

基础化学实验

傅敏 王崇均 主编



科学出版社

基础化学实验

傅 敏 王崇均 主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书是为了满足实验教学改革的需要和教学计划的组织实施而编写的。全书共7章。第一、二章为绪论和基础化学实验基本知识,介绍了基础化学实验基本要求和基本实验操作常识;第三章为基本操作,选编了10个实验,主要培养学生的基本操作技能;第四至七章内容涉及定量化学分析、化合物的制备、物性参数测定和仪器分析,共列出了71个有关实验方法和技能训练的实验,可满足不同专业、不同模块基础化学实验教学的需要。附表中给出基础化学实验中的重要理化数据。

本书可作为高等学校化学化工类、材料类、环境科学类、生命科学类及相关专业的基础化学实验课教材,也可供相关科研和技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验/傅敏,王崇均主编. —北京:科学出版社,2013

ISBN 978-7-03-036493-7

I. ①基… II. ①傅…②王… III. ①化学实验 IV. ①O6-3

中国版本图书馆CIP数据核字(2013)第012667号

责任编辑:石悦/责任校对:包志虹

责任印制:阎磊/封面设计:华路天然设计工作室

科学出版社 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

保定市中国画美凯印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2013年1月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2013年1月第一次印刷 印张:16 1/2

字数:415 000

定价:32.00元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

编委会名单

主 编 傅 敏 王崇均

副主编 古昌红 吴四维 林 兵 高 媛

编 委 (按姓氏笔画排序)

王星敏	王瑞琪	冯永成	任建敏	李仁炳
沈 荣	邵承斌	罗 茜	卓 琳	单振秀
殷 菲	常 青	魏星跃		

前 言

“基础化学实验”是重庆工商大学（以下简称“我校”）化学技术实验教学中心为化学工程与工艺、应用化学、材料科学与工程、制药工程、生物工程、食品科学与工程、环境工程等专业本科学生开设的一门重要基础实验课，其目的是培养学生掌握化学实验的基本知识、基本操作与基本技能。它与后续的专业实验、专业综合实验构成相关专业完整的实验教学体系。

2009~2011年，我校化学技术实验教学中心承担了重庆市高等教育教学改革研究重点项目“基础化学实验内容改革与实践”，其基本改革思路是坚持“加强基础、培养能力、突出创新、重视应用”的实验教学理念，实验教学内容凸显基础性、应用性，打破了传统的按四大化学各自组成实验的教学模式，重新进行规划设计，组成在化学一级学科水平上的独立的基础化学实验课程体系，针对各工科专业，实施“双模块体系”。公共基础模块——基础化学实验Ⅰ，32学时，凸显基础性，在化学工程与工艺、材料科学与工程、制药工程、生物工程、食品科学与工程、环境工程等不同专业设置内容相同的实验内容，充分考虑各专业化学实验技术的共性要求，突出基本知识、基本操作、基本技能训练在人才培养中的基础性地位；方向应用模块——基础化学实验Ⅱ，48学时，凸显应用性，设置与各专业方向紧密相关的实验项目，不仅增加学生的专业兴趣，而且更强调实验技术在各专业中的应用，适应专业人才培养定位与要求。例如，针对环境工程专业，实验项目以环境分析实验为主，力求体现化学分析与仪器分析技术在环境科学中的应用。

依据课程改革目标和需要，我校化学技术实验教学中心组织相关老师编写了本书。本书结合我校实际情况，精选了81个实验项目，内容涉及基础化学实验基本要求（绪论部分）、基础化学实验基本知识、基本操作、定量化学分析、化合物的制备、物性参数测定、仪器分析七大部分，可以满足不同模块实验教学的需要，可作为高等学校化学化工类、材料类、环境科学类、生命科学类及相关专业的基础化学实验课教材。

本书编写具体分工如下：第一章由傅敏编写；第二章由王崇均、古昌红、吴四维、林兵、高媛、王瑞琪编写；第三章由古昌红、林兵、高媛、王瑞琪、常青、冯永成、单振秀、沈荣编写；第四章由林兵、古昌红、单振秀编写；第五章由高媛、魏星跃、殷菲、罗茜、王星敏、常青编写；第六章由古昌红、李仁炳、卓琳、任建敏编写；第七章由吴四维、邵承斌、古昌红、卓琳编写。

本书是重庆市高等教育教学改革研究重点项目“基础化学实验内容改革与实践”的研究成果之一，本书的出版得到了我校教务处和学院领导的大力支持，在此表示感谢！在编写过程中，编者参考了国内相关实验教材和实验讲义，在此向有关作者致意。

限于编者的学识水平与经验，书中难免存在不完善之处，欢迎专家和读者批评指正，以便今后不断完善。

编 者

2012年5月

目 录

前言

第一章 绪论	1
1.1 基础化学实验的目的和学习方法	1
1.2 实验数据的记录、处理和误差分析	2
1.3 实验数据的表达方法	6
1.4 实验报告的撰写	8
第二章 基础化学实验基本知识	9
2.1 常用玻璃仪器的用途、图例、洗涤和干燥	9
2.2 试剂的取用.....	13
2.3 常用的加热与冷却方法.....	14
2.4 常用的度量仪器的使用及滴定分析的基本操作.....	15
2.5 溶解、蒸发和浓缩.....	21
2.6 结晶和重结晶.....	21
2.7 过滤.....	22
2.8 蒸馏与分馏.....	24
2.9 色谱法.....	25
2.10 常用的分析仪器的原理及操作方法	31
第三章 基本操作	51
3.1 重铬酸钾标准溶液和氨缓冲溶液的配制.....	51
3.2 酸碱标准溶液的标定.....	54
3.3 重结晶及熔点的测定.....	56
3.4 绝对乙醇的制备和沸点的测定.....	61
3.5 减压蒸馏.....	64
3.6 茶叶中咖啡因的提取.....	67
3.7 有机染料废水柱层析分离.....	69
3.8 氨基酸的薄层层析分离.....	72
3.9 果蔬中可溶性固形物含量的测定.....	73
3.10 邻菲罗啉分光光度法测定水中铁的含量	76
第四章 定量化学分析	78
4.1 酸碱滴定法测定混合碱中各组分的含量.....	78
4.2 自来水中总硬度的测定.....	80
4.3 配位滴定法连续测定铅、铋混合溶液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的含量	82
4.4 间接碘量法测定铜盐中铜的含量.....	83
4.5 总糖及还原糖的测定.....	85
4.6 药片中维生素 C 含量的测定	88

4.7	食品中钙含量的测定	89
4.8	可溶性氯化物中氯含量的测定	91
4.9	沉淀重量法测定氯化钡中钡含量	92
4.10	水泥中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 的分析测定	94
4.11	水样中化学需氧量的测定	98
4.12	阳离子交换树脂交换容量的测定	100
4.13	溶解氧的测定	102
4.14	生活污水中氨氮的测定	105
第五章	化合物的制备	108
5.1	硫酸亚铁铵的制备	108
5.2	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备和组成测定	110
5.3	以铝箔、铝制饮料罐为原料制备氢氧化铝	112
5.4	纳米 TiO_2 的合成及光催化降解副品红溶液的研究	114
5.5	乙酰苯胺的合成	116
5.6	正丁醚的制备	118
5.7	环己烯的制备	120
5.8	正溴丁烷合成	122
5.9	乙酸乙酯合成	124
5.10	苯甲酸的合成	125
5.11	肉桂酸的合成	127
5.12	苯乙酮的合成	128
5.13	微波辐射合成对氨基苯磺酸	130
5.14	香豆素-3-羧酸的制备	131
5.15	超声波提取黄连素	133
5.16	乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	134
5.17	扑热息痛的合成	136
5.18	美沙拉秦的合成	137
5.19	安息香及其衍生物二苯乙二酮的合成	139
第六章	物性参数测定	142
6.1	燃烧热的测定	142
6.2	凝固点降低法测定相对分子质量	145
6.3	异丙醇-环己烷双液系相图	148
6.4	甲基红的酸离解平衡常数的测定	151
6.5	络合物组成和稳定常数的测定	153
6.6	化学平衡常数及分配系数的测定	155
6.7	乙酸乙酯皂化化学反应的速率常数及活化能	158
6.8	蔗糖水解反应速率常数的测定	160
6.9	丙酮碘化反应速率常数的测定	163
6.10	电极制备及电池电动势的测定	166
6.11	电导法测定难溶盐溶解度	170

6.12	循环伏安法判断 $K_3Fe(CN)_6$ 电极过程的可逆性	173
6.13	极化曲线的测定及应用	176
6.14	膨润土比面积的测定	179
6.15	溶液表面张力的测定及等温吸附	181
6.16	电导法测定表面活性剂的临界胶束浓度	185
6.17	$Fe(OH)_3$ 胶体的制备及电泳	187
6.18	黏度法测定高聚物的相对分子质量	191
第七章	仪器分析	195
7.1	混合样中乙酸乙酯含量的测定——气相色谱分析	195
7.2	气相色谱中最佳载气流速的测定	196
7.3	气相色谱法测定酚类组分的分析	199
7.4	白酒中甲醇含量的测定 (气相色谱法)	200
7.5	用反相液相色谱法分离芳香烃	202
7.6	电位滴定法测定氯、碘离子浓度及 AgI 和 $AgCl$ 的 K_{sp}	203
7.7	离子选择电极法测定天然水中的 F^-	205
7.8	单扫描极谱法同时测定铅和镉	207
7.9	溶出伏安法测定水中微量铅和镉	210
7.10	火焰原子吸收光谱法测定水中的钙——标准加入法	212
7.11	废水中铅含量的测定	213
7.12	头发中微量元素 Zn 、 Cu 的原子吸收光度法测定	216
7.13	原子荧光光谱法测定砷	218
7.14	原子发射光谱定性和半定量分析	220
7.15	分光光度法测定双组分混合物	222
7.16	可见分光光度法测定水果、蔬菜及药物中的抗坏血酸含量	224
7.17	钼酸铵分光光度法测磷	226
7.18	紫外吸收光谱法同时测定维生素 C 和维生素 E	228
7.19	维生素 B_1 片的鉴定和分析	230
7.20	苯甲酸红外透射光谱的测定	231
参考文献		234
附表 重要理化数据		235

第一章 绪 论

1.1 基础化学实验的目的和学习方法

1.1.1 基础化学实验的目的

化学已由单纯的以实验为基础的学科发展到理论与实验并重的学科，然而对化学及相关学科的探索仍然离不开基本的化学实验技术。基础化学实验的严格训练，使学生掌握化学实验的基本操作、基本技术和基本技能，巩固化学的基本理论和基本知识，初步具备独立进行化学实验的能力。化学实验教学培养学生观察化学现象、认识和理解化学反应事实的能力，使学生具备正确记录实验数据、准确处理实验数据、科学分析实验现象和实验结果的能力，逐步提高学生分析问题、解决问题和独立从事科学研究的能力，培养学生实事求是、严谨求实的科学态度和理论联系实际的工作作风，使学生逐步建立批判性的思维方式和科学的实验研究方法。同时，培养学生团结协作、不断进取的科学精神。

1.1.2 基础化学实验的学习方法

1. 认真预习

认真阅读实验教材的实验内容及相关资料，明确实验目的和要求，理解实验基本原理，熟悉实验内容，掌握实验方法和仪器的使用方法，把握实验关键，知道所用药品和试剂的理化性质及其毒性，切记实验中的注意事项，并按要求写出实验预习报告。预习报告应包括实验目的、实验原理、简要的实验步骤与操作、必要的化学反应式、实验数据的记录表格等，预习报告要简明扼要，切忌照抄书本。

2. 实验操作

在实验过程中，严格按照实验步骤认真进行操作，认真仔细地观察实验中的现象，如实记录实验现象、数据（包括一些环境条件数据，如实验室温度、大气压等）。实验数据的记录必须规范清晰。当实验现象出现异常时，要认真检查其原因，可在教师指导下，重做或补做某些实验，以得出正确结论。同时，按要求处理好实验过程中产生的废液。

3. 实验报告

撰写实验报告是基础化学实验课程的基本训练内容之一，它将使学生在实验数据处理、作图、误差分析、问题分析与归纳等方面得到训练和提高。实验报告是概括和总结实验过程的文献性质资料。

根据不同的实验内容，可以选用不同的实验报告格式，实验报告的书写要求字迹清楚、整洁，作图和数据处理规范。实验报告的内容一般包括实验目的、实验原理、实验步骤、实验记录、实验结果、问题和讨论等。实验报告应由学生独立完成，并及时交指导老师审阅。

1.2 实验数据的记录、处理和误差分析

1.2.1 实验数据的记录

记录实验数据和现象必须诚实、准确、实事求是，不能随意涂抹数据。若在实验中发现数据错误而需改动，则可将该数据用一横线划去，再将正确数据清晰地写在其上方或旁边，切勿乱涂乱画。实验数据记录包括实验名称、日期、实验条件（如室温、大气压力等）、仪器型号、试剂名称与级别、溶液的浓度以及直接测量的数据（包括数据的符号和单位）。

记录实验数据时，保留几位有效数字应和所用仪器的准确程度相适应，一般应估计到仪器最小刻度（精度）的后一位。例如，用 1/10000 分析天平称量时，数据应记录至 0.0001g，滴定管和移液管的读数应记录至 0.01mL。例如，用分析天平称得某试样的质量为 0.6720g，这个数据表明该称量 0.672g 是准确的，最后一位数字“0”是估计值，可能有 0.0001 的误差。若将此称量结果记录为 0.672g，则表明该称量 0.67 是准确的，最后一位数字“2”是估计值，可能有正负 0.001 的误差。

实验记录上的每一个数据都是测量结果，重复观测时，即使数据完全相同，也应记录下来。记录时，对文字记录应简明扼要；对数据记录应尽可能采用表格形式。实验过程中涉及的各种仪器的型号和标准溶液浓度等，应及时、准确地记录下来。

1.2.2 有效数字及其运算规则

科学实验要得到准确的结果，不仅要求正确地选用实验方法和实验仪器测定各种量的数值，而且要求正确地记录和运算。实验所获得的数值，不仅表示某个量的大小，还应反映测量这个量的准确程度。一般地，任何一种仪器标尺读数的最低一位，应该用内插法估计到两刻度线之间间距的 1/10。因此，实验中各种量应采用几位数字，运算结果应保留几位数字都是很严格的，不能随意增减和书写。实验数值表示的正确与否，直接关系到实验的最终结果以及它们是否合理。

1. 有效数字

在不表示测量准确度的情况下，表示某一测量值所需要的最少位数的数目字即称为有效数字。有效数字也就是实验中实际能够测出的数字，其中包括若干个准确的数字和一个（只能是最后一个）不准确的数字。

有效数字的位数取决于测量仪器的精确程度。例如，用最小刻度为 1mL 的量筒测量溶液的体积为 10.5mL，其中 10 是准确的，0.5 是估计的，有效数字是 3 位。如果要用精度为 0.1mL 的滴定管来量度同一液体，读数可能是 10.52mL，其有效数字为 4 位，小数点后第二位 0.02 才是估计值。

有效数字的位数还反映了测量的误差，若某铜片在分析天平上称量得 0.5000g，表示该铜片的实际质量在 (0.5000 ± 0.0001) g 范围内，测量的相对误差为 0.02%，若记为 0.500g，则表示该铜片的实际质量在 (0.500 ± 0.001) g 范围内，测量的相对误差为 0.2%。准确度比前者低了一个数量级。

有效数字的位数是整数部分位数和小数部分位数的组合，可以通过表 1.2.1 说明。

表 1.2.1 有效数字的位数

数字	0.0032	81.32	4.025	5.000	6.00%	7.35×10^{25}	5000
有效数字位数	2 位	4 位	4 位	4 位	3 位	3 位	不确定

从上面几个数中可以看到,“0”在数字中可以是有效数字,也可以不是。当“0”在数字中间或有小数的数字之后时都是有效的数字,如果“0”在数字的前面,则只起定位作用,不是有效数字。但像 5000 这样的数字,有效数字位数不好确定,应根据实际测定的精确程度来表示,可写成 5×10^3 , 5.0×10^3 , 5.00×10^3 等。

对于 pH、lgK 等对数值的有效数字位数仅由小数点后的位数确定,整数部分只说明这个数的方次,只起定位作用,不是有效数字,如 $\text{pH}=3.48$,有效数字是 2 位而不是 3 位。

2. 有效数字的运算规则

在计算一些有效数字位数不相同的数时,按有效数字运算规则计算。

1) 加减运算

加减运算结果的有效数字的位数,应以运算数字中小数点后有效数字位数最少者决定。计算时可先不管有效数字,直接进行加减运算,运算结果再按数字中小数点后有效数字位数最少的作四舍五入处理,例如 0.7643, 25.42, 2.356 三数相加,则 $0.7643 + 25.42 + 2.356 = 28.5403$,结果应为 28.54。

也可以先按四舍五入的原则,以小数点后面有效数字位数最少的为标准处理各数据,使小数点后有效数字位数相同,然后再计算,如上例为 $0.76 + 25.42 + 2.36 = 28.54$ 。

因为在 25.42 中精确度只到小数点后第二位,即在 25.42 ± 0.01 ,其余的数再精确到第三位,四位就无意义了。

2) 乘除运算

几个数相乘或相除时所得结果的有效数字位数应与各数中有效数字位数最少者相同,例如,0.98 与 1.644 相乘结果为:1.61112,应保留两位有效数字,故得数应为 1.6。计算时可以先四舍五入后计算,但在几个数连乘或连除运算中,在取舍时应保留比最少位数多一位数字的数来运算,如 0.98、1.644、46.4 三个数字连乘应为 $0.98 \times 1.64 \times 46.4 = 74.57$,结果为 75。

先算后取舍为 $0.98 \times 1.644 \times 46.4 = 74.76$,结果为 75。

两者结果一致,若只取最少位数的数相乘则为 $0.98 \times 1.6 \times 46 = 72.13$,结果应为 72。

这样,计算结果误差扩大了。当然,如果在连乘、连除的数中被取或舍的数离“5”较远,或有的数取,有的数舍,也可取最少位数的有效数字简化后再运算。例如, $0.121 \times 23.64 \times 1.0578 = 3.0257734$,结果为 3.03。

若简化后再运算 $0.121 \times 23.6 \times 1.06 = 2.86 \times 1.06 = 3.03$ 。

3) 对数运算

在进行对数运算时,所取对数位数应与真数的有效数字位数相同。例如, $\lg 1.35 \times 10^5 = 5.13$ 。

1.2.3 实验数据的处理和误差分析

测量就是用实验的方法,将被测物理量与所选用作为标准的同类量进行比较,从而确定它的大小。

1. 真值与平均值

真值是待测物理量客观存在的确定值,也称为理论值或定义值。通常,真值是无法测得的。若在实验中,测量的次数无限多时,根据误差的分布定律,正负误差出现的概率相等。再经过细致地消除系统误差,将测量值加以平均,可以获得非常接近于真值的数值。但是,实际上实验测量的次数总是有限的,用有限测量值求得的平均值只能近似真值,常用的平均值有下列几种:

(1) 算术平均值:是最常见的一种平均值。

设 $x_1, x_2, \dots, x_n$ 为各次测量值, n 代表测量次数,则算术平均值为

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \dots + x_n}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (1.2.1)$$

(2) 几何平均值:是将一组 n 个测量值连乘并开 n 次方求得的平均值。即

$$\bar{x}_n = \sqrt[n]{x_1 \cdot x_2 \cdot \dots \cdot x_n} \quad (1.2.2)$$

(3) 均方根平均值:

$$\bar{x}_{\text{均}} = \sqrt{\frac{x_1^2 + x_2^2 + \dots + x_n^2}{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n x_i^2}{n}} \quad (1.2.3)$$

(4) 对数平均值:在化学反应、热量和质量传递中,其分布曲线多具有对数的特性,在这种情况下表征平均值常用对数平均值。

设两个量 x_1, x_2 , 其对数平均值为

$$\bar{x}_{\text{对}} = \frac{x_1 - x_2}{\ln x_1 - \ln x_2} = \frac{x_1 - x_2}{\ln \frac{x_1}{x_2}} \quad (1.2.4)$$

应指出,变量的对数平均值总小于算术平均值。当 $x_1/x_2 \leq 2$ 时,可以用算术平均值代替对数平均值。

当 $x_1/x_2 = 2$, $\bar{x}_{\text{对}} = 1.44$, $\bar{x} = 1.50$, $|(\bar{x}_{\text{对}} - \bar{x})|/\bar{x}_{\text{对}} = 4.2\%$, 即 $x_1/x_2 \leq 2$, 引起的误差不超过 4.2% 。

以上介绍各平均值的目的是要从一组测定值中找出最接近真值的那个值。在化工实验和科学研究中,数据的分布较多属于正态分布,所以通常采用算术平均值。

2. 误差的分类

根据误差的性质和产生的原因,一般分为三类:

(1) 系统误差:系统误差是指在测量和实验中由未发觉或未确认的因素所引起的误差,而这些因素的影响结果永远朝一个方向偏移,其大小及符号在同一组实验测定中完全相同,当实验条件一经确定,系统误差就获得一个客观上的恒定值。当改变实验条件时,就能发现系统误差的变化规律。系统误差产生的原因为测量仪器不良,如刻度不准、仪表零点未校正或标准表本身存在偏差等;周围环境的改变,如温度、压力、湿度等偏离校准值;实验人员的习惯和偏向,如读数偏高或偏低等。针对仪器的缺点、外界条件变化影响的大小、个人的偏向,待分别加以校正后,系统误差是可以清除的。

(2) 偶然误差:在已消除系统误差的一切量值的观测中,所测数据仍在末一位或末两位数字上有差别,而且它们的绝对值和符号的变化时大时小、时正时负,没有确定的规律,这类误差称为偶然误差或随机误差。偶然误差产生的原因不明,因而无法控制和补偿。但是,倘若对

某一量值作足够多次的等精度测量后,就会发现偶然误差完全服从统计规律,误差的大小或正负的出现完全由概率决定。因此,随着测量次数的增加,偶然误差的算术平均值趋近于零,所以多次测量结果的算术平均值将更接近于真值。

(3) 过失误差:过失误差是一种显然与事实不符的误差,它往往是由实验人员粗心大意、过度疲劳和操作不正确等原因引起的。此类误差无规则可寻,只要加强责任感、多方警惕、细心操作,过失误差是可以避免的。

3. 精密度、准确度和精度

反映测量结果与真值接近程度的量称为精度(也称精确度)。它与误差大小相对应,测量的精度越高,其测量误差就越小。它反映测量中所有系统误差和偶然误差综合的影响程度。“精度”应包括精密度和准确度两层含义。

(1) 精密度:精密度是指测量中所测得数值重现性的程度。它反映偶然误差的影响程度,精密度高表示偶然误差小。精密度的大小可用偏差、平均偏差、相对平均偏差、标准偏差和相对标准偏差表示。重复性与再现性是精密度的常见别名。

偏差: $d = x_i - \bar{x}$

平均偏差: $\bar{d} = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|}{n}$

相对平均偏差: $\frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{\sum_{i=1}^n (|x_i - \bar{x}|)/n}{\bar{x}} \times 100\%$

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

相对标准偏差(变异系数): $RSD = \frac{S}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}}{\bar{x}} \times 100\%$

实际工作中多用 RSD 表示分析结果的精密度。

(2) 准确度:准确度是指测量值与真值的偏移程度。它反映系统误差的影响精度,准确度高就表示系统误差小。

在一组测量中,精密度高的准确度不一定高,准确度高的精密度也不一定高,但精度高,则精密度和准确度都高。

4. 误差的表示方法

(1) 绝对误差(E):测量值 x 和真值 T 之差为绝对误差,通常称为误差。记为

$$E = x - T \quad (1.2.5)$$

(2) 相对误差(E_r):衡量某一测量值的准确程度,一般用相对误差来表示。绝对误差 E 与被测量的真值 T 的百分比值称为实际相对误差。记为

$$E_r = \frac{E}{T} \times 100\% \quad (1.2.6)$$

5. 可疑数据的取舍

一组平行数据,若某个数据与平均值的差值较大,可以视为可疑数值,在确定该值不是由于过失造成的情况下,则需利用统计学方法进行检验后确定取舍。 Q 检验法是迪克森(W. J. Dixon)在 1951 年针对少量观测次数 ($3 \leq n \leq 10$) 提出的一种简易判据式。检验时将数据从小到大依次排列: $x_1, x_2, x_3, \dots, x_{n-1}, x_n$, 然后将极端值代入式 (1.2.7) 求出 Q 值,将 Q 值对照表 1.2.2 的 $Q_{0.90}$, 若 $Q \geq Q_{0.90}$ 则舍去可疑值,否则应予以保留。

$$Q = \frac{x_{\text{可疑}} - x_{\text{邻}}}{x_{\text{max}} - x_{\text{min}}} > k \quad (1.2.7)$$

表 1.2.2 不同置信度下舍去可疑数据的 Q 值

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:对某铜矿石中铜的质量分数所做的 10 次测定,结果如下: 15.42%, 15.51%, 15.52%, 15.52%, 15.53%, 15.53%, 15.54%, 15.56%, 15.56%, 15.58%。试用 Q 检验法判断是否有可疑值需舍弃?

解:将 10 个测定数据按由小到大排列为 15.42%, 15.51%, 15.52%, 15.52%, 15.53%, 15.53%, 15.54%, 15.56%, 15.56%, 15.58%。

(1) 首先考虑最小值 15.42% 是否应舍去。

当 $n=10$ 时,查表 1.2.2 得 $Q_{0.90}, 10$ (表) = 0.41,

$$Q = \frac{|x_{\text{疑}} - x_{\text{邻}}|}{x_{\text{最大}} - x_{\text{最小}}} = \frac{|15.42 - 15.51|}{15.68 - 15.42} = 0.35,$$

$Q = 0.35 < Q_{0.90}, 10$ (表) = 0.41, 故 15.42% 应予保留。

(2) 再考虑最大值 15.68% 是否应舍去。

当 $n=10$ 时,查表 1.2.2 得 $Q_{0.90}, 10$ (表) = 0.41,

$$Q = \frac{|x_{\text{疑}} - x_{\text{邻}}|}{x_{\text{最大}} - x_{\text{最小}}} = \frac{|15.68 - 15.56|}{15.68 - 15.42} = 0.46,$$

$Q = 0.46 > Q_{0.90}, 10$ (表) = 0.41, 故 15.68% 应舍去。

1.3 实验数据的表达方法

1.3.1 列表法

将实验数据按自变量与因变量的对应关系而列出数据表格形式即为列表法,列表法具有制

表容易、简单、紧凑、数据便于比较的优点。作表时要注意以下几个问题：

(1) 变量可根据其内涵安排在列首(表格顶端)或行首(表格左侧),称为“表头”,应包括变量名称及量的单位。凡有国际通用代号或为大多数读者熟知的,应尽量采用代号,以使表头简洁醒目,但切勿将量的名称和单位的代号相混淆。

(2) 表中同一列数据的小数点对齐,数据按自变量递增或递减的次序排列,以便显示出变化规律。如果表列值是特大或特小的数时,可用科学表示法表示。若各数据的数量级相同时,为简便起见,可将 10 的指数写在表头中量的名称旁边或单位旁边。

1.3.2 作图法

作图法是在坐标纸上用图线表示物理量之间的关系,揭示物理量之间的联系的方法。作图法具有简明、形象、直观、便于比较研究实验结果等优点,是最常用的一种数据处理方法。

作图法的基本规则如下:

(1) 根据函数关系选择适当的坐标纸(如直角坐标纸、单对数坐标纸、双对数坐标纸、极坐标纸等)和比例,画出坐标轴,标明物理量符号、单位和刻度值,并写明测试条件。

(2) 坐标的原点不一定是变量的零点,可根据测试范围加以选择。坐标分格最好使最低数字的一个单位可靠数与坐标最小分度相当。纵横坐标比例要恰当,以使图线居中。

(3) 描点和连线。根据测量数据,用直尺和笔尖使其函数对应的实验点准确地落在相应的位置。一张图纸上画上几条实验曲线时,每条图线应用不同的标记如“+”、“×”、“·”、“Δ”等符号标出,以免混淆。连线时,要顾及数据点,使曲线呈光滑曲线(含直线),并使数据点均匀分布在曲线(直线)的两侧,且尽量贴近曲线。个别偏离过大的点要重新审核,属过失误差的应剔除。

(4) 标明图名,即做好实验图线后,应在图纸下方或空白的明显位置处,写上图的名称、作者和作图日期,有时还要附上简单的说明,如实验条件等,使读者一目了然。作图时,一般将纵轴代表的物理量写在前面,横轴代表的物理量写在后面,中间用“~”连接。

(5) 将图纸贴在实验报告的适当位置,便于教师批阅实验报告。

1.3.3 数学方程表示法

除了用表格和图形描述变量的关系外,常常需要将实验数据或计算结果用数学方程或经验公式的形式表示出来。数学方程表示法是对数据进行回归分析,以数学方程式描述变量之间关系的方法。自变量与因变量之间如果成直线关系,或是经过适当变换后,使之呈现直线关系,可以用一元线性回归分析,常采用平均值法和最小二乘法完成。在实验报告或论文中,往往还需算出相关系数 r ,以说明变量之间的相关程度。检验回归线有无意义,主要靠专业知识,但在数学上,可以通过相关系数的显著性水平加以确定。相关系数 r 达到显著性的值与观测次数 n 有关,其具体数值可以从有关参考文献中相关系数检验表中查得。注意, $|r|=0$ 时,表明 x 与 y 毫无线性关系,但并不否定 x 与 y 之间可能存在其他的非线性关系。

要注意利用计算机技术对化学实验数据和信息进行分析处理,例如,大家熟悉的 Microsoft Excel、Origin 等系列软件就可以根据一套原始数据,在数据库、公式、函数、图表之间进行数据传递、链接和编辑等操作,从而对原始数据进行汇总列表、数据处理、统计计算、绘制图表、回归分析及验证等。

1.4 实验报告的撰写

学生在实验结束后要撰写实验报告,要根据实验记录,对实验现象作出解释,并写出有关反应式,或根据实验数据进行处理和计算,注意分析讨论出现的问题,并作出结论。

一个完整的实验报告应当包括以下主要内容:

(1) 实验名称:实验名称应当明确地表示所做实验的基本意图,要让阅读报告的人一目了然。

(2) 实验目的:实验目的是对实验意图的进一步说明,即阐述该实验在科研或生产中的意义与作用。对于设计性实验,应指出该项实验的预期设计目标或预期的结果。

(3) 实验原理:实验原理是具有普遍意义的基本规律,是实验方法的理论根据或实验设计的指导思想。只有明确实验的原理,才能真正掌握实验的关键、操作的要点。

(4) 实验试剂与仪器:实验所需的主要仪器、设备、工具、试剂等。

(5) 实验步骤:即实验操作顺序,可以用简图、表格、反应式等表示,不必千篇一律。如果画出实验流程图或实验装置的图,再配以相应的文字说明,这样既能节省许多文字说明,又能使实验报告简明扼要、清楚明白。

(6) 注意事项:关于实验操作规范要求及操作禁忌和技巧。

(7) 实验结果:包括实验现象的描述、实验数据和处理结果等,是实验报告的重点内容。实验数据主要指实验过程中直接测量到的读数,处理结果是指用实验数据经过一定的运算所得的结果。

对于实验结果的表述,一般有三种方法:

①文字叙述:根据实验目的将原始资料系统化、条理化,用准确的专业术语客观地描述实验现象和结果,要有时间顺序以及各项指标在时间上的关系。

②图表:用表格或坐标图的方式使实验结果突出、清晰,便于相互比较,尤其适合于分组较多,且各组观察指标一致的实验,使组间异同一目了然。每一图表应有表目和计量单位,应说明一定的中心问题。

③曲线图:用计算机软件制作的或实验仪器记录仪显示的反映指标变化的趋势图。

在实验报告中,可任选其中一种方法或几种方法并用,以获得最佳效果。

(8) 实验分析:就是根据实验条件等因素分析产生这一结果的原因,对实验结果的可靠性和合理性进行评价,并解释观察到的实验现象。

(9) 问题讨论:针对实验中遇到的疑难问题,提出自己的见解,也可以对实验方法、技术路线等提出改进意见。

第二章 基础化学实验基本知识

2.1 常用玻璃仪器的用途、图例、洗涤和干燥

2.1.1 常用玻璃仪器的用途及使用注意事项 (表 2.1.1)

表 2.1.1 常用玻璃仪器的用途及使用注意事项

名称	主要用途	使用注意事项
烧杯	配制溶液、溶解样品等	加热时应置于石棉网上,使其受热均匀,一般不可烧干
锥形瓶	加热处理试样和容量分析滴定	除以上相同的要求外,磨口锥形瓶加热时要打开瓶塞,非标准磨口要保持原配瓶塞
碘量瓶	碘量法或其他生成挥发性物质的定量分析	同“锥形瓶”
圆(平)底烧瓶	加热及蒸馏液体	一般避免直火加热,隔石棉网或各种加热浴加热
圆底蒸馏烧瓶	蒸馏;也可作少量气体发生反应器	同“圆(平)底烧瓶”
凯氏烧瓶	消解有机物质	置石棉网上加热,瓶口方向勿对向自己及他人
洗瓶	装蒸馏水(或去离子水)洗涤仪器或装洗涤液洗涤沉淀	使用时尖嘴不要碰到被淋洗仪器的器壁
量筒、量杯	粗略地量取一定体积的液体	不能加热,不能在其中配制溶液,不能在烘箱中烘烤,操作时要沿壁加入或倒出溶液
容量瓶	配制准确体积的标准溶液或被测溶液	非标准的磨口塞要保持原配;漏水的不能用;不能在烘箱内烘烤,不能用直火加热
滴定管	容量分析滴定操作	活塞要原配;漏水的不能使用;不能加热;碱式滴定管不能长期存放碱液,不能放与橡皮作用的滴定液
移液管	准确地移取一定量的液体	不能加热;上端和尖端不可磕破
吸量管	准确地移取各种不同量的液体	同“移液瓶”
称量瓶	主要用于准确称量一定质量范围的样品、试剂,或对易吸水、易氧化、易与 CO_2 反应的样品称量	不可盖紧磨口塞烘烤,磨口塞要原配
试剂瓶: 细口瓶、广口瓶、棕色瓶	细口瓶用于存放液体试剂;广口瓶用于装固体试剂;棕色瓶用于存放见光易分解的试剂	不能加热;不能在瓶内配制在操作过程放出大量热量的溶液;磨口塞要保持原配;放碱液的瓶子应使用橡皮塞,以免日久打不开
滴瓶	装需滴加的试剂	同“试剂瓶”
漏斗	长颈漏斗用于定量分析,过滤沉淀;短颈漏斗用于一般过滤	漏斗不能直火加热
分液漏斗: 滴液漏斗、球形漏斗、梨形漏斗、筒形漏斗	分开两种互不相溶的液体;用于萃取分离和富集(多用梨形漏斗);制备反应中加液体(多用球形及滴液漏斗)	磨口旋塞必须原配,漏水的漏斗不能使用