤药膏。

当酸液溅入眼内或吸入口中时,除立即用水冲洗或漱口外,再用 1% NaHCO_3 溶液洗涤或漱口;当碱液溅入眼内或吸入口中时,可用 H_3BO_3 饱和溶液洗涤眼睛或漱口。

(2) 烫伤 不要用水洗伤口,如皮肤未破,可用 Na_2CO_3 溶液或 Na_2CO_3 粉末加水调成糊状涂在烫伤处。如皮肤已破,用 1% KMnO_4 溶液洗伤口到皮肤为棕色或涂些紫药水、烫伤药膏。

(3) 割伤 不要用水洗涤伤处,也不能用手按摸。应先将玻璃碎片等从伤口取出,用紫药水涂擦伤处。必要时再洒上消炎粉,然后包扎。

(4) 溴烧伤 应立即用酒精、苯或汽油等洗涤,再涂甘油或烫伤药膏。

(5) 磷烧伤 应先用水冲洗,清除碎磷,再用 1% 硝酸银溶液、1% 硫酸铜溶液或高锰酸钾溶液洗后,进行包扎。

(6) 吸入 Cl_2 、 Br_2 、 H_2S 或 CO 等有毒气体时,应立即将中毒者移至通风处,以便呼吸新鲜空气,解衣松带让患者安静休息。

(7) 触电 应立即切断电源,或尽快用绝缘物(如木棒、竹竿等)使触电者与电源脱离接触。

(8) 误服毒物 服饱和 NaCl 溶液,用手指伸入喉部,使其呕吐,并速送医院治疗。

(9) 受伤较重者 应立即送医院治疗。

四 灭火常识

“起火”是化学实验室经常发生的事故之一,化学实验室起火往往伴随着爆炸和中毒事故发生,会造成严重的后果,因此,必须提高警惕,时时防火。如果万一起火应采取以下措施。

1. 防止火势扩展

- (1) 立即切断电源,熄灭所有加热设备。
- (2) 关闭通风以减少空气流通。
- (3) 尽快移去附近的可燃物。

2. 根据火势大小和起火原因采取适当的灭火方法

- (1) 火势小时,可用湿抹布、石棉布或灭火毯灭火。

(2) 用细砂盖住起火处，特别是钠、钾等活泼金属起火，必须用砂子灭火。所以每个实验室必须备有砂箱或砂袋。砂箱应放在方便处，上边不能堆放其他东西。

(3) 用泡沫灭火器喷向起火处。喷出的二氧化碳和泡沫将燃烧物包围和覆盖，使火焰熄灭。

(4) 电器起火要用四氯化碳和高压二氧化碳灭火器灭火，因为比空气重的四氯化碳蒸气和二氧化碳气体可将燃烧物周围的空气排除，使火熄灭。

四氯化碳灭火器和二氧化碳灭火器也适用于扑灭其他火灾。

化学实验室一般不用水来灭火，因为在某些情况下，水不仅不能灭火，反而会使火势扩大。

五 化学试剂的规格

化学试剂的规格和等级是以其中所含杂质的多少来划分的。我国生产的化学试剂一般分为四级，见表 1-1。

表 1-1 化学试剂的规格和等级

级 别	名 称	符 号	瓶签颜色
一级品	保证试剂 优级纯	G. R.	绿 色
二级品	分析试剂 分析纯	A. R.	红 色
三级品	化学纯	C. P.	蓝 色
四级品	实验试剂	L. R.	棕 色

此外，还有供特殊需要的化学试剂，如光谱纯试剂、色谱纯试剂、基准试剂、生物试剂等。在生物化学中，有些试剂的规格是以其活力来衡量的。例如酶的活力就是以每毫克蛋白质具有多少个活力单位来表示的。

使用化学试剂时，必须对其纯度标准有明确的认识，既不超规格使用造成浪费，又不随意降低规格而影响实验结果。

六 常用干燥剂

1. 常用无机干燥剂

干燥剂的性能以除去产品中水分的效率来衡量。表 1-2 列出一些常用无机干燥剂的种类及其相对效率（用残余水量表示）。

2. 分子筛干燥剂

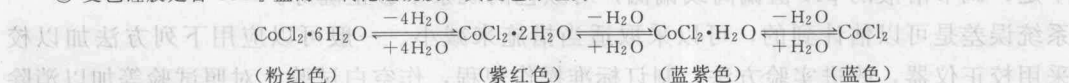
分子筛是含水硅铝酸盐的晶体，当把它加热到一定温度时，脱去水，晶体内部就形成许多孔径大小均一的孔道和占本身体积一半左右的许多孔穴，它允许小的分子“躲”进去以达到将不同大小的分子“筛分”的目的。例如“4A”型分子筛是一种硅铝酸钠，微孔的表现直径约为 $4.0 \times 10^{-10} \text{ m}$ ，能吸附直径为 $4 \times 10^{-10} \text{ m}$ 的分子。分子筛的种类很多，表 1-3 列出几种分子筛的化学组成及特性。

表 1-2 某些干燥剂的相对效率

干燥剂种类	残余水量 ^① / $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	干燥剂种类	残余水量 ^① / $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$
$\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$	约 1.0	分子筛 5A(Linde)	3.9
$\text{BaO}(96.2\%)$	2.8	变色硅胶 ^②	70
Al_2O_3 (无水)	2.0	$\text{NaOH}(91\%)$ (碱石棉剂)	93
P_2O_5	3.5	CaCl_2 (无水)	13.7
LiClO_4 (无水)	13	NaOH	约 500

① 残余水量是将湿的含 N_2 气体，通到干燥剂上吸附，以一定方法称量得到的结果。

② 变色硅胶是含 CoCl_2 盐的二氧化硅凝胶，其变色原理为



烘干后可重复使用。

吸附水分子后的分子筛可加热至 350°C 以上进行解吸后重新使用。分子筛用于除去微量水分，若水分过多，则应用其他干燥剂先进行去水，然后再用分子筛干燥。

表 1-3 各类分子筛的化学组成和特性

类 型	孔径/ $\times 10^{-10}\text{m}$	化 学 组 成	水吸附量/%
A 型:3A (钾 A 型)	3.0	$(0.75\text{K}_2\text{O}, 0.25\text{Na}_2\text{O}) + \text{Al}_2\text{O}_3 + 2\text{SiO}_2$	25.0
A 型:4A (钠 A 型)	4.0	$\text{Na}_2\text{O} + \text{Al}_2\text{O}_3 + 2\text{SiO}_2$	27.5
X 型:13X (钾 X 型)	10.0	$\text{Na}_2\text{O} + \text{Al}_2\text{O}_3 + (2.5 \pm 0.5)\text{SiO}_2$	39.5
Y 型	10.0	$\text{Na}_2\text{O} + \text{Al}_2\text{O}_3 + (3 \sim 6)\text{SiO}_2$	35.2

七 误差与有效数字

在测量实践中，当取同一试样进行多次重复的测试时，其测量结果常常不会完全一致，即使采用目前最先进的测量方法，用最精密的仪器，由技术最熟练的技师来进行测量工作，也难以得到与真实值完全一致的测量结果。这说明测量误差是普遍存在的。因此，人们在进进行物理量的各项测试工作中，不仅要掌握各种测量方法，还必须对测量结果进行评价，分析测量结果的准确性、误差的大小及产生误差的主要原因，寻找减小误差的有效措施，以提高测量结果的准确性。

(一) 测量误差

1. 误差及其产生的原因

测量结果与真实数值之间的偏离为误差。根据误差性质的不同，可分为系统误差、偶然误差和过失误差三类。

(1) 系统误差 (可测误差)

系统误差是由于某些比较确定的原因引起的,它对测量结果的影响比较固定,其大小有一定的规律性,在重复测量的情况下,它有重复出现的性质,因此其大小往往可以测出,产生系统误差的原因有下列几种。

a. 方法误差:这种误差是由于测量方法本身造成的。如在质量分析中,沉淀溶解总是导致负误差,称量物有吸水性以及共沉淀现象则总是引起正误差等。

b. 仪器不准和试剂不纯引起的误差:如天平的两臂不等长所引起的称量误差,移液管和滴定管的刻度未经校正而引起的体积误差,所用试剂、蒸馏水含有杂质,容器被沾污引入杂质等。

c. 操作误差:这是由操作不当,未掌握好实验条件而引起的误差。例如:洗涤沉淀过分或不足;调节溶液的 pH 值偏高或偏低;对颜色的观察不够正确等。

系统误差是可以估计到的,可以采取适当措施来减小。一般可以应用下列方法加以校正:采用校正仪器,改进实验方法,制订标准操作规程,作空白试验、对照试验等加以消除(见本节 4)。

(2) 偶然误差(随机误差)

偶然误差由某些难以预料的偶然因素引起,因此它对实验结果影响不固定,由于偶然误差难以找到确切的原因,似乎没有规律性可寻,但如果经过多次的测量,可发现偶然误差有以下规律。

a. 大小相等的正误差和负误差出现的概率相等。

b. 小误差出现的次数多,大误差出现的次数少。

偶然误差的出现,服从概率的统计规律。因此在消除引起系统误差的一切因素后,通过多次测量取算术平均值,就可以减小偶然误差对测量结果的影响,使测得结果接近真实值,所以在真实值不知道的情况下,常常用多次平行测得的平均值近似地代替真实值。

(3) 过失误差

过失误差是一种与事实不符的误差,它主要是由于操作不正确引起的。例如,读错刻度值、看错砝码、加错试剂、记录错误、计算错误等。此种误差只要细心操作,加强责任心即可避免。

2. 准确度与误差

准确度是指测量值与真实值之间的偏离程度。因此,可以用误差来度量。误差越小,说明测量结果的准确度越高。误差的表示方法可分为绝对误差和相对误差。

(1) 绝对误差

实验测得的数值与真实值之间的差值称为绝对误差,即

$$\text{绝对误差} = \text{测量值} - \text{真实值}$$

测量值大于真实值时的误差是正的,测量值小于真实值时的误差是负的。由于绝对误差只能显示出误差变化的大小范围,不能确切地表示测量精度,因此一般用相对误差的形式表示测量误差。

(2) 相对误差

相对误差系绝对误差与真实数值的百分比,即

$$\text{相对误差} = \frac{\text{绝对误差}}{\text{真实数值}} \times 100\%$$

例如,在标定 NaOH 溶液时,称取邻苯二甲酸氢钾 ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_6$) 0.5643g,其真实值为 0.5642g,则其称量的绝对误差为:

$$0.5643\text{g}-0.5642\text{g}=0.0001\text{g}$$

如另称一份邻苯二甲酸氢钾为 0.0564g,其真实值 0.0563g,则其称量的绝对误差为

$$0.0564\text{g}-0.0563\text{g}=0.0001\text{g}$$

二次称量的绝对误差相同,均为 0.0001g,但相对误差却不相同,即

$$\frac{0.0001}{0.5642} \times 100\% = 0.02\%$$

$$\frac{0.0001}{0.0563} \times 100\% = 0.2\%$$

显然,前一结果的准确度较高。因此,用相对误差来表示测量结果的可靠性,即准确度的高低,更为确切。

3. 精密度与偏差

精密度是指多次测量结果相吻合的程度,它表达了测量结果再现性的好坏。由于被测量的真实值是无法知道的,因此一般只能用多次测量结果的平均值近似地代替真实值。每次测量结果与平均值之差,称为偏差。因此常用偏差的大小来衡量精密度的好坏,偏差越小,精密度越高。偏差与误差一样,也有绝对偏差与相对偏差之分,即

$$\text{绝对偏差} = \text{每次测得值} - \text{平均值}$$

$$\text{相对偏差} = \frac{\text{绝对偏差}}{\text{真实数值}} \times 100\%$$

从相对偏差的大小可以正确反映测量结果再现性的好坏,即测量精密度的高低。

由上分析可知,误差是以真实值为标准,偏差则是以多次测量结果的平均值为标准。因此,误差与偏差,准确度与精密度具有不同的含义,必须加以区别。但由于在一般情况下真实值是不知道的(测量的目的就是为了测得真实值),因此在处理实际问题时,常常是在尽量减小系统误差的前提下,把多次平行测得结果的算术平均值当作真实值,把偏差作为误差。

应该指出,在测量工作中,精密度高的不一定准确度好。我们的要求是:测得值必须是具有高精密度下的正确值。在有些情况下偶然误差很大,但由于多次测量结果的正负偏差相互抵消,使算术平均值接近真实值。显然,这种测量结果是不可靠的,因此,我们评价某一测量结果时,必须将系统误差和偶然误差的影响结合起来考虑,将准确度和精密度统一起来要求,以确保测量结果的可靠性。

4. 提高测量结果准确度的方法

为了提高测量结果的准确度,应尽可能地减小系统误差、偶然误差和过失误差。认真仔细地多次测量,取其平均值作为测量结果,可以减小偶然误差并消除过失误差。在测量过程中,提高准确度的关键在于尽可能减小系统误差。一般减小系统误差的方法有以下三种。

(1) 校正测量仪器和测量方法

为减少因测量方法带来的误差可用公认可靠的方法或国家标准方法与所选用的测量方法相比较,以校正所选用的测量方法。在准确度要求较高的测量工作中,对所选用的仪器,如天平砝码、滴定管、移液管、容量瓶、温度计等必须进行校正,求出校正值,以校正测量值,提高测量结果的准确度。但准确度要求不高(相对误差允许 $>1\%$)时,一般不必校正

仪器。其 $\text{g} 24.85, 0.0001 \text{g}$ (或 $\text{g} 24.85, 0.0001 \text{g}$) 等。在称量时, 应使天平平衡, 且使天平的读数在标尺的中间, 以减少误差。

(2) 空白试验

空白试验是在同样测量条件下, 用蒸馏水代替试液, 用同样的方法进行实验。其目的是消除由试剂 (或蒸馏水) 和仪器带进杂质所造成的系统误差。

(3) 对照试验

对照试验是用已知准确成分或含量的标准样品代替试样, 在同样的测量条件下, 用同样的方法进行测量的一种方法。其目的是判断试剂是否失效, 操作是否正确, 仪器是否正常等, 以确保得到可靠的测量结果。

对照试验也可以用不同的测量方法, 或由不同单位、不同人员对同一试样进行测量来互相对照, 以说明所选方法的可靠性。

在测试过程中如有可疑现象, 应随时进行空白试验、对照试验, 以寻找原因。是否善于利用空白试验、对照试验, 是分析问题和解决问题能力强弱的主要标志之一。

(二) 有效数字

在测量和数学运算中, 确定应该用几位数字来代表测量或计算的结果, 是很重要的。初学者往往认为在一个数值中小数点后面位数越多, 这个数值就越准确, 或在计算结果中保留的位数越多, 准确度就越高。这两种认识都是错误的。前者的错误, 在于没有弄清楚小数点的位置不是决定准确度的标准, 小数点的位置仅与所用单位大小有关。例如, 液体的体积为 21.30mL 与 0.0213L , 准确度完全相同。后者的错误在于不了解所有测量由于仪器和人们感官的缺陷, 都只能达到一定的准确度; 另一方面还与所用测量方法有关。因此, 记录和计算测量结果, 都应与测量的误差相适应, 不要超过测量的精确程度。正确的表示方法是写出的数字位数, 除末位数字为可疑值外, 其余各位数都应是准确可靠的。

从仪器上直接读出的 [包括最后一位估计数字 (可疑数字) 在内] 几位数字, 叫做有效数字。实验数据的有效数字与测量仪器的精度有关。例如, 在托盘天平上称量得 15.6g , 由于托盘天平可称至 0.1g , 因此该物体质量为 $15.6\text{g} \pm 0.1\text{g}$, 它的有效数字是 3 位。如果该物体在电光天平上称量得 15.6155g , 那么该物体的质量为 $15.6155\text{g} \pm 0.0001\text{g}$, 它的有效数字是 6 位。又如, 用滴定管量取液体, 能估计到 0.01mL , 若量得液体 28.45mL , 表示该液体体积为 $28.45 \pm 0.01\text{mL}$, 它的有效数字是 4 位。因此有效数字中的最后 1 位数字是可疑数。任何超过或低于仪器准确度的数字都是不恰当的。例如, 上述滴定管的读数为 28.45mL , 不能当作 28.450mL , 也不能当作 28.5mL 。前者夸大了实验的准确度, 后者则降低了实验的准确度。

有效数字的位数可用下面几个数值说明:

数 值	28.00	6.08	0.68	0.00680	6.80×10^{-3}	6.02×10^{23}	6.0×10^{23}	0.2350
有效数字 的位数	4 位	3 位	2 位	3 位	3 位	3 位	2 位	4 位

从以上几个数值可以看出:

① 有效数字的位数与小数点无关。

② “0” 在数字前面, 只表示小数点的位置, 不包括在有效数字中; 如果 “0” 在数字的

中间或末端,则表示一定的数值,应包括在有效数字的位数中。

③ 采用指数表示,“10”不包括在有效数字之中。对于很大或很小的数字,采用指数表示法更为简单合理。

另外,在基础化学中还经常会遇到 pH、pOH、pK 等对数值。因整数部分只说明该数的方次数,所以其有效数字仅取决于小数部分数字的位数。

例如: $\text{pH}=7.68$, 即氢离子浓度 $c(\text{H}^+) = 2.1 \times 10^{-8} \text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$, 其有效数字为 2 位,而不是 3 位。

在处理数据时,有效数字的取舍很重要,它有助于避免因计算过繁而引起的错误,确保运算结果的正确性,同时也可以节省时间。有效数字的基本运算法则是:

① 记录和计算结果所得的数值,均只能保留一位可疑数字;

② 有效数字的位数确定后,其余的尾数应根据“四舍五入”或“四舍六入五留双”的规则处理。

“四舍六入五留双”规则:当尾数 ≤ 4 时舍去;尾数 ≥ 6 时进位;当尾数 = 5 时,则要看进位后的末位数是奇数还是偶数,如进位后得偶数则进位,如进位后得奇数则舍去。例如:将 4.1246、5.8644、6.8675、7.7865 分别处理成四位数时,根据“四舍六入五留双”的原则应分别为:4.125、5.864、6.868、7.786。目前,舍去不必要的尾数,一般还是采用“四舍五入”的原则,但是,当进行复杂运算时,应采用“四舍六入五留双”的规则,以提高运算结果的正确性。

(3) 加减法的运算规则

在加减运算中,计算结果保留的小数点后的位数,应与各个加减数值中的小数点后位数最少者相同。例如:

$$\begin{array}{r} 0.0121 \\ 1.0568 \\ +25.64 \\ \hline 26.7089 \end{array} \quad \text{应改为 } 26.71$$

显然这三个数值之和应保留到小数后第二位,因为第三个数值 25.64 中的“4”已经是可疑数字,再留小数后的第三位甚至第四位数字是没有意义的。

(4) 乘除法的运算规则

在乘除运算中,计算结果的有效数字的位数,应与各数值中最少的有效数字的位数相同,而与小数点的位数无关。例如:

$$\begin{array}{r} 5.44 \\ \times 0.48 \\ \hline 4352 \\ 2176 \\ \hline 2.6112 \end{array}$$

应改为 2.6

因可疑数字与可疑数字、可疑数字与可靠数字相乘除都得可疑数字,所以上面相乘中“4352”都是可疑数字,而“2176”中的“6”是可疑数字,乘积中的“6112”都是可疑数字,故获得乘积的有效数字应为 2.6 (与计算数值中最少有效数字的位数相同)。

在进行一连串的乘除运算中,为了简便起见,在进行乘除前可先将各数按“四舍五入”的规则或“四舍六入五留双”的规则简化,弃去过多的没有意义的数字。例如,在乘除法中可使各数值中各有效数字的位数与最少有效数字的位数相同。如 0.0121、1.0568 和

25.64 三个数值相乘, 其积应为

$0.0121 \times 1.06 \times 25.6 = 0.328$

(5) 在对数运算中, 对数的首数(整数部分)不算有效数字, 所以所取对数尾数(小数部分)的有效数字应与真数的有效数字位数相同。

必须强调: 只有在涉及由直接或间接测定所得的物理量时, 才有有效数字问题, 而对那些不须经过测量的数字, 如 2、 $1/2$ 等不连续物理量和化学量的数值(如化学式“ H_2SO_4 ”中“2”“1”“4”等数字), 以及完全从理论计算出的数值如 π 、 e 等, 在这些数中, 没有可疑数字, 其有效数字位数可以认为是无限的, 所以取用时可以根据需要保留, 需要几位就保留几位。其他如原子量、气体常数 R 等基本数值, 如需要有效数字少于公布的数值, 可以根据需要来保留有效数字的位数。单位换算因数则须要根据原单位的有效数字位数决定, 如 $1\text{kg} = 1000\text{g}$, 有效数字位数无限制。

有效数字是测量和运算中很重要的一个概念。掌握它有助于正确记录和表示测量结果, 避免运算错误, 且能正确地帮助操作者选用物料量和测量仪器。

例如, 配制 $0.50\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 CuSO_4 溶液 0.1L , 可称取 $\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 晶体 12.5g , 而不必准确称取 12.4840g 。选用天平和容量仪器时, 只需选用台秤和量筒, 而不必选用电光天平或电子分析天平($1/10000$ 天平)和容量瓶。

八

实验数据表达法

为了表示实验结果和分析规律, 需要将实验数据归纳和处理。实验结果的表示方法主要有以下三种, 即列表法、作图法和数学方程法, 在基础化学实验中主要采用前两种方法。

(一) 列表法

用表格来表示实验数据及计算结果, 其方法是将自变量 x 和因变量 y 一个一个对应排列起来列成表格, 以表示出二者之间的关系。列表时应注意以下几点。

① 表格名称: 每一表格均应有一简明的名称。

② 行名与量纲: 将表格分为若干行, 每一变量, 应占表格中一行。每一行的第一列写上该行变量的名称及量纲。

③ 有效数字: 每一行所记数字, 应注意其有效数字位数, 并将小数点对齐。数值按大小有序排列。如果用指数表示数据时, 为简便起见, 可将指数放在行名旁。

④ 自变量的选择: 自变量的选择有一定的灵活性, 通常选择较简单的变量作为自变量, 如温度、时间和浓度等。自变量最好是均匀地等间隔增加。如果实际测量结果并不是这样, 可以先将直接测量数据作图, 由图上读出均匀等间隔增加的一套自变量新数据, 再作表。

表格法的优点是简单, 但不能表示出各数值间连续变化的规律和取得实验数值范围内任意的自变量和因变量的对应关系, 故一般常与作图法配合使用。

(二) 作图法

利用实验数据作图, 可使实验测得的各数据间的相互关系表现得更加直观, 并可以