

长安大学立项资助教材

普通化学实验

PUTONG HUAXUE SHIYAN

● 惠会清 宋哲玉 编著
● 王延安 主审



陕西科学技术出版社

长安大学立项资助教材

普通化学实验

惠会清 编著
宋哲玉
王延安 主审

陕西科学技术出版社

图书在版编目(CIP)数据

普通化学实验/惠会清,宋哲玉编著. —西安:陕西科学技术出版社,2005. 8

ISBN 7-5369-4005-X

I. 普... II. ①惠... ②宋... III. 化学实验—高等学校—教材 IV. 06-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2005)第 095512 号

出 版 者	陕西科学技术出版社 西安北大街 131 号 邮编 710003 电话(029)87211894 传真(029)87218236 http://www.snstp.com
发 行 者	陕西科学技术出版社 电话(029)87212206 87260001
印 刷	陕西威思特印务有限责任公司印刷
规 格	787mm × 1092mm 16 开本
印 张	11
字 数	245 千字
印 数	1—5000
版 次	2005 年 8 月第 1 版 2005 年 8 月第 1 次印刷
定 价	18.00 元

(版权所有 翻印必究)

(如有印装质量问题,请与我社发行部联系调换)

前 言

普通化学实验是《普通化学》课程的重要组成部分,旨在为大学生提供宝贵的实践机会和空间,培养学生的基本实验技能和设计创新能力,以及求实严谨的科学素养,使学生得到全面的化学素质教育。

本教材是根据长安大学《普通化学》课程教学和专业设置的需要编写的,主要供大学一、二年级非化学、化工类专业本科生使用。在编写时主要考虑了以下几点:

1. 结合我校学科专业特点选择实验项目。在编排体系上注重了对传统实验教材固定模式的改革,使其尽可能向着知识性和实用性两个方面发展。有利于培养学生的基本技能,增长知识,为进一步学习专业课打下良好基础。

2. 除考虑基础实验外,更注重了设计性、综合性实验。在实验内容上,注重基本原理的阐述。使实验内容科学、新颖,更有利于培养高素质人才,满足普通化学实验课程实行开放式教学的需要。

3. 选择编者熟悉的科研领域中的研究课题和研究方法,经过总结优化,作为实验内容,使学生对该科研领域有一定了解,并从实验中领悟科学探索和研究的方法。

4. 考虑了多种减少化学污染的方法,把一部分可能污染的实验改为微型试验。

5. 实验题材多,内容广,范围宽,目的在于扩大学生的知识面。

本书由长安大学理学院化学与材料科学系组织编写,惠会清担任主编,宋哲玉担任副主编,王延安副教授主审。全书分九部分,共编入二十九个实验。惠会清编写:第1、第2、第3、第4、第5、第7、第8部分、附表,以及第6部分的实验九至实验十八。第9部分由宋哲玉编写。实验十九、实验二十、实验二十七、实验二十八由宋哲玉著。全书由惠会清统稿。西北工业大学岳红教授对全书进行了认真审阅。长安大学公路学院郝培文教授对实验十九、实验二十进行了认真审阅。在此特表诚心谢意!

本书编写过程中参阅了大量文献资料,其中包括原西安公路交通大学基础部化学教研室编《普通化学实验》内部教材。在本书编写过程中得到了系领导及全体人员的关心、支持和帮助,在此表示衷心感谢!

本教材为长安大学规划、立项教材,受长安大学教材建设基金资助。

由于编者水平有限,书中难免有错误和不妥之处,希望读者批评指正。

作者

2005.6

● 目 录

第1部分 普通化学实验的基础知识	(1)
1.1 普通化学实验的目的及学习方法	(1)
1.2 实验室规则及安全知识	(4)
1.3 化学试剂简介	(8)
1.4 误差分析和数据处理	(9)
第2部分 普通化学实验的常用仪器及用品	(17)
2.1 普通仪器	(17)
2.2 精密仪器	(23)
第3部分 普通化学实验的基本操作	(52)
3.1 天平的使用	(52)
3.2 灯的使用和加热	(53)
3.3 玻璃仪器的洗涤	(55)
3.4 试剂的取用	(56)
3.5 容量瓶、滴定管、移液管的洗涤和使用	(57)
3.6 液体和固体的分离	(61)
3.7 干燥器的使用	(64)
3.8 密度计的使用	(64)
3.9 气压计的使用	(65)
3.10 蒸馏	(65)
3.11 启普发生器的使用	(66)
第4部分 普通化学微型实验简介	(68)
4.1 微型化学实验的特点	(68)
4.2 微型化学实验的仪器	(69)
第5部分 基础实验	(71)
实验一 分析天平的使用	(71)
实验二 化学反应焓变的测定	(74)
实验三 分光光度法测定高锰酸钾溶液的浓度	(76)
实验四 无机化合物性质	(79)
实验五 醋酸解离度和解离常数的测定	(82)
实验六 氧化还原与电化学	(84)
实验七 溶胶的制备和性质	(88)



实验八 配合物组成及稳定常数的测定	(91)
第6部分 综合型实验	(95)
实验九 酸碱标准溶液的配制及标定	(95)
实验十 水的软化和净化处理	(99)
实验十一 表面活性剂的性质及其含量的测定	(104)
实验十二 荧光防伪材料的制备	(109)
实验十三 光催化剂纳米 TiO_2 材料的制备	(110)
实验十四 建筑涂料和胶粘剂的制备及应用	(112)
实验十五 工业用油酸值、水溶性酸值、碘值的测定	(116)
实验十六 土中游离氧化铁的测定	(119)
实验十七 蛋白质的沉淀反应及等电点测定	(123)
实验十八 配合物与配位平衡	(126)
实验十九 表面活性剂的应用——乳化沥青的制备	(129)
实验二十 高分子聚合物的应用——SBS 改性沥青的制备	(132)
第7部分 设计型实验	(137)
实验二十一 草酸含量的测定	(137)
实验二十二 平衡理论设计实验	(138)
实验二十三 锌钡白(立德粉)制备及纯度测定的设计	(138)
实验二十四 印刷电路板的制作及其废液处理	(139)
第8部分 计算机辅助及仿真实验	(141)
8.1 计算机仿真实验技术概述	(141)
8.2 计算机模拟化学实验技术	(142)
实验二十五 由三氧化二铬制取重铬酸钾(多媒体仿真实验)	(144)
第9部分 仪器分析实验	(147)
实验二十六 红外吸收光谱	(148)
实验二十七 原子吸收光谱	(151)
实验二十八 高效液相色谱	(154)
实验二十九 紫外吸收光谱	(156)
附录	(158)
参考文献	(169)

● 第 1 部分

普通化学实验的基础知识

1.1 普通化学实验的目的及学习方法

1.1.1 目的

普通化学课程是工科院校非化工类专业学生的一门重要的必修基础课,普通化学实验又是这门课程不可缺少的重要组成部分,是培养学生独立思考、设计方案、独立操作、观察记录、分析归纳、撰写报告等多方面能力的重要环节。普通化学实验课的目的是:

(1)通过普通化学实验使学生验证、巩固、充实和深化对课堂中讲授的重要理论、概念的理解和掌握,不仅使理论知识形象化,而且使学生的感性认识升华为理性认识。

(2)培养学生正确地掌握实验操作技能,使学生动手能力和化学素质得到提高。

(3)通过独立设计实验方案、细致观察和记录实验现象、分析和归纳实验结果、正确处理实验数据、撰写实验报告等教学环节,使学生得到化学实验全过程的基本训练,从而提高分析和解决化学问题的能力。逐步培养学生严谨、求实的科学工作作风和独立思考、独立工作的能力。

(4)在培养智力素质的同时,化学实验的目的也在于学生非智力素质如艰苦创业、勤奋不懈、谦虚好学、乐于协作、求实、求真、创新、奋进等科学品德和科学精神的培养,以及整洁、节约和有条不紊的工作作风的形成。

1.1.2 学习方法

1.1.2.1 预习

预习是保证做好实验的重要环节,是做好实验必要的准备。认真而充分的预习是实验成功的重要前提。为确保实验质量,预习必须完成以下内容:

(1)明确本实验的目的、实验原理以及实验的主要内容。

(2)了解实验所用仪器的正确操作方法和注意事项。

(3)写出预习报告,其内容包括实验目的,实验原理,实验步骤,实验所需仪器、药品和





操作注意事项,做到胸中有数。进入实验室后将报告交教师检查,无预习报告者不得进行实验。

1.1.2.2 实验

根据实验步骤亲手操作,对实验现象由表及里地探索,才能对本实验有深刻的理解,提高观察事物和解决问题的能力。

(1)认真操作,细心观察,将实验现象和数据如实详细地记录在实验记录本上。

(2)进行每一步操作都要积极思考操作的目的是和作用,不可盲目操作。实验中遇到疑难问题和使用不熟悉其性能的仪器、药品之前,应查阅有关书籍或请教指导教师。

(3)实验中往往会遇到“反常现象”,不要随意放弃,要仔细检查操作的程序有无错误,认真分析原因。

(4)实验中每步操作必须严格规范,自觉养成良好的科学习惯。

1.1.2.3 完成实验报告

实验报告是实验结果的总结,也是把感性认识上升到理性认识的思维记录,是研究成果的结晶,必须认真完成。

实验报告的要求是:

(1)实验报告的主要内容包括实验名称、实验日期、实验目的、简要原理、仪器和药品、实验主要步骤(简图、表格、化学式、流程)、测量数据及其处理、各种实验现象的观察与说明、实验结果及分析、讨论等。

(2)实验报告要简明扼要、结论明确,同时要求字迹清楚、书写工整。

(3)实验现象的描述、解释应尽量言简意赅、表达准确,结论要有理有据,数据记录要真实、完整,绝不允许主观臆造,弄虚作假。

(4)图、表的绘制力求规范。

1.1.2.4 普通化学实验成绩的评定

考试、考查是教学过程的重要环节,是检查教学效果,总结教学经验,不断提高教学质量的重要措施。学生实验成绩评定的主要依据如下:

(1)学生对基础知识和实验原理的理解。

(2)学生对基本操作规程和实验方法的掌握。

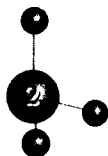
(3)预习报告的完成质量。

(4)实验过程中表现出的综合能力、科学态度和科学精神。

(5)实验报告的完成质量。包括实验中原始数据的记录情况(及时性、正确性、真实性及表格设计的合理性)。数据处理是否正确,有效数字及作图技术的掌握程度。实验报告的书写及完整性。

尤其需要强调的是,实验结果绝不是成绩评定的唯一决定因素。

1.1.2.5 普通化学实验报告示例





化学反应焓变的测定

班级_____ 姓名_____ 学号_____ 日期_____

一、实验目的

二、实验原理

三、实验步骤

四、数据记录

实验时室温 T/K _____

1. CuSO_4 溶液的配制

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 的质量 $m(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})/\text{g}$ _____

CuSO_4 溶液的浓度 $c(\text{CuSO}_4)/(\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3})$ _____

2. 温度随实验观察时间的变化

反应焓变的测定

时间 t/s	
温度 T/K	

五、数据处理

1. 作图与外推

反应的摩尔焓变(以时间为横坐标、温度为纵坐标,作图并外推求得反应后溶液的温度升高 ΔT) $\Delta T/\text{K}$ _____

2. 摩尔焓变 $\Delta_r H_m$ 的计算

CuSO_4 溶液的体积 V/cm^3 _____

反应后溶液的比热容 $C/(\text{J} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{K}^{-1})$ _____

反应后溶液的密度 $\rho/(\text{g} \cdot \text{cm}^{-3})$ _____

参加反应的 CuSO_4 的摩尔数 n _____

未考虑热量计热容时,反应的摩尔焓变:

$$\Delta_r H_m = -\Delta T \cdot C \cdot V \cdot \rho \cdot \frac{1}{n} \cdot \frac{1}{1000}$$

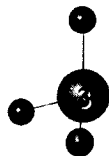
六、结果分析及讨论

1. 实验结果的百分误差

$$\frac{(\Delta_r H_m)_{\text{实验值}} - (\Delta_r H_m)_{\text{理论值}}}{(\Delta_r H_m)_{\text{理论值}}} \times 100\% =$$

2. 产生误差的原因分析及讨论

七、思考题





1.2 实验室规则及安全知识

1.2.1 实验室规则

(1) 实验前应先清点实验所用仪器,如有缺少和损坏,应填写仪器补领单,经教师签名后向仪器室领取。

(2) 实验时应遵守操作规则,遵守一切安全规定,保证实验安全进行。

(3) 遵守纪律,不迟到,不早退,保持室内安静,不擅离实验岗位,实验室内严禁吸烟,严禁饮食。损坏物品要如实登记,出了问题或发生意外事故,必须报告指导教师及时处理。

(4) 公用药品、仪器和工具,应在指定地点使用,用后立即复位并保持其整洁。使用试剂、药品、水、电等应本着节约的原则。

(5) 实验时要集中注意力,认真操作,仔细观察,积极思考,实验中的现象和数据要及时、如实详细地记录在记录本上,不得编造和涂改。

(6) 未经教师允许不得乱动精密仪器,使用时要爱护。使用仪器后要在登记本上登记,并经教师检查。如发现仪器损坏,要及时报告教师。

(7) 保持实验室的清洁和实验台整齐,仪器安置有序,废纸应投入废纸篓,废酸、废碱液及污染性溶液应小心倒入废液缸内,切勿倒入水槽,以免腐蚀下水道和污染环境,实验教材中所规定的要回收的药品都应在实验做过后倒入回收瓶中。

(8) 实验时,要爱护国家财物,小心使用仪器和实验设备。

(9) 在使用药品时应注意以下几点:

① 药品应按规定量取用,注意节约;

② 取用固体药品时,注意勿撒落在实验台上;

③ 药品自瓶中取出后,不应倒回原瓶中,以免带入杂质而污染瓶中药品;

④ 药品瓶用过后应立即盖好,并放回原处,避免和其他试剂瓶上的盖搞错,混入杂质;

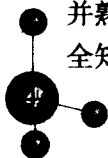
⑤ 滴管或吸管应和药品瓶一一对应,在未洗干净的情况下不得在其他药品瓶中吸取溶液。

(10) 实验完毕,应将玻璃仪器洗净收好,擦净实验台面,整理好试剂药品,将实验记录交指导教师审阅、签字后方可离开。

(11) 实验后值日生负责打扫和整理实验室,检查水、电、门窗等是否关好,以保证安全。

1.2.2 化学实验室安全知识

在化学实验中经常接触各种化学药品、电子仪器及玻璃仪器,因此,化学实验室常常潜藏着诸如爆炸、着火、中毒、灼伤和割伤等危险。实验者必须像重视实验内容一样认真阅读并熟悉教材中有关实验的注意事项。事实上,只要实验者思想上高度重视,掌握必要的安全知识,并且听从教师的指导,遵守操作规程,事故是可以最大限度地避免的。即使发生事





故,只要事先掌握一般救护措施,就能及时妥善处理而不致造成严重后果。反之则随时都有可能发生事故。下面仅对化学实验中常见事故的预防和处理作简要介绍。

1.2.2.1 着火的预防及处理

着火是化学实验室里容易发生的事故。大多数着火是由于加热或处理低沸点有机溶剂(如乙醚、石油醚、乙醇、二硫化碳、苯、丙酮等)时操作不当引起的。为预防火灾,应遵守以下几点:

(1)实验室不能保存大量易燃溶剂,少量的也必须密封,不能用敞口容器盛装易燃物。易燃物必须放于阴凉处,并远离火源、暖源及电源。

(2)使用或倾倒易燃或易挥发溶剂时必须熄灭火源,不能用明火直接加热易燃性溶剂,应根据实验要求及易燃溶剂的特点选择合适的热源(如水浴、油浴、电热套等),远离明火。

(3)在蒸馏或回流易燃液体时,为防止暴沸及局部过热,瓶内液体不能超过瓶容量的 $\frac{2}{3}$,加热中途不能加入沸石或活性炭,以免液体暴沸冲出着火。

(4)使用氧气瓶时,不得让氧气大量溢入室内。在含氧量约25%的大气中,物质燃点比在空气中低得多,且燃烧剧烈,不易扑灭。

实验室如果着火,应沉着镇静及时地采取措施,防止火势蔓延。首先立即切断电源,移开未燃着的有机物和易燃易爆物,然后,根据火势大小采取不同的扑灭办法。

化学实验室一般不用水灭火!因为水能和一些药品发生剧烈反应,用水灭火时会引起更大的火灾甚至爆炸,并且大多数有机溶剂不溶于水且比水轻,用水灭火时有机溶剂会浮在水面上,反而扩大火场。化学实验室常用的灭火器材主要有沙箱、灭火毯、二氧化碳灭火器和泡沫灭火器、干粉灭火器等。

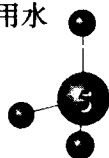
注:1. 二氧化碳灭火器是化学实验室最常见最安全的一种灭火器。灭火器内贮有压缩的二氧化碳气体。使用时,一手提灭火器,一手握在喷二氧化碳的喇叭筒把手上(不能手握喇叭筒!以免严重冻伤),打开开关,二氧化碳即可喷出。这种灭火器灭火后危害小,特别适用于油脂、电器及其他较贵重仪器着火时灭火,但不能扑灭金属着火。

2. 泡沫灭火器是由 NaHCO_3 与 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 溶液作用产生 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 和 CO_2 泡沫,灭火时泡沫把燃着物包住,与空气隔绝来灭火。因泡沫能导电,不能用来扑灭电器着火,且灭火后污染严重,火场清理麻烦,因此,除非不得已最好不用。

3. 干粉灭火器是利用二氧化碳气体或氮气气体作动力,将筒内的干粉喷出灭火的。干粉是一种干燥的、易于流动的细微固体粉末,由能灭火的基料和防潮剂、流动促进剂、结块防止剂等添加剂组成。主要用于扑救石油、有机溶剂等易燃液体、可燃气体和电气设备的初起火灾。干粉灭火器按移动方式分为手提式、背负式和推车式三种。

使用灭火器灭火都是从火的周围开始向中心扑灭。

地面或台面着火,如火势不大,可用淋湿的抹布或细砂灭火;对容器中发生的局部小火,可用石棉布、表面皿或湿抹布等盖灭;身上着火,切勿在实验室内乱跑,化纤织物最好立即脱除,一般小火可用湿抹布、石棉布等包裹使火熄灭,若火势大,可就近打开水龙头用水浇灭,必要时就近卧倒打滚以灭火。





1.2.2.2 爆炸的预防

实验时,仪器堵塞或装配不当;减压蒸馏使用不耐压的仪器;违章使用易爆物(如硝酸盐、重氮盐、叠氮化物、芳香族多硝基化合物、硝酸酯等);反应过于猛烈,难以控制;易燃易爆气体大量逸入空气中,以上情况,都有可能引起爆炸。为防止爆炸事故,应注意以下几点:

(1)取出的易燃易爆试剂药品不得随便倒入储备瓶中,更不能随手倾入下水道,否则有爆炸危险。应征求教师意见后加以处理。

(2)常压操作时,切勿在封闭系统中进行加热或反应。反应进行中,必须经常检查装置各部分有无堵塞现象。

(3)做减压实验时,应使用防护屏或戴防护面罩。

(4)使用和制备易燃易爆气体(如氢气、乙炔气等)时,必须在通风橱内进行,且附近不得有明火。氢气在点燃前必须检验纯度;银氨溶液不能久存,因久置后也易爆炸;使用乙醚时,不能有过氧化物存在,如发现有过氧化物应立即用硫酸亚铁除去;对易爆固体,如苦味酸金属盐、三硝基甲苯、某些强氧化剂及其混合物等,不能重压、撞击或研磨。

1.2.2.3 中毒的预防和处理

化学药品大多具有不同程度的毒性,产生中毒的原因主要是皮肤、呼吸道或伤口接触有毒药品。为防止中毒,应注意以下几点:

(1)一切有毒性气体逸出的实验,都应在通风橱中进行。例如:用硝酸溶解金属矿石和其他物质时,有氮氧化物逸出;用氯酸钾或其他氧化剂处理盐酸时会逸出氯气;酸与含砷物质作用将逸出砷化氢;将含有氰化物、硫氰化物、可溶性硫化物和溴化物的溶液进行酸化时,将逸出有毒气体;亚铁氰化钾与硫酸共同蒸发时,有剧毒的氰化氢逸出等。

(2)有毒药品不能接触皮肤、五官或伤口。不允许用手直接取固体药品。

(3)实验后残液应倒入废液杯中,不能随意倒入下水道,以免污染环境。未用完的有毒药品应交给教师处理,不得带出实验室。

(4)汞盐、氰化物、氧化砷、钡盐、重铬酸盐等药品有毒,使用时应特别小心,严禁在酸性介质中加入氰化物。

(5)嗅闻气体时,应用手轻拂,将少量气体扇向自己再嗅,不能用鼻子直接闻气体。

(6)金属汞易挥发,它通过人的呼吸进入体内,逐渐积累而引起慢性中毒,故不能将汞洒落在台面或地上。一旦洒落,必须尽可能收集起来,并用硫磺粉盖在洒落的地方,使之转化成不挥发的硫化汞。

(7)禁止用口吸吸管移取有毒或有腐蚀性的液体,禁止冒险品尝药品试剂。

(8)实验室内禁止吸烟、进食,禁止赤膊、穿拖鞋。

实验中一般药品溅到手上,应用大量水冲洗,如果有毒物进入口内,可内服催吐剂后,用手指伸入咽喉部促使呕吐;如果吸入有毒气体中毒,则将中毒者移到室外通风处,解开衣领及纽扣。对吸入少量氯气或溴气者,可用碳酸氢钠溶液漱口。中毒严重者,应立即送医





院处理。

1.2.2.4 化学灼伤和割伤的预防及处理

1)灼伤的预防

皮肤接触了高温(如热的物体、火焰、蒸气)、低温(如固体 CO_2 、液氯)和腐蚀性物质(如强酸、强碱、溴)等都会造成灼伤。因此实验时要避免皮肤与上述能引起灼伤的物质接触。取用腐蚀性化学药品时,应戴橡胶手套和防护眼镜。

(1)取用固体氢氧化钠和有腐蚀性药品时,严禁直接用手拿取,而应用药匙。

(2)稀释浓酸,特别是浓硫酸时,只能在搅拌下将酸慢慢注入水中,切不可将水倒入酸中。如溶液剧烈发热,应等溶液冷却后再继续加酸,稀释操作必须在烧杯中进行。

(3)使用浓酸、强碱溶液时,严禁用嘴直接吸取,应该用洗耳球吸取。避免浓酸、强碱等腐蚀性药品溅到皮肤、衣服和鞋袜上。使用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 时,操作应在通风橱中进行。在搬动浓酸、强碱溶液时,要特别小心,防止容器破碎而造成烧伤。

(4)加热试管时,不要将试管口指向自己或别人,也不要俯视正在加热的液体,以免溅出的液体把人烫伤。

(5)倾注药品和加热溶液时,不可俯视。

2)灼伤的处理

实验中,如被酸或碱灼伤,应立即用大量水冲洗。酸灼伤用质量分数为1%的碳酸氢钠溶液冲洗;碱灼伤则用质量分数为2%的醋酸或质量分数为1%的硼酸溶液冲洗,最后用水冲净。严重者还要消毒灼伤处,涂上软膏送医院处理。

如被溴灼伤,应立即用质量分数为2%的硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色,然后用甘油按摩伤处。

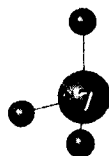
如被灼热物烫伤,应立即将伤处用水冲洗,在伤处涂红花油,然后擦一些烫伤软膏。若烫伤严重,应马上送医院处理。

3)割伤的预防和处理

在切割玻璃管或向塞子中插温度计、玻璃管物品时很容易发生割伤。切割玻璃管后,玻璃管的锋利切口必须在火中烧圆,管壁上用水或甘油润湿后,用布包住用力部位轻轻旋入,不能用大力强行连接。一旦发生割伤,若伤势不重,应先取出伤口上的碎片,用蒸馏水冲洗伤口并挤出一点血,贴上创可贴。如割伤严重,出血多,应先止血,抬高出血部位,马上送医院处理。

1.2.2.5 实验室医药箱

实验室常用的急救药品和器具有:医用酒精、碘酒、红药水、紫药水、止血粉、创可贴、烧烫伤软膏、红花油,质量分数为2%的醋酸、质量分数为1%的硼酸、质量分数为1%的 NaHCO_3 溶液、质量分数为2%的硫代硫酸钠溶液,医用镊子、剪刀、纱布、药棉、棉签和绷带等。





1.3 化学试剂简介

化学试剂的种类很多,世界各国对化学试剂的分类和分级的标准不尽相同,国际纯粹与应用化学联合会(IUPAC)对化学标准物质的分级也有规定,见表1.1。表中C级和D级为滴定分析标准试剂,E级为一般试剂。我国化学试剂的产品标准有国家标准(GB)、化工部标准(HG)及企业标准(QB)三级。目前部级标准已归纳为专业(行业)标准(ZB)。近年来,陆续有一些试剂的国家标准在建立或修订中,与国际标准开始接轨。

表 1.1 IUPAC 对化学标准物质的分级

A 级	相对原子质量标准
B 级	和 A 级最接近的基准物质
C 级	含量为 $100 \pm 0.02\%$ 的标准试剂
D 级	含量为 $100 \pm 0.05\%$ 的标准试剂
E 级	以 C 级或 D 级的标准进行的对比测定所得纯度或相当于这种纯度的试剂,比 D 级的纯度低

1.3.1 化学试剂的种类

我国化学试剂按用途分为标准试剂、一般试剂、专用试剂、指示剂、高纯试剂、有机合成基础试剂、生化试剂和临床试剂等很多种,这里简要介绍其中几种。

1.3.1.1 一般试剂

一般试剂是实验室最普遍使用的试剂,包括通用的一、二和三级(四级试剂已很少见)试剂及生化试剂等。一般试剂的分级、标志、标签颜色及主要用途列于表1.2。

表 1.2 一般试剂的级别及应用范围

级别	中文名称	英文符号	标签颜色	应用范围
一级	优级纯	G. R.	深绿色	精密分析实验
二级	分析纯	A. R.	金光红色	一般分析实验
三级	化学纯	C. P.	中蓝色	一般化学实验
生化试剂	生化试剂/生物染色剂	B. R.	咖啡色/玫红色	生物化学实验

表中所列标签颜色为国家标准《化学试剂包装及标志》(GB15346-1994)中所规定,另外还规定基准试剂标签颜色使用浅绿色,其他类别的试剂均不能使用上述六种颜色。

1.3.1.2 标准试剂

标准试剂是用于衡量其他物质化学量的标准物质。标准试剂的特点是主体含量高而且准确可靠,其产品一般由大型试剂厂生产,并按国家标准进行检验。





1.3.1.3 高纯试剂

高纯试剂其主体含量与优级纯试剂相当,但杂质含量比优级纯和标准试剂低,而且规定检测的杂质项目比同种优级或基准试剂多一至两倍。高纯试剂也属于通用试剂,例如 HCl 、 HClO_4 、 $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 Na_2CO_3 、 H_3BO_3 等。高纯试剂主要用于微量或痕量分析中。

1.3.1.4 专用试剂

专用试剂是指具有专门用途的试剂。与高纯试剂相似,专用试剂不仅主体含量较高,而且杂质含量很低。与高纯试剂不同的是,在特定的用途中有干扰的杂质成分只需控制在不致产生明显干扰的限度以下。各类仪器分析法所用试剂如色谱分析标准试剂、核磁共振波谱分析专用试剂,以及紫外、红外光谱纯试剂等均是专用试剂。

1.3.2 化学试剂的选用

化学试剂的纯度对化学实验结果影响很大。不同的实验对试剂纯度的要求也不相同。例如在一般的分析工作中,二、三级试剂已能很好地满足需要。由于不同规格的同一种试剂价格相差很大,因此不要盲目追求高纯度试剂,以免造成浪费。在能满足实验要求的前提下,选用试剂的级别应就低而不就高,试剂的选用要注意以下几方面:

(1) 滴定分析中常用的标准溶液,一般先用分析纯试剂粗略配制,再用基准试剂标定。在对分析的结果要求不很高的实验中也可用优级纯或分析纯试剂替代基准试剂。滴定分析中所用的其他试剂一般为分析纯。

(2) 仪器分析实验中一般使用优级纯、分析纯或专用试剂,测定痕量成分时则选用高纯试剂。

(3) 很多试剂就主体含量而言,优级纯和分析纯相同或相近,只是杂质含量不同。如果实验对所用试剂的主体含量要求高,则应选用分析纯试剂;如果对试剂杂质含量要求严格,则应选用优级纯试剂。

(4) 如果现有试剂纯度不能达到某种实验要求时,常常进行一次至多次提纯后再使用。常用的提纯方法有蒸馏法(液体试剂)和重结晶法(固体试剂)。

1.4 误差分析和数据处理

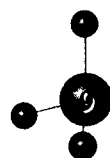
1.4.1 误差的分类

按照误差产生的原因及其性质,可分为系统误差和偶然误差。

1.4.1.1 系统误差

系统误差又称可测误差,其特点是:单向性(即误差的符号和大小恒定或按一定规律变化)和重现性(即在相同条件下误差会重复出现)。常见的系统误差大致有以下几种:

1) 仪器误差





由于仪器结构本身的缺点或校正调节不当引起的,如天平零点未调准,温度计、滴定管等刻度不准确,天平砝码磨损或腐蚀等。

2) 方法误差

这是由于测量方法本身不完善造成的。

3) 试剂误差

此误差源于试剂不纯,如蒸馏水和试剂中含有被测物或干扰物等。

4) 个人误差

许多测量需要操作者做出判断,如滴定管读数时要估计凹液面的位置,观察滴定终点时溶液颜色的变化等,不同操作者读数习惯及感官不同,由此产生了个人误差。

1.4.1.2 偶然误差

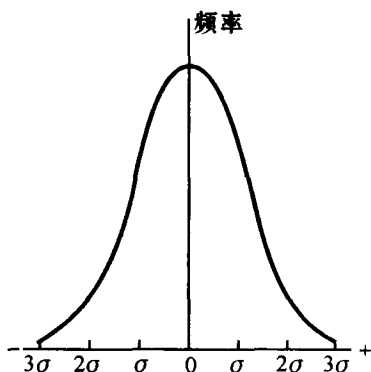


图 1.1 偶然误差的正态分布曲线

偶然误差又称随机误差,它是由于某些不固定的、难以控制的偶然因素造成的。其特点是非单向性,即它的大小和正负都不固定。例如测量时温度、湿度、灰尘等影响而引起测量数据的波动,用酸度计等仪器时,电源电压的偶然波动。同一个人对同一仪器作几次读数,也会有不同的读数。偶然误差难以预料和控制,无法校正。但在消除系统误差之后,在同样条件下进行多次测量,测量结果符合正态分布规律。图 1.1 的横轴代表误差大小,以标准偏差 σ 为单位,纵轴代表误差发生的频率。如果用多次测量的数值作图,以横轴表示偶然误差、纵轴表示各偶然误差出现的次数,则可得到图 1.1。

由于分析人员粗心或违章操作引起的差错叫过失,不属于误差讨论范围。如加错试剂,读错体积,溶液溅出,笔误,等等。如发现有过失,则该测量值应舍弃。

1.4.2 误差的检验和减免方法

1.4.2.1 系统误差的减免方法

1) 对照试验

用标准试样或标准方法来检验所选用的分析方法是否可靠,分析结果是否正确。

(1) 用标准试样作对照试验。为消除方法误差,用所选方法对已知组分的标准试样做多次测定,若测定结果符合要求,说明所选方法是可行的。

(2) 用标准方法作对照试验。此法是国标、部标或经典方法与所选用的分析方法对同一试样进行测定,比较两种分析方法所得结果,如果结果符合允许误差范围,表明所选用方法可靠。

2) 空白试验

在没有待测试样的情况下,按测定条件和分析步骤所进行的测定叫空白试验。它可以



检验和消除由试剂和蒸馏水不纯或由仪器引入杂质所产生的系统误差。

3) 校准仪器

由仪器不准所产生的系统误差可用仪器校正来减免。作精密测量时,则必须校准仪器。

1.4.2.2 偶然误差的减免方法

在消除系统误差的前提下,平行测定次数越多,平均值越接近真实值,所以采用多次测定取平均值的方法减少偶然误差。一般平行测定3~4次即可,对结果准确度要求较高的,可作5~6次平行测定,最多不超过10次,如图1.2。

1.4.3 测量的准确度和精密度

1.4.3.1 准确度

准确度是指测量结果的准确性,即测量值(x)与真实值(T)之间的符合程度,用误差(E)来衡量。 E 越小,表示分析结果准确度越高;反之, E 越大,准确度越低。误差有绝对误差(E)和相对误差(E_r)两种,表示方法如下:

$$E = x - T$$

$$E_r = \frac{x - T}{T} \times 100\%$$

E 和 E_r 都有正负之分,正号表示偏高,负号表示偏低。

1.4.3.2 精密度

在实际工作中真实值常常是不知道的,因此无法计算误差,无法确定分析结果的准确度。在这种情况下分析结果的好坏可用精密度来判断。精密度是指一试样的多次平行测定值之间彼此相符合的程度,精密度的高低用偏差(d_i)来衡量。偏差越小,精密度越高,反之则越低。

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

式中: x_i 是测量值; $\bar{X}$ 是各测量值的算术平均值。

一组测定值总的精密度,常用平均偏差、相对平均偏差或标准偏差来表示。

1) 平均偏差

$$\bar{d} = \frac{\sum |d_i|}{n}$$

2) 相对平均偏差

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

3) 标准偏差

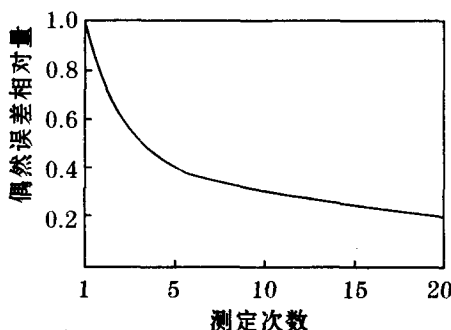


图 1.2 随机误差与测定次数的关系

