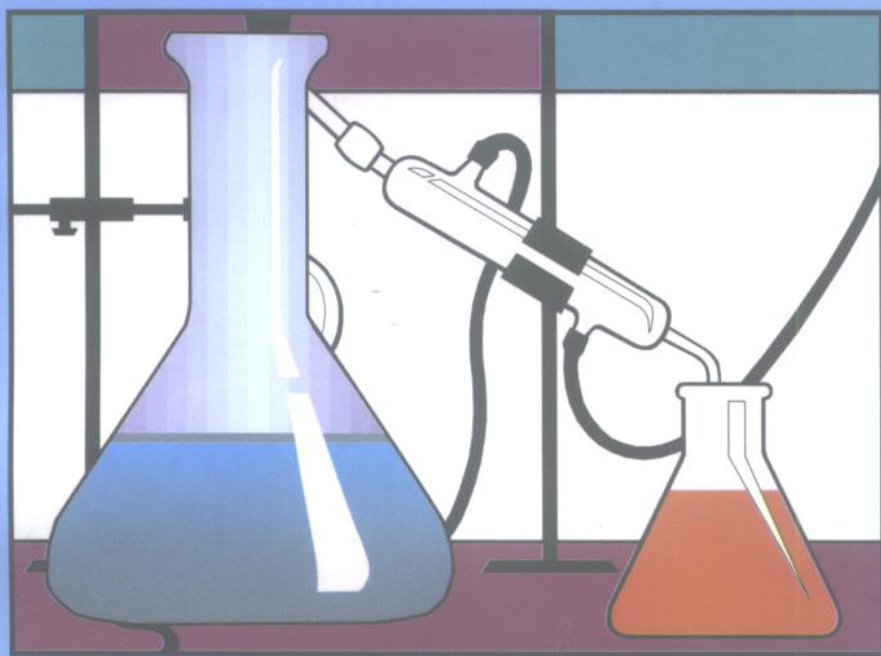




无机及分析化学实验

徐甲强 孙淑香 主编



海洋出版社



061-45

X76

444662

无机及分析化学实验

徐甲强 孙淑香 主 编

海洋出版社

1999年·北京

无机及分析化学实验

内 容 提 要

本书全面系统地介绍了化学实验的基本知识、操作、技能以及常用仪器和数据。全书共编入 59 个实验,涉及基本操作与技能、性质与常数测定、性质验证、分析化学、专题实验、制备实验和综合性、设计性实验等七个方面的内容,增加了微型化学实验、系列化实验,综合性、设计性实验的比例。

本书是集新颖性、实用性、多科性和综合性为一体的化学实验教科书,可作为理工和农医院校各专业、各层次无机化学、普通化学和分析化学课程的实验教材,特别适于为各类成人教育专业组织实验教学。本书可作为师范、地矿等专业有关师生进行实验教学的参考书,对于有志于更新实验内容、进行化学实验改革的院校,是一本不可多得的合适教材。

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验/徐甲强,孙淑香主编. —北京:海洋出版社,1999.7

ISBN 7-5027-4775-3

I. 无… II. ①徐… ②孙… III. ①无机化学—化学实验—高等学校—教材 ②分析化学—化学实验—高等学校—教材 IV. 061

中国版本图书馆 CIP 数据核字(1999)第 28601 号

责任编辑:齐海峰

责任校对:俞丽华

责任印制:严国晋

DY12/23

无机及分析化学实验

徐甲强 孙淑香 主编

海洋出版社 出版发行

(100081 北京市海淀区大慧寺路 8 号)

北京海洋印刷厂印刷 新华书店发行所经销

1999 年 7 月第 1 版 1999 年 7 月北京第 1 次印刷

开本:787×1092 1/16 印张:13

字数:288 千字 印数:1~3500 册

定价:16.00 元

海洋版图书印、装错误可随时退换

《无机及分析化学实验》

编委会

主 编	徐甲强	孙淑香		
副主编	于水军	闫国进	李爱琴	陈金身
编 委	于水军	冯孝中	孙淑香	李爱琴
	闫国进	陈金身	刘秉涛	张如意
	徐三魁	徐甲强		

(以姓氏笔划为序)

编写说明

《无机及分析化学实验》一书根据高等工业院校无机化学、分析化学、普通化学教学大纲的基本要求,结合郑州轻工业学院、焦作工学院、郑州工业高等专科学校、郑州牧业工程高等专科学校、河南化工学校的实验讲义,经学生多年使用后,改编扩充而成。

本书在编写过程中注意了以下几个方面:

1. 增加了反映化学实验改革大方向的微型化学实验、综合型、设计型实验的比例,体现了教材的时代性。微型化学实验不但可以培养学生严谨、整洁的科学实验作风,而且可以节约试剂,减少污染,缩短反应时间,增大实验信息量,增强操作安全性,有利于激发学生的实验热情。综合性、设计性实验可以培养学生综合利用所学知识,独立分析、设计、验证、完成实验的能力,有利于提高学生的实验技能,并突出个性的发展。

2. 全书采用法定计量单位,注意引入教学和科研的最新成果,采用新颖及比较先进的实验仪器,体现了教材的先进性。

3. 考虑到基础化学教研室无机化学、普通化学、分析化学、无机及分析化学实验内容的相容性及互补性,以及实验室趋于合并改革的形势,统一了三门课程的基础实验,增设了专题实验。选材丰富,难易结合,可满足不同课程、不同专业、不同层次学生的实验教学要求,能适应中级无机实验、开放性实验的开设,体现了教材的综合性和灵活性。

4. 在全书内容安排上,按实验常识、基本操作、常用仪器、实验及附表等单元来编写;实验按基本操作实验、常数的测定实验、验证性质实验、分析化学实验、专题实验、无机制备实验及综合性、设计性实验分为七类。体现了教材的系统性和实验的特色,便于学生自学及教师组织教学。

5. 重视实践环节对课堂理论教学的理解强化作用,以及通过实验获取知识,培养能力。如科学的实验态度、严谨的实验作风、实验现象的观察能力、实验数据的处理能力、实验结果的分析、归纳、概括能力。在实验内容选材上,注意加强基本操作的训练,增加了实用性强,操作水平高的专题实验和综合性、设计性实验,有利于培养学生的学习兴趣和初步的科研能力。

本书由郑州轻工业学院、焦作工学院、华北水利水电学院、郑州工业高等专科学校、郑州牧业工程高等专科学校及河南省化工学校等六校合作编写。徐甲强、孙淑香任主编,于水军、闫国进、李爱琴、陈金身任副主编。全书由张鸿云教授主审,周宁怀及赵梦月教授审阅了部分内容。全书由徐甲强、闫国进统稿。

本书第一部分由徐甲强、徐三魁编写。第二部分一至四由孙淑香编写,五至十一由陈金身编写。第三部分由徐三魁编写。实验一至六由孙淑香编写;实验七至十六由闫国进编写;实验十七、二十一至二十四由于水军编写;实验十八、十九、四十九、五十五、五十六、五十八由徐甲强编写;实验二十由刘秉涛编写;实验二十五至三十五由李爱琴编写;实验三十六至四十四由冯孝中编写;实验四十五至四十八、五十由徐三魁编写;实验五十一至五十四由张

如义编写;实验五十七、五十九由陈金身编写。附表一至八由李爱琴整理;九至十四由陈金身整理;十五至十六及主要参考资料由徐甲强整理。

承蒙张鸿云、周宁怀及赵梦月教授审稿,并提出许多宝贵意见,谨此表示衷心的感谢。在本书的编写过程中得到了教研室内外许多同志的关心、支持与帮助,安春仙、秦建华、谷书华等同志预做了实验,并提出了改进意见,对此作者特致谢意。

限于作者水平,书中不妥甚至错误之处,希望使用本书的教师和同学给予批评指正,以便改进我们的工作。

编 者
1999年4月

目 次

第一部分 化学实验常识	(1)
一、如何做好化学实验	(1)
二、实验室安全知识	(2)
三、误差与有效数字	(4)
四、实验结果的表述	(7)
五、化学实验常用器材介绍	(8)
六、微型化学实验及微型实验仪器简介	(10)
第二部分 化学实验中的基本操作	(12)
一、玻璃器皿的洗涤与干燥	(12)
二、试剂的存放、取用和溶液的配制	(13)
三、加热	(14)
四、称量	(17)
五、液体体积的量度	(17)
六、气体的发生、净化、干燥与收集	(20)
七、溶解、蒸发、结晶与固液分离	(21)
八、干燥器的使用	(23)
九、试纸的使用	(24)
十、试管的使用	(24)
十一、蒸馏	(26)
第三部分 化学实验的常用仪器	(27)
一、酸度计	(27)
二、电导率仪	(31)
三、分光光度计	(33)
第四部分 实验	(36)
一、基本操作实验	(36)
实验一 煤气灯、酒精喷灯的使用和玻璃管的加工	(36)
实验二 电光分析天平的使用	(40)
实验三 滴定分析仪器的使用	(43)
实验四 氯化钠的提纯	(45)
实验五 去离子水的制备与检测	(46)
实验六 缓冲溶液的配制与性能	(49)
二、常数的测定实验	(51)
实验七 摩尔气体常数的测定	(51)
实验八 化学反应焓变的测定	(54)

实验九 反应速率常数的测定(二级反应)·····	(56)
实验十 化学平衡常数的测定·····	(58)
实验十一 pH 计法测定醋酸的电离常数·····	(61)
实验十二 电导率仪法测定醋酸的电离常数·····	(62)
实验十三 电导率仪(或酸度计)法测定醋酸电离常数的微型化学实验·····	(64)
实验十四 离子交换法测定 CaSO_4 的溶度积常数·····	(65)
实验十五 电导率法测定 BaSO_4 的溶度积常数·····	(67)
实验十六 光度法测定碘基水杨酸铜配合物的组成和稳定常数·····	(69)
三、验证性质的实验·····	(73)
实验十七 温度对反应速率的影响·····	(73)
实验十八 电解质溶液(微型实验)·····	(75)
实验十九 氧化还原反应与电化学(微型实验)·····	(78)
实验二十 配位化合物与副族元素(微型实验)·····	(81)
实验二十一 p 区非金属元素及其化合物的性质·····	(87)
实验二十二 s 区、 p 区金属元素重要化合物的性质·····	(91)
实验二十三 d 区元素重要化合物的性质·····	(93)
实验二十四 ds 区元素重要化合物的性质·····	(101)
四、分析化学实验·····	(105)
实验二十五 酸碱溶液的配制和比较滴定·····	(105)
实验二十六 酸碱溶液浓度的标定·····	(106)
实验二十七 氢氧化钠和醋酸溶液浓度的测定·····	(107)
实验二十八 混合碱中碳酸钠和碳酸氢钠含量的测定·····	(108)
实验二十九 EDTA 标准溶液的配制与标定·····	(109)
实验三十 水中总硬度的测定·····	(110)
实验三十一 高锰酸钾溶液的配制与标定·····	(112)
实验三十二 过氧化氢含量的测定·····	(113)
实验三十三 碘和硫代硫酸钠溶液的配制与标定·····	(114)
实验三十四 氯化钡中钡含量的测定·····	(116)
实验三十五 铁的比色测定·····	(118)
五、专题实验·····	(119)
实验三十六 钢铁零件氧化发蓝处理·····	(119)
实验三十七 金属铝的阳极氧化·····	(121)
实验三十八 钢铁中锰含量的测定·····	(123)
实验三十九 水中溶解氧的测定·····	(125)
实验四十 水中可溶性氯化物的测定·····	(126)
实验四十一 铁氧体法处理含铬废水·····	(127)
实验四十二 塑料的光亮电镀·····	(131)
实验四十三 活性炭的吸附作用·····	(133)
实验四十四 聚乙烯醇缩甲醛胶粘剂的合成·····	(135)

六、无机制备实验	(141)
实验四十五 硫酸亚铁铵的制备	(141)
实验四十六 由废铜渣制备硫酸铜	(143)
实验四十七 四氯化锡的制备(微型实验)	(144)
实验四十八 从废定影液中回收银	(146)
实验四十九 室温固相反应法合成硫化镉半导体材料(微型实验)	(147)
实验五十 由镍阳极泥制硫酸镍	(149)
七、综合性、设计性实验	(151)
实验五十一 常见阴离子的鉴定与分离	(151)
实验五十二 常见阴离子的未知液分析	(154)
实验五十三 常见阳离子的鉴定与分离	(158)
实验五十四 常见阳离子的未知液分析	(166)
实验五十五 用离子交换法从海带中提取碘(微型实验)	(171)
实验五十六 水热水解法制备氧化铁纳米材料(微型实验)	(173)
实验五十七 碱式碳酸铜的制备	(175)
实验五十八 系列铁氧化物的合成	(176)
实验五十九 棕刚玉的全分析	(177)
附表	(184)
一、常用酸碱溶液的浓度(15℃)	(184)
二、干燥剂	(184)
三、弱电解质的电离常数(25℃)	(185)
四、无机恶臭物质在空气中的嗅阈值	(185)
五、不同温度下水的饱和蒸汽压	(186)
六、一些难溶电解质的溶度积常数	(187)
七、标准电极电位	(188)
八、一些配离子的稳定常数与不稳定常数	(189)
九、基准试剂的干燥条件	(190)
十、酸碱指示剂	(190)
十一、常用缓冲溶液的 pH 范围	(191)
十二、冷却剂	(191)
十三、实验室中某些试剂的配制	(192)
十四、金属氢氧化物沉淀的 pH 值	(194)
十五、常见离子鉴定方法汇总表	(195)
十六、国际原子量表	(196)
主要参考资料	(198)

第一部分 化学实验常识

一、如何做好化学实验

大学化学实验是学生进入大学后的第一门实践性课程,其目的和任务不仅是验证理论和知识,更重要的是通过实验教学对学生进行科学研究的基本训练,使学生掌握科学实验的方法和技能,具有观察、认识和理解化学实验现象的能力以及分析、判断、推理、归纳总结的能力,逐步掌握独立工作、独立分析问题和解决问题的方法。通过本课程的学习,培养学生严谨的科学态度和良好的工作习惯。要达到上述目的必须注意下面的三个环节。

(一) 预习

预习是实验课前必须完成的准备工作,是做好实验的前提。通过预习应达到下列要求:

1. 认真阅读实验教材与教科书中的有关内容,明确本次实验的目的及全部内容。
2. 了解实验操作方法及实验中的注意事项。
3. 按教材规定设计实验方案,并准备好思考题的书面解答,以备指导教师提问。
4. 写出预习报告,尽量做到依据预习报告进行实验。实验前预习报告要交指导教师检查。实验结束后,预习报告要交指导教师签字。

(二) 实验

实验是培养学生独立科研工作和思维能力的重要环节。在进行化学实验时应做到:

1. 实验过程中严格遵守安全规则,始终保持环境肃静、整洁。
2. 按操作规程使用仪器设备,仔细观察并如实记录实验现象。
3. 如遇反常现象,应仔细查找原因,并在教师指导下重做或补充进行某些实验。
4. 实验结束后要做好清扫工作,摆好仪器、药品,关闭水、电、煤气,经指导教师检查后方可离开实验室。

(三) 实验报告

实验报告是每次实验的总结,每次实验后都必须写出实验报告,交指导教师批改。实验报告一般包括下列内容:

1. 实验目的。
2. 实验原理。简述实验原理,写出主要的计算公式或反应方程式。
3. 实验步骤。尽量采用表格、框图、符号等形式简明、清晰地表示。
4. 实验现象或数据记录。实验现象要表达正确,数据记录要完整、准确,绝不允许主观臆造、弄虚作假。
5. 解释、结论或数据处理。根据现象做出简明解释,写出主要反应方程式,分题目做出小结或者最后得出结论。若有数据计算务必将所依据的公式和主要数据表达清楚。
6. 问题讨论。针对本实验中遇到的疑难问题,提出自己的见解或收获,定量实验应分

析实验误差原因。也可对实验方法、教学方法、实验内容等方面提出自己的意见及改进方法。

二、实验室安全知识

进行化学实验时,经常要遇到水、电、煤气及易燃、易爆、有毒、有腐蚀性及有放射性的化学试剂,如果操作或使用不当,往往会引起爆炸、燃烧、中毒和灼伤等事故,严重的还会造成国家财产巨大的损失和人身伤害。因此,在进行化学实验时,必须从思想上重视安全问题。初次进行化学实验,必须接受必要的安全教育,每次实验前都要认真学习本实验的安全注意事项,实验过程中要严格遵守安全守则。

(一) 化学实验室安全守则

1. 化学实验室内禁止吸烟及吃东西,不准用试验器皿作茶具或餐具,不得用嘴尝味道的方法来鉴定未知物。

2. 实验室停止供煤气、供电、供水时,应立即将气源、电源及水源全部关上,以防恢复供气、供电、供水时造成漏气、触电、漏水等事故。实验结束后应检查水、电、煤气等阀门是否关闭。

3. 产生有毒、有刺激性气体的实验(如 H_2S 、 Cl_2 、 Br_2 、 NO_x 、 SO_x 、 CO 等),应在通风橱中进行。

4. 使用易燃的有机溶剂(酒精、乙醚、丙酮、苯等)时,要远离火源,用完及时盖紧瓶塞。金属钾、钠等不要与水接触或暴露在空气中,应保存在煤油内,并在煤油内对它们进行切割。白磷有剧毒,并能灼伤皮肤,切勿与人体接触,在空气中易自燃,应保存在水内。取用它们时必须用镊子。

5. 使用浓酸、浓碱、溴等具有强腐蚀性试剂时,要戴乳胶手套,配备防护眼镜,切勿溅在衣服和皮肤上。

6. 使用有毒试剂(如汞、汞盐、砷盐、铅盐、可溶性钡盐、氟化物、氰化物和重铬酸盐等)时,应严防进入口内或伤口,也不能随便倒入下水道,应回收统一处理。

7. 加热试管中的液体时,不能将试管口朝向他人或自己,也不能俯视正在加热的液体,以免溅出的液体把眼、脸灼伤。需要借助嗅觉鉴别气体时,不能用鼻直接对准瓶口或试管口,应用手把少量气体轻轻扇向鼻孔。

8. 实验后的废弃物应倒入废液桶内,滤纸、碎玻璃片需投入纸篓,绝不能倒入水槽内,以防管道堵塞和腐蚀。

9. 稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢倒入水中,并不断搅动。切勿将水倒入硫酸中,以免迸溅,造成灼伤。

10. 高温物体(如刚从煤气灯上取下的玻棒、玻管,刚从高温炉中取出的坩埚和瓷盘等)要放在耐火石棉板(网)上,附近不得有易燃物,需称量的坩埚待稍冷后方可移至干燥器中冷却。

(二) 实验室急救措施

1. 实验室应备有急救箱,放置常用的急救用品,如消毒纱布、消毒棉花、红药水、紫药水、碘酒、烫伤油膏、云南白药等。

2. 当眼睛溅入腐蚀性药品时应立即用大量流水冲洗,但注意水压不应太大,待药物充分洗净后再就医。

3. 当眼睛里进入碎玻璃或其它固体异物时,应闭上眼睛不要转动,立即到医务室就医。

4. 使用氢氟酸后如感到接触部分开始疼痛,应立即用饱和硼酸溶液或冰与乙醇的混合溶液浸泡,并去医务室就医。

5. 浓酸、浓碱洒在衣服或皮肤上时,应立即用大量水冲洗,再分别用 2% 碳酸氢钠溶液或 2% 醋酸擦洗,用水冲洗后,外敷氧化锌软膏(或硼酸软膏)。

6. 液溴腐蚀时,先用乙醇或 10% 硫代硫酸钠溶液洗涤伤口,再用水冲洗干净,并涂敷甘油。

7. 不慎吸入煤气、溴蒸汽、氯气、氯化氢、硫化氢等气体时,应立即到室外做深呼吸,呼吸新鲜空气。

8. 毒物误入口内,可取 5~10 mL 稀硫酸铜溶液,加入一杯温水中,内服后用食指伸入咽喉,促使呕吐,然后立即送医院治疗。

9. 人体触电时,应立即切断电源,或用非导体将电线从触电者身上移开。如有休克现象,应将触电者移到有新鲜空气处立即进行人工呼吸,并请医生到现场抢救。

(三) 实验室灭火措施

实验室失火时一定要保持沉着,不要惊慌,根据起火原因与火势大小及时采取以下措施:

1. 立即关掉电源、气源,把一切可燃物质和易燃易爆物移至远处,注意不可碰撞,以免引起更大火灾。

2. 迅速选用适当灭火器将刚起的火扑灭,注意不要用水来扑灭不溶于水的油类及其它有机溶剂等可燃物。

3. 身上衣服着火时,切不可任意跑动,应用石棉毯裹在身上,使隔绝空气而灭火。切不可慌张跑动,引起气流流动,使燃烧加剧。

4. 实验室应装备必要的灭火设施,针对不同火灾情况,选用不同的灭火器具。实验室中常见的灭火措施及适用范围见表 1-1。

表 1-1 实验室常见灭火设施及适用范围

灭火设施	灭火特点	适用对象
砂土	降温、隔离空气	用于不能用水灭火的着火物
石棉毯	隔绝空气而灭火	用于扑灭人身上着火及小型火灾
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 、 NaHCO_3 、皂粉等混合生成 CO_2 的泡沫盖于燃烧物上隔绝空气而灭火	用于油类等非水溶性可燃、易燃液体的火灾和木材、纤维、橡胶等固体的火灾
二氧化碳灭火器	冷却燃烧物、隔绝空气而灭火	用于扑灭电器着火
1211 灭火器	含有化学反应中断剂卤代烃,不导电,毒性小,灭火效果好	用于油类、有机溶剂、高压电气设备、精密仪器等的灭火

(四) 实验室常见三废的处理

在化学实验中经常会产生各种有毒的废气、废液和废渣(三废)。如果对其不加处理而任意排放,不仅会污染环境,造成公害,也会浪费掉三废中的有用成分甚至贵重成分,造成经

济损失。因此化学实验室的三废处理应引起足够的重视。

产生少量有毒气体的实验可在通风橱中进行,有毒气体经过排风设备可排至室外(被大量空气稀释),确保室内空气不被污染。产生大量有毒气体或剧毒气体的实验,必须有吸收或处理有毒气体的措施。例如氯气、硫化氢、氧化硫、氧化氮、氟化氢、氢氰酸等酸性气体可用碱液吸收后排放,氨气用硫酸吸收后排放,一氧化碳可点燃转化为二氧化碳气体后再排放。

实验室中少量有毒废渣应集中深埋于指定地点,有回收价值的废渣应回收利用。

实验室中常见三废的处理原则如下:

1. 一切不溶固体物或浓酸、浓碱废液,严禁立即倒入水池,以防堵塞和腐蚀水管。浓酸、浓碱稀释后才能放入下水道。

2. 大量有机溶剂废液不得放入下水道,应尽可能回收或集中处理。

3. 过氧化钠的废料不得用纸或其它可燃物包裹后丢于废料箱内,应用水冲洗排入下水道,以防自燃。

4. 含有6价铬的废液应先将铬还原成3价后再稀释排放。

5. 含有氰化物的废液不得直接倒入实验室水池,应在加入氢氧化钠使呈强碱性($\text{pH} > 12$)后倒入硫酸亚铁溶液中生成无毒的亚铁氰化钠后再排入下水道。

6. 含有汞、铅等重金属离子的废液,用硫化钠处理生成难溶硫化物沉淀,分离后才能排放。

7. 乙醚废液长期与空气接触逐渐被氧化而生成过氧化物,在用蒸馏法回收乙醚时,蒸馏至原体积的1/10即有爆炸危险,为了防止过氧化物的生成,可在贮存乙醚废液时加入适量阻化剂(如活性炭或活性氧化铝)。

三、误差与有效数字

(一) 误差的基本概念

1. 测量中的误差。任何测量过程都包含着误差。按其性质的不同误差可分为三类,即系统误差、偶然误差和过失误差。

(1) 系统误差。也称可测误差,是由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,其大小有一定规律性,在重复测量时,会重复出现。产生系统误差的主要原因有:实验方法不完善;所用的仪器准确度差;药品不纯以及操作不当等。系统误差可以用改善方法、校正仪器、提纯药品、做空白试验、对照试验的方法来减少。有时也可以在找出误差原因后,算出误差的大小而加以修正。

(2) 偶然误差。也称随机误差或难测误差,由某些难以预料的偶然因素引起,它对实验结果的影响不固定。由于偶然误差的原因难以确定,似乎无规律性可寻,但如果多次测量,可以发现偶然误差遵从正态分布,即大小相近的正负误差出现机会相等,小误差出现的概率大,大误差出现的概率很小。因此,通过多次测量取平均值的方法可以减少偶然误差对测量结果的影响。

(3) 过失误差。是一种与事实明显不符的误差,由分析过程中的器皿不洁、加错试剂、错用样品、试样损失、仪器出现异常未被发现、读错数据、计算错误等不应有的错误造成。过失误差无规律可循,但只要加强责任心,工作认真细致即可避免。

2. 准确度与误差。准确度系指在特定的条件下获得的分析结果与真实值之间的符合程度。准确度由分析的偶然误差和系统误差决定,它能反映分析结果的可靠性。要想提高分析结果的准确度,不仅需要改善分析的精密度,同时要消除系统误差。

准确度用绝对误差或相对误差表示。绝对误差是指实验测得的数值与真实值之间的差值;相对误差指绝对误差与真实值的百分比。即

$$\text{绝对误差} = \text{测定值} - \text{真实值}$$

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

绝对误差与被测量的大小无关,而相对误差却与被测量的大小有关。一般来说,若被测量的量越大,相对误差越小。一般用相对误差来反映测定值与真实值之间的偏离程度比用绝对误差更为合理。

3. 精密度与偏差。精密度系指在一定条件下,重复分析同一样品所得测定值的一致程度,即测量结果的再现性,由分析的偶然误差决定。

通常被测量的真实值很难准确知道,因此,一般只能用多次重复测量结果的平均值代替真实值。这时单次测量结果与平均值之间的偏离就称为偏差。偏差与误差一样也有相对偏差与绝对偏差。

$$\text{绝对偏差} = \text{单次测定值} - \text{平均值}$$

$$\text{相对偏差} = \frac{\text{绝对偏差}}{\text{平均值}} \times 100\%$$

从相对偏差的大小可以反映出测量结果再现性的好坏,即测量的精密度。相对偏差小,则可视作再现性好,即精密度高。

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,应尽量减小系统误差、偶然误差和过失误差。认真仔细地进行多次测量,取其平均值作为测量结果,这样可以减少系统误差。减少系统误差的方法一般有三种,即校正测量仪器与测量方法、空白试验与对照试验。

(二) 有效数字

1. 有效数字位数的确定。分析测试中,在记录测定数据时,用来表示测定结果的数值所表示的准确程度应与测试时所用的测量仪器及测试方法的精度相一致。通常测定时,一般可估计到测量仪器最小刻度的十分位,在记录测定数据时,只应保留一位不确定数字,其余数字都应是准确的,通常称此时所记录的数字为有效数字。记录和报告的测定结果只应包含有效数字,对有效数字的位数不能任意增删。

化学实验中常用仪器的精度与实测数据有效数字位数的关系列于表 1-2 中。

表 1-2 常用仪器的精度与实测值有效数字位数

仪器名称	仪器的精度	实测值	有效数字位数	错误举例
托盘天平	0.1g	12.3g	3 位	12.30
电光天平	0.0001g	12.3456g	6 位	12.345
10 mL 量筒	0.1mL	7.2mL	2 位	7
100mL 量筒	1mL	72mL	2 位	72.5
滴定管	0.01mL	23.00mL	4 位	23.0
移液管	0.01mL	25.00mL	4 位	25
容量瓶	0.01mL	50.00mL	4 位	50

任意超出或低于仪器精度的数字都是不恰当的。例如上述电光天平的读数为 12.3456g, 既不能读作 12.345g, 也不能读作 12.34567g, 因为前者降低了实验的精确度, 后者则夸大了实验的精确度。

关于有效数字位数的确定, 还应注意以下几点:

(1) 数字“0”在数据中具有双重意义。若作为普通数字使用, 它就是有效数字; 若它只起定位作用, 就不是有效数字。例如在分析天平上称得重铬酸钾的质量为 0.0758g, 此数据具有三位有效数字, 数字前面的“0”只起定位作用, 不是有效数字。又如某盐酸溶液的浓度 ($0.2100\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$) 准确到小数点第三位, 第四位可能有 ± 1 的误差, 所以这两个“0”是有效数字, 数据 0.2100 具有四位有效数字。

(2) 改变单位并不改变有效数字的位数, 如滴定管读数 12.34mL, 若该读数改用升为单位, 则是 0.01234L, 这时前面的两个零只起定位作用, 不是有效数字, 0.01234L 与 12.34mL 一样都是四位有效数字。当需要在数的末尾加“0”作定位作用时, 最好采用指数形式表示, 否则有效数字的位数含混不清。例如, 质量为 25.0g 若以毫克为单位, 则可表示为 $2.50 \times 10^4\text{mg}$; 若表示为 25000mg, 就易误解为五位有效数字。

(3) 对数值有效数字位数, 仅由小数部分的位数决定, 首数(整数部分)只起定位作用, 不是有效数字。因此对数运算时, 对数小数部分的有效数字位数应与相应的真数的有效数字位数相同。例如: $\text{pH}=2.38$, $\text{C}(\text{H}^+)=4.2 \times 10^{-3}$ 的有效数字为二位, 而不是三位。

2. 有效数字的运算规则。在分析测定过程中, 往往要经过几个不同的测量环节, 例如先用减量法称取试样, 经过处理后进行滴定。在此过程中最少要取四次数据, 但这四个数据的有效数字位数不一定完全相等, 在进行运算时, 应按照下列计算规则, 合理地取舍各数字的有效数字的位数, 确保运算结果的正确。

(1) 记录数据时, 只保留一位有效数字。当拟舍弃的数字大于等于 6 时进位, 而当尾数恰为 5 时, 则看保留的末位数是奇数还是偶数, 是奇数时就将 5 进位, 是偶数时, 则将 5 舍弃。总之, 使保留下来的末位数是偶数, 即“四舍六入五留双”。根据此原则, 如将 4.175 和 4.165 处理成三位数, 则分别为 4.18 和 4.16。

(2) 进行数值加减时, 最后结果所保留小数点后的位数应与参与运算的各数中小数点后位数最少者相同。例如

$$\begin{array}{r} 0.1234 \\ 1.2345 \\ + 12.34 \\ \hline 13.6979 \end{array}$$

(3) 进行数值乘除时, 最后结果的有效数字应以参与运算的各数中有效数字位数最少者为准, 而与小数点的位数无关。例如

$$\begin{array}{r} 1.23 \\ \times 0.12 \\ \hline 246 \\ 123 \\ \hline 0.1476 \end{array}$$

(4) 进行数值乘方和开方时, 保留原来的有效数字。

(5) 在对数计算中, 所取对数的小数点后的位数, 应与真数的有效数字位数相同。

(6) 测定平均值的精度应优于个别测定值, 在计算不少于四个测定值的平均值时, 平均值的有效数字的位数可以比单次测定值的有效数字增加一位。

(7)在所有计算式中,常数以及乘除因子的有效数字的位数可认为是足够的,应根据需要取定有效数字的位数。

(8)表示分析方法的精密度和准确度时,大多数取1~2位有效数字。

四、实验结果的表述

在化学实验中,特别是测定实验,经常会遇到大量数据的处理和计算,为了明确、直观地表达这些数据的内在关系,常将实验结果用作图法和列表法来表示。

(一)列表法

用列表法处理实验数据时,应注意以下几点:

1. 表格名称。每一表格均应有简明的名称。
2. 行名与量纲。每一行的第一列应写上该行变量的名称与量纲。
3. 有效数字。所记数字应注意其有效数字位数,各列的小数点应对齐。

表格法的优点是简单,但不能表示出数值间连续变化的规律和实验数值范围内任意自变量与因变量的对应关系,故一般常与作图法混合应用。

(二)作图法简介

将实验数据用几何图形表示出来的方法称为作图法。作图法能简明地揭示各变量之间的关系,例如数据中的极大、极小、转折点、周期性等等都很容易从图像上找出来。有时进一步分析图像还能得到变量间的函数关系。另外,根据多次测试的结果所描绘出来的图像,一般具有“平均”的意义,从而也可以发现和消除一些偶然误差。因此,作图法在数据处理上是一种重要的方法。作图法获得优良结果的关键之一是作图技术,以下介绍作图要点。

1. 坐标标度的选择。最常用的坐标纸是直角毫米坐标纸,习惯上以横坐标表示自变量,纵坐标表示因变量。坐标轴比例尺的选择一般应遵循下列原则:

(1)能表示出全部有效数字,从图中读出的物理量的有效数字应与测量的有效数字一致。

(2)图纸中每一小格所对应的数值要方便易读,即每单位坐标格子最好是1、2或5的倍数,而不要采用3、7的倍数。

(3)在不违反上述两条件的前提下,坐标纸的大小必须能包括所有必需的数据且略有宽裕。若无特殊需要就不一定把变量的零点作为原点,可以从稍低于最小测量值的整数开始。这样可以充分利用图纸,而且有利于保证图的准确度。

坐标标度选定后,在纵横坐标轴旁应注明轴变量的名称及单位,并在纵轴左面和横轴下面、图纸逢5或逢10的粗线上标注该变量对应的值,以便作图和读数。

2. 点和线的描绘

(1)点的描绘。代表某一读数的点可用○ ● △ ▲ ▽ ▼ □ ■ ◇ ◆等不同的符号表示,符号的重心所在即表示读数。整个点的符号应与图的大小相应,并能粗略地表示出测量误差的范围。

(2)线的描绘。描画出的线必须平滑,尽可能接近(或贯串)大多数的点,并且使处于平滑曲线两边的点的数目大致相等。这样描出的曲线就能近似表示出测量的平均变化情况。

(3)在曲线的极大、极小或转折处应多取一些点,以保证曲线所表示规律的可靠性。

如果发现个别点远离曲线,又不能判断被测物理量在此区域会发生什么突变,就要充分分析一下是否有过失误差存在,如果确属这一情况,描线时可不考虑此点。但是,如果重复实验仍有同样情况,就应在这一区间重复进行仔细的测量,搞清在此区域内是否存在某些必然的规律,并严格按照上述原则描线。总之,切不可毫无理由地丢弃远离曲线的点。

若在同一图上绘制多条曲线时,每条曲线的代表点和对应曲线要用不同的符号来表示,并在图上说明。

3. 图名和说明。曲线作好后应在图上注图名,标注坐标轴代表的物理量和比例尺以及主要测量条件(温度、压力、浓度、时间等)。

五、化学实验常用器材介绍

(一) 仪器及图示

化学实验常用器材示于图 1-1。

(二) 仪器使用说明

1. 烧杯与锥形瓶。一般以容积(mL)表示,有 50, 100, 250, 500, 1000, 2000 mL 等规格。可以加热,加热时烧杯底部要垫石棉网,所盛反应液体一般不能超过烧杯容积的 2/3。

2. 试管与离心试管。一般以容积(mL)表示,有 5, 10, 15 mL 等规格。试管在加热后不能骤冷,加热固体后,谨防水珠滴入引起炸裂。离心试管不能直接用火加热,要加热时可采用水浴。反应液不应超过试管容积的 1/2。

3. 量筒。一般以容积(mL)表示,有 5, 10, 25, 50, 100, 500, 1000mL 等规格。使用时注意,不能量热液体,不能加热。

4. 吸量管与移液管。一般以容积(mL)表示,有1,2,5,10,25,50mL等规格,不能移取热的液体,管口上无“吹”字样时,末端残液不允许吹出。

5. 滴定管。有酸式和碱式两种,常用滴定管的容积为 25, 50mL。使用时注意活塞密封和排除尖端部分的气泡。

6. 容量瓶。以容积(mL)表示,一般有 25, 50, 100, 250, 500, 1000mL 等规格。不可加热,不能量热的液体。

7. 漏斗。有普通漏斗、布氏漏斗和砂芯漏斗等几种类型。普通漏斗又有长颈和短颈漏斗之分,通常以口径(mm)大小来表示。砂芯漏斗用容积(mL)表示。漏斗不能用火加热,但可过滤热的液体或固液混合物。

8. 坩埚与蒸发皿。一般以容积(mL)表示。材质有普通瓷、氧化铝瓷、石英、镍和铂等,使用时根据灼烧温度及试样性质选用不同类型的坩埚。

9. 研钵。一般以口径(mm)表示。材质有瓷、玻璃和玛瑙等,视固体性质选用不同材质的研钵。

10. 分液漏斗与三角烧瓶。一般以容积(mL)表示。分液漏斗不能加热,漏斗塞不能互换。三颈瓶装液体不应超过其容积的 $\frac{2}{3}$, 可以加热。