

高等农林院校教材

无机及分析化学实验

王仁国 游承干 主编

Abiochemistry &
Analytical chemistry

四川出版集团 · 四川科学技术出版社

高等农林院校教材

无机及分析化学实验

主 编 王仁国 游承干
副主编 崔扬健 周 红 江文世
编 委 王仁国 游承干 崔扬健
周 红 江文世 代先祥
张云松

江苏工业学院图书馆
藏书章

四川出版集团·四川科学技术出版社

图书在版编目(CIP)数据

无机及分析化学实验/王仁国,游承干主编. - 成都:
四川科学技术出版社,2003.9
ISBN 7-5364-5336-1

I. 无... II. ①王...②游... III. ①无机化学-化
学实验②分析化学-化学实验 IV.06-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 081611 号

高等农林院校教材 无机及分析化学实验

主 编 王仁国 游承干
责任编辑 李蓉君
封面设计 韩健勇
版面设计 杨璐璐
责任出版 周红君
出版发行 四川出版集团·四川科学技术出版社
成都市三洞桥路 12 号 邮政编码 610031
成品尺寸 260mm×185mm
印张 15 字数 360 千
印 刷 四川省地矿局测绘队印刷厂
版 次 2003 年 9 月成都第一版
印 次 2006 年 7 月成都第二次印刷
定 价 24.00 元
ISBN 7-5364-5336-1

■ 版权所有·翻印必究 ■

■ 本书如有缺页、破损、装订错误,请寄回印刷厂调换。
■ 如需购本书,请与本社邮购组联系。
地址/成都市三洞桥路 12 号 电话/(028)87734081
邮政编码/610031

前 言

本书是为高等农林院校大一学生所编写的一本基础课实验教材。无机及分析化学实验是基础化学实验的一个主要组成部分,是高等农林院校一切生物科学实验的基础。随着科学技术日新月异的发展,学科交融、相互渗透的趋势日益明显,作为农林院校根本的生物学科也不例外。当前生物学科的研究已迈进分子生物学领域的范畴,因此,作为研究物质分子原子变化和结构的化学,对于生物科学的进一步发展,其基石作用日益凸显出来。

迄今为止,化学仍然是一门实验科学。无机及分析化学的实验教学是训练学生基本实验技能必不可缺的有力手段。在教学改革深入发展的今天,实验教学在培养学生严谨求实的科学的态度,增强学生的动手能力,启迪学生的创新思维方面的重要作用已受到了广泛的关注和认同。理论知识以书本教学为基础,而实验教学不仅包含有书本上的实验基础知识的教学环节,更重要的是实验技能的训练培养,学生只有身体力行亲自动手进行实验时才能学会,而实验教学又受到时间、空间、设备、经费等诸多条件的制约,其教育成本更高。因此,实验教学也成为当前教学改革的热点,受到了前所未有的重视。其表现为普遍把实验课从理论课中剥离出来,“分立设课”,作为单独的教学体系进行授课。如何充分利用有限的时间、有限的经费,培养出动手能力强、具有创新思想的跨世纪人才,一本编排合理、切合实际、内容新颖丰富的实验教材就显得更加重要了。这也正是编写本书的指导思想和努力追求的目标。

本教材的编写主要分为两大篇,第一篇为无机及分析化学实验的基础知识。它包括了化学实验常用的单元操作,如沉淀、过滤、蒸发、结晶、萃取等的操作方法和技能,以及相关仪器的使用。介绍了常用仪器的使用,有关实验用品的基本知识等。第二篇为实验选编,共选编了60个实验。教材内容一方面力求反映当前实验教学改革的潮流,另一方面又不能脱离客观实际,使其具有可操作性。内容的改革主要体现在以下几方面:

(1)压缩性质和验证性实验,增加定量和综合性及设计性实验。对于设计性实验,采取由少到多,由浅入深,从易到难,由点到面,循序渐进的方式,贯穿于全书的实验内容中。

(2)实验内容力求贴近生活,贴近农林生产实际,但又避免与后续课程重复。

(3)力求所开实验尽可能绿色化。具体表现在增设小量化实验,扩增仪器实验;开设有害物质回收处理、循环利用的实验。



(4)利用计算机的强大功能,以国内外流行的化学软件为基础,编写了计算机对实验数据的处理及模拟化学实验内容。

本教材是由四川农业大学、云南农业大学和西昌农业高等学院共同编写的。其中主要编写的人员有四川农业大学王仁国、游承干、崔扬健、代先祥、张云松,云南农业大学周红,西昌农业高等学院江文世。参加编写的还有:吴明君、赵茂俊、陈华萍、张利、刘勇等。全书由王仁国、游承干、崔扬健、代先祥、张云松等通审统稿。代先祥在电脑绘图方面作了大量工作。

本教材得以顺利付梓,承蒙四川农大教务处的全力支持,兄弟院校的大力协助,化学系同仁的共同努力,以及四川农业大学生命科学与理学院的鼎力支持。在此一并鸣谢。

由于编者水平局限,错误难免,书中挂一漏万之处,敬请读者赐教指正为盼。

编 者

2003年7月

目 录

第一篇 无机及分析化学实验基础

第一章 化学实验基础知识.....	1
1-1 实验常识.....	1
1-1-1 化学实验规则及化学实验室安全知识.....	1
1-1-2 化学实验中意外事故的紧急处理.....	1
1-1-3 化学实验中废弃物的处理.....	2
1-1-4 思考题.....	3
1-2 实验记录和数据处理.....	3
1-2-1 实验记录.....	3
1-2-2 实验结果的表达.....	4
1-2-3 有效数字及其运算规则.....	5
1-2-4 实验报告.....	5
1-2-5 思考题.....	6
1-3 无机及分析化学实验常用器皿.....	6
1-3-1 常用的玻璃仪器应用.....	6
1-3-2 玻璃仪器的洗涤和干燥.....	7
1-3-3 思考题.....	8
1-4 化学试剂.....	8
1-4-1 化学试剂的规格和选用.....	8
1-4-2 化学试剂的保管.....	9
1-4-3 化学试剂的取用.....	9
1-4-4 标准溶液和基准物质.....	10
1-4-5 思考题.....	10
1-5 试纸、滤纸和滤器.....	10
1-5-1 试纸.....	10
1-5-2 滤纸和滤器.....	11
1-5-3 思考题.....	13
1-6 化学实验室用水.....	13
1-6-1 化学实验用水的分类.....	13
1-6-2 化学实验用水的级别及主要指标.....	14
1-6-3 思考题.....	14



第二章 分析天平的使用	15
2-1 天平的种类和精度	15
2-1-1 台平	15
2-1-2 电光机械分析天平	16
2-1-3 电子天平	19
2-1-4 称量方法	21
第三章 液体的取用及测量技术	22
3-1 量筒的规格和使用	22
3-2 滴定管、容量瓶、吸管的使用	22
3-2-1 滴定管的使用	22
3-2-2 容量瓶的使用	25
3-2-3 移液管的使用	25
3-3 思考题	26
第四章 定量分析中样品的前处理与分离技术	27
4-1 样品的前处理	27
4-1-1 采样	27
4-1-2 制样	29
4-2 分离技术	30
4-2-1 过滤(沉淀的过滤、烘干和灼烧恒重)	30
4-2-2 离心	35
4-2-3 结晶	35
4-2-4 萃取	36
第五章 加热装置和温度的测量及控制技术	39
5-1 常用的加热装置及使用	39
5-1-1 常用的热源	39
5-1-2 加热方法	42
5-2 温度的测量及控制技术	44
5-2-1 温度计种类及其使用	44
5-2-2 温度的控制	48
第六章 其他常用分析仪器简介	51
6-1 酸度计	51
6-1-1 概述	51
6-1-2 工作原理	51
6-1-3 pHs-2 酸度计简介	51

6-2 电位滴定仪	53
6-2-1 基本原理	53
6-2-2 电位滴定仪的基本结构	53
6-2-3 ZD-2 型自动电位滴定仪的使用方法	53
6-3 可见光分光光度计	55
6-3-1 721 型分光光度计的基本组成	55
6-3-2 721 型分光光度计的使用方法	55
6-3-3 722 型光栅分光光度计的使用方法	56
6-3-4 使用分光光度计的注意事项	57
6-4 电导率仪	57
6-4-1 基本原理	57
6-4-2 DDS-11A 型电导率仪的使用方法	58
6-4-3 DDS-11A 型电导率仪的使用注意事项	59
6-5 火焰光度计	60
6-5-1 基本原理	60
6-5-2 6410 火焰光度计的主要结构	60
6-5-3 6410 火焰光度计的主要按钮和功能键功能	61
6-5-4 6410 火焰光度计的使用方法	62
6-5-5 使用 6410 火焰光度计的注意事项	63
6-6 气相色谱仪	64
6-6-1 气相色谱仪装置和分析流程	64
6-6-2 气相色谱法的理论基础	64
6-6-3 气相色谱法的定量分析	67

第二篇 实验内容选编

实验 1 纯水的制备与检验	70
实验 2 硫酸亚铁铵的制备	74
实验 3 离子交换法制取碳酸氢钠	76
实验 4 从烂版液回收硫酸铜	77
实验 5 粗食盐的提纯	78
实验 6 柠檬酸的提纯	81
实验 7 硫代硫酸钠的制备	81
实验 8 无水氯化锡的制备	83
实验 9 胶体与吸附	86
实验 10 电解质溶液	88
实验 11 氧化还原反应与电化学	93
实验 12 配位化合物(络合物)的生成和性质	97
实验 13 常见阴阳离子未知液的分析	100
实验 14 阳离子混合液和阴离子混合液的分离鉴定	106



实验 15	玻璃量器的校正	108
实验 16	酸碱溶液的配制和比较滴定	110
实验 17	氢氧化钠溶液的标定	112
实验 18	醋酸溶液中 HAc 含量的测定	113
实验 19	盐酸溶液的配制和标定	114
实验 20	混合碱的测定	116
实验 21	KMnO_4 标准溶液的配制与标定	118
实验 22	高锰酸钾法测定石灰石钙的含量	119
实验 23	水中化学耗氧量(COD)的测定	121
实验 24	重铬酸钾法测定亚铁化合物中铁的含量	123
实验 25	EDTA 标准溶液的配制与标定	125
实验 26	水的总硬度及钙镁含量的测定	126
实验 27	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的配制和标定	128
实验 28	葡萄糖含量的测定(碘量法)	130
实验 29	漂白粉中有效氯含量的测定	131
实验 30	分光光度法测定铁的含量(用 Excel 进行数据处理)	134
实验 31	分光光度法测磷酸盐的含量	140
实验 32	火焰光度法测定钾、钠的含量	141
实验 33	氯化钡中结晶水含量的测定(气化法)	143
实验 34	可溶性硫酸盐中硫的测定	145
实验 35	模拟氯化物的重量分析	147
实验 36	氟离子选择性电极测定水中氟的含量—标准曲线法	150
实验 37	自动电位滴定法测定醋酸离解常数	153
实验 38	生理盐水中氯化钠含量的测定(莫尔法)	155
实验 39	模拟酸碱滴定实验	156
实验 40	氢氧化钙溶度积的测定	162
实验 41	醋酸电离度和电离常数的测定	165
实验 42	磺基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物的组成及其稳定常数的测定	166
实验 43	二氧化碳分子量的测定	169
实验 44	化学反应速度常数和活化能的测定	171
实验 45	原电池电动势的测定	175
实验 46	焓的测定	178
实验 47	金属镁相对原子量的测定	180
实验 48	茶叶中 Fe、Ca、P 元素的分离与鉴定	182
实验 49	海带中碘的分离与鉴定	183
实验 50	粗硫酸铜的提纯和纯度测定	184
实验 51	含碘食盐中含碘量的测定	187
实验 52	从化学实验废液中回收提取 Ag 和 CCl_4	188
实验 53	邻二氮菲分光光度法测定铁	189

实验 54	胆矾($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)中铜的测定	192
实验 55	茶叶中一些元素的分离和鉴定	193
实验 56	测定果品中酸的总浓度	196
实验 57	化学实验中含铬(VI)废液的处理	197
实验 58	纳米氧化锌粉的制备及质量分析	198
实验 59	高效液相色谱法测定 APC 药物中的有效成分	200

附 录

附录 1	不同温度下水的饱和蒸汽压	203
附录 2	几种常用酸、碱的浓度	204
附录 3	定性分析试液配制方法	205
附录 4	常见阳离子鉴定方法汇总表	207
附录 5	常见阴离子鉴定方法汇总表	210
附录 6	基准试剂的干燥条件	213
附录 7	特种试剂的配制(1)	215
附录 8	特种试剂的配制(2)	220
附录 9	缓冲溶液的配制方法	221
附录 10	国际相对原子量表	222
附录 11	常见化合物式量	223
附录 12	常见微型化学实验仪器	227

主要参考文献	228
--------------	-----

第一篇 无机及分析化学实验基础

第一章 化学实验基础知识

1-1 实验常识

1-1-1 化学实验规则及化学实验室安全知识

化学实验中会经常接触各种化学药品、电学仪器及玻璃仪器,化学实验室常常潜藏着诸多危险,因此,为保证实验顺利地进行,实验者必须遵守化学实验规则和熟悉实验室安全知识。其内容如下:

1. 实验前要认真预习,明确目的要求,了解实验步骤、方法和基本原理。
2. 实验时应严格遵守操作规程,不得擅自改变实验内容和操作过程,以保证实验安全。
3. 遵守纪律,不迟到,保持室内安静,不要大声喧哗。
4. 使用水、电、煤气、试剂等应注意节约,电、气、火用毕即关,同时注意不要用湿手接触电源。
5. 实验过程中,始终保持台面的整洁,使用的各种仪器安放合理,遵守试剂取用规则,不准将公用药品取走或挪动位置。废纸、火柴梗和碎玻璃等应倒入垃圾箱内,废液倒入指定的废液缸中,严禁投入水槽内,以防堵塞或腐蚀。
6. 实验过程中要仔细观察,实事求是地记录现象或数据,以便认真写出实验报告。
7. 不准将实验室仪器、药品及其他用品随便带出实验室,实验室内严禁吸烟、饮食或带进餐具。
8. 洗液、浓酸、浓碱具有强腐蚀性,应避免溅落在皮肤、衣服、书本、台面上,更应防止溅入眼里。
9. 能产生有刺激性或有毒气体的实验,应在通风橱内进行,具有易挥发和易燃物质的实验,要远离火源,最好也在通风橱内进行。
10. 不准直接用手取用固体药品,有毒试剂不得进入口内或接触伤口,也不能倒入下水道。
11. 禁止任意混合各种试剂药品,以免发生意外事故。
12. 实验完毕,打扫好清洁,洗净双手,才能离去。

1-1-2 化学实验中意外事故的紧急处理

1. 割伤

应先取出伤口处玻璃碎屑等异物。如为轻伤,可用生理盐水或硼酸洗液擦洗伤处,然后涂上红药水(或紫药水、碘酒),撒些消炎粉并包扎。也可在洗净的伤口处贴上“创可贴”,可立即止血,且易愈合。伤势较重时,应先按紧主血管以防止大量出血,并用酒精在伤口周围清洗消毒,立即送往医院治疗。



2. 烫伤

一旦被火焰、蒸气、红热的玻璃、铁器等烫伤时,立即将伤处用大量水冲洗,以迅速降温避免深度烧伤,若起泡不宜挑破,用纱布包扎后送医院治疗。对轻微烫伤,可在伤处涂擦饱和碳酸氢钠溶液或用碳酸氢钠调成糊状敷于伤处,或用苦味酸溶液搽洗,也可抹鱼肝油等。

3. 酸蚀

若强酸溅到皮肤上或眼睛内,应立即用大量水冲洗,而后用 3% ~ 5% 碳酸氢钠溶液冲洗,最后用水冲洗。

4. 碱蚀

先用大量水冲洗,再用 2% 醋酸溶液或 1% ~ 2% 硼酸溶液洗,最后用水冲洗。如果碱液溅入眼里,先用大量清水冲洗,再用硼酸溶液洗。

5. 溴腐蚀致伤

应立即用大量水冲洗,然后用酒精擦洗,再涂上甘油。

6. 磷灼伤

用 1% 硝酸银、5% 硫酸或高锰酸钾溶液洗伤口,然后包扎。

7. 吸入刺激性或有毒气体

吸入溴蒸气、氯气、氯化氢气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气使之解毒。吸入硫化氢或一氧化碳气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。但应注意氯气、溴中毒不可进行人工呼吸,一氧化碳中毒不可用兴奋剂。

8. 毒物进入口内

将 5 ~ 10ml 稀硫酸铜溶液加入一杯温水中,内服后,用手指伸入咽喉部促使呕吐,吐出毒物,然后立即送往医院。

9. 触电

立即切断电源,必要时进行人工呼吸。

10. 起火

起火后,要立即一面灭火,一面防止火势蔓延。灭火的方法要针对起因选用合适的方法。一般的小火可用湿布、石棉布或覆盖燃烧物,即可灭火。火势大时可使用泡沫灭火器。但电器设备所引起的火灾,只能使用二氧化碳或四氯化碳灭火器灭火,不能使用泡沫灭火器,以免触电。实验人员衣服着火时切勿惊慌乱跑,应立即脱下衣服或用石棉布覆盖着火处,或就地卧倒打滚,使火焰熄灭。

1-1-3 化学实验中废弃物的处理

化学实验中常产生废气、废液、废渣等有毒物质。其中有些是剧毒物和致癌物,如果不经处理就排入下水道,将会污染环境、损坏人体健康。所以,尽管实验中所产生的废弃物量少,但组成复杂,仍需经过必要的处理才能排放。下面介绍的方法仅适于实验室少量废液的处理。

1. 含酚废液

高浓度的酚可用乙酸乙酯萃取,低浓度含酚废液可加入次氯酸钠或漂白粉使酚氧化成二氧化碳和水。通常将含酚浓度在 1g/L 以上者称为高浓度含酚废水,需要进行回收利用,含酚浓度在 1g/L 以下者则称为低浓度含酚废水。

2. 含氰废液

含氰废液,应先将 CN^- 转化为 $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}$ 后倒入水槽,再用大量水冲洗水槽。做法是:于每 200ml 废液中加入 25ml 20% 碳酸钠及 25ml 5% $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 溶液,搅匀。含氰废液也可采用碱性氧化法或碱性氯化法处理。量少时采用氧化法。做法是:加入氢氧化钠调至 pH10 以上,再加入 KMnO_4 (以 3% 计)使 CN^- 氧化分解;如 CN^- 含量高,则采用氯化法,先以碱调至 pH10 以上,加入次氯酸钠使 CN^- 氧化分解。

3. 含汞废液

若不小心将金属汞撒在实验室里必须立即用滴管、毛笔或用在硝酸汞的酸性溶液中浸过的薄铜片收集起来用水覆盖,散落过汞的地面撒上硫磺粉或喷上 20% 三氯化铁水溶液,然后再清扫干净。如果室内的汞蒸气浓度超过 $0.01\text{mg}/\text{m}^3$,可用碘净化,即将碘加热或自然升华,碘蒸气与空气中的汞、吸附在墙上、地面上及器物上的汞作用生成不易挥发的碘化汞,然后彻底扫干净。

含汞盐的废液可先调节至 pH 为 8 ~ 10,加入过量硫化铵,使其生成硫化汞沉淀。再加入硫酸亚铁作共沉淀剂、硫化铁将水中悬浮的硫化汞微粒吸附而共沉淀。分离后的清液可排放,残渣则用焙烧法回收汞或再制成汞盐,此法叫化学凝聚沉淀法。

4. 含铬废液

实验室铬酸洗液失效变绿,可浓缩冷却后加高锰酸钾粉末氧化,用砂芯漏斗去二氧化锰沉淀后再用。失效的稀废液则可用铁屑还原残留的 $\text{Cr}(\text{VI})$,再用废碱液或石灰中和使其生成低毒的氢氧化铬沉淀。其他含铬废液处理方法多种,如电解法、离子交换法、二氧化硫法、硫酸亚铁-石灰法等。

5. 含砷废液

含砷废液中加入氧化钙,调节并控制 pH 为 8,生成砷酸钙和亚砷酸钙沉淀,有铁离子存在可起共沉淀作用,一道沉淀下来。

6. 含铅镉的废液

用消石灰将废液 pH 调到 8 ~ 10,使废液中的 Pb^{2+} 、 Cd^{2+} 生成对应的氢氧化物沉淀,加入七水硫酸亚铁作为共沉淀剂。

7. 综合废液处理

实验室的混合废液可用铁粉法处理,此法操作简单,没有相互干扰,效果良好,作法是调节废水的酸度至 pH 为 3 ~ 4,加入铁粉,搅拌半小时,用碱把 pH 调至 9 左右,继续搅拌 10min,加入高分子混凝剂,进行混凝后沉淀,清液可排放,沉淀物以废渣处理。

1-1-4 思考题

1. 学习化学实验规则及化学实验室安全知识对做好实验有何意义?
2. 将浓硫酸与水混合时应注意什么?
3. 某同学在使用酒精灯时,不慎将其碰倒于木桌面上而迅速燃烧起来,应如何处理?
4. 某校在进行药品库房搬迁移动保险柜时,不小心一瓶氰化钾药品被打倒,结果药品洒落在保险柜的门口边沿上,请你给库房药品管理员出一主意,应如何处理为好?

1-2 实验记录和数据处理

1-2-1 实验记录

实验过程中,现象、数据的记录,称为原始记录。对于实验记录,学生应有专门的实验记



录本,标上页数,不得撕去任何一页。决不允许将数据记在单页纸上,或记在一张小纸片上,或随意记在任何地方。实验记录本应与实验报告本分开。

实验过程中的各种测量数据及有关现象,应及时、准确而清楚地记录下来。记录实验数据时,要有严谨的科学态度,要实事求是,切忌夹杂主观因素,决不能随意拼凑和伪造数据。如发现数据算错、测错或读错而需要改动时,可将该数据用一斜线划去,并在其下方或右边写上正确的数字。实验过程中涉及到的各种特殊仪器的型号和标准溶液浓度等,也应及时准确记录下来。记录实验过程中的测量数据时,应注意其有效数字的位数。用分析天平称重时,要求记录至 0.0001g ;滴定管、移液管及吸量管的读数,应记录至 0.01mL ;用分光光度计测量溶液的吸光度时,如吸光度在 0.6 以下,应记录至 0.001 的读数,大于 0.6 时,则要求记录至 0.01 读数。实验记录上的每一个数据,都是测量结果,所以,重复观测时,即使数据完全相同,也应记录下来。进行记录时对文字记录,应整齐清洁。对数据记录,应用一定的表格形式。在预习实验内容时,应做好如何记录的准备工作。实验记录往往根据实验性质的不同有不同的格式。现例举如下:

(1) 实验内容与记录

同 离 子 效 应	实验步骤	现 象	解释、结论(包括方程式)

(2) 称量记录

称 量 顺 序	质量/g	试样质量/g
称量瓶 + 试样		
倒出第一份试样后		
倒出第二份试样后		
倒出第三份试样后		

(3) 滴定记录

实验序号	1	2	3
$m(\text{碳酸钠}): \text{g}$			
$V(\text{盐酸})(\text{终}): \text{mL}$			
$V(\text{盐酸})(\text{初}): \text{mL}$			

1-2-2 实验结果的表达

实验结果的表达常用质量分数、物质的量浓度、物质的量分数、质量摩尔浓度等反映,对结果的由来要重视数据的处理。为了衡量分析结果的精密度,一般对单次测定的一组结果 $x_1, x_2, \dots, x_n$, 计算出算术平均值 $\bar{x}$ 后,应再用单次测量结果的相对偏差、相对平均偏差、标准偏差、相对标准偏差和置信区间表示出来,这些是分析实验中最常用的几种处理数据的表

示方法。另外对于有限数据的统计处理还应考虑到置信区间和置信概率、可疑值的舍弃、显著性检验这些问题。

1-2-3 有效数字及其运算规则

1. 有效数字是指能够正确反映一定量(物理量和化学量)和准确程度的数字称为有效数字,也就是说,它是实际能测到的数字。它所保留的位数是根据分析方法和仪器的准确度来决定的,记录所得到的数据中应该是只有最后一位是不确定性的数字,而其他数字均为确定的数字。

数字零具有双重意义。如作为普通数字使用,它就是有效数字;如作为定位用,则不是有效数字。例如,滴定管读数 20.30ml,两个零都是测量数字,均为有效数字,这个数据为四位有效数字。若改用 L 表示则是 0.02030L,这时前面的两个零仅起定位作用,不是有效数字,此数据仍为四位有效数字。可见,改变单位并不改变有效数字的位数。当需要在数的末尾加零作定位用时,最好采用指数形式表示,否则有效数字的位数含混不清。另外,凡涉及 pH、pM、lgK 等对数数值,其有效数字的位数仅决定于小数点后数字的位数,如 $\text{pH} = 11.02$ 为两位有效数字而不是四位。自然数非测量所得,可视为无限多有效位,如 2 可视为 2.0000……首位数为 8 或 9 的数据,其有效位可多计一位,如 8.69g 可视为四位有效数字。

2. 有效数字的修约规则

对分析数据进行处理时,须根据各步测量的准确度及有效数字的计算规则,合理保留有效数字位数。目前多采用“四舍五入”或“四舍六入五成双”的方法对数字进行修约。“四舍六入五成双”的做法是:当尾数 ≤ 4 时则舍;尾数 ≥ 6 时则入;尾数等于 5 而后面数字为零时,“5”前面为偶数则舍,为奇数则入;当 5 后面数字不是零时,无论前面是偶或奇皆入。

3. 数据运算规则

加减法运算中是各个数值绝对误差的传递,结果的绝对误差应与各数中绝对误差最大的那个相适应。可以按照小数最少的那个数来保留其他各数的位数,即“向小数点最近者看齐”,以便于计算。

乘除法运算中是各个数值相对误差的传递,结果的相对误差应与各数中相对误差最大的那个数相适应。通常可以按有效数字位数最少的那个数来保留其他各数和乘积的位数,即“向有效位最少者看齐”,以便于计算。

1-2-4 实验报告

实验完毕后,应用专门的实验报告本,及时而认真地写出实验报告。常见的实验报告包括:

1. 实验目的

2. 方法原理

简要地用文字和化学反应方程式说明。将特殊仪器的实验装置,应画出实验装置图。

3. 基本步骤

应简明扼要写出。

4. 数据记录与处理

应用文字、表格、图形,将数据表示出来。根据实验要求计算出分析结果、实验误差大小。



5. 问题讨论

包括实验教材上的思考题和对实验中观察到的现象,进行讨论和分析,以提高自己分析问题和解决问题的能力。

1-2-5 思考题

1. 为什么要重视实验记录?
2. 常用各种浓度表示之间有何转换关系?
3. 准确度及精密度是通过什么来表示的? 它们间有何联系?
4. 试举例说明有效数字的修约及其运算规则。
5. 请结合理论学习或查阅有关书籍理解置信区间、标准差等概念。

1-3 无机及分析化学实验常用器皿

1-3-1 常用的玻璃仪器应用

1. 试管

分为硬质试管、软质试管,亦分为有刻度、无刻度、有支管、无支管。试管主要用来作为少量试剂的反应器、收集少量气体的容器,具有支管的试管用于装配气体发生器、洗气装置和检验气体产物。试管可直接加热;硬质试管可加热至高温,但加热后不能骤冷,否则易破裂。

2. 离心试管

分有刻度和无刻度的,以容量表示,用于少量试剂的反应器和分离沉淀。但用时不可直接加热,只能水浴加热,离心时应把离心试管插入离心机的套管内进行,取出时要用镊子。

3. 烧杯

分硬质、软质、有刻度、无刻度,以不同容量表示,如 50ml、100ml、250ml、500ml 等,可用作反应器、配制溶液、物质加热溶解、蒸发溶剂或从溶液析出晶体、沉淀。使用时加热前要将烧杯外壁擦干,下垫石棉网,液体不得超过容量的 2/3。

4. 量筒

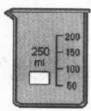
按能够量出的最大容量表示,用于量取液体。使用时,不能加热,不能作为反应器,不能用作配制溶液或稀释酸碱的容器,不可量热的溶液或液体。



1. 试管



2. 离心试管



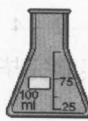
3. 烧杯



4. 量筒



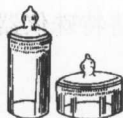
5. 锥形瓶



6. 烧瓶



7. 滴瓶

高型 扁型
8. 称量瓶

9. 容量瓶



10. 干燥器

图 I-1-1 各种玻璃仪器

5. 锥形瓶

分有塞、无塞等,按容量表示,用于反应器,振荡方便,适用于滴定反应。使用时盛液不宜太多,以免振荡时溅出,加热时下垫石棉网。

6. 烧瓶

分为平底、圆底、蒸馏烧瓶,有硬质和软质的、长颈的、短颈的、细口的、磨口的等,用作反应器、气体发生器、洗瓶、蒸馏等。加热前外壁要擦干,且要固定在铁架台上,下垫石棉网。

7. 滴瓶、细口瓶、广口瓶

分无色、棕色,按容量表示,细口瓶用于盛装液体试剂;广口瓶用于盛放固体试剂及收集气体。滴瓶用于盛装少量试剂,用时滴管及瓶塞不得互换。盛放碱液时,细口瓶要用橡皮塞,滴瓶要改用套有滴管的橡皮塞,浓酸或其他会腐蚀胶头的试剂如溴等,不能长期存放在滴瓶中,具有磨口塞的试剂瓶不用时洗净后在磨口处垫上纸条。

8. 称量瓶

分高型、低型两种,用于减量法称量试样。低型称量瓶也可用于测定水分,使用时不能直接加热,不用时应洗净,瓶塞与瓶配套使用,不能互换。在磨口盖处垫上纸条。

9. 容量瓶

分棕色和无色两种,按容量表示,如 50ml、100ml、250ml、500ml 等,用于配制标准溶液、配制试样溶液或作溶液的定量稀释。使用时不能加热,不能用毛刷刷洗,不能代替试剂瓶用来存放溶液,瓶塞不得互换。

10. 干燥器

按玻璃颜色分为无色和棕色两种,按内径大小表示,如 100ml、150ml、200ml 等,内放干燥剂,用于存放易吸湿的物质,也用于存放已经烘干或灼热后的物质和灼烧过的坩埚,以防还潮。但要注意灼热的物品稍冷后才能放入,放入的物品未完全冷却前要每隔一定时间开盖子,以调节器内气压,要按时更换干燥剂。

1-3-2 玻璃仪器的洗涤和干燥

1. 玻璃仪器的洗涤

无机及分析化学实验中所用的玻璃仪器是否洁净,直接影响到实验结果的准确性,因此,必须使用洁净的仪器进行实验。

玻璃仪器的洗涤方法很多,应根据实验的要求、污物的性质、沾污的程度来选用。常用的洗涤方法如下:

用水洗涤:用水和毛刷刷洗,以除去可溶性物质、尘土和其他不溶性物质。

用去污粉、肥皂或洗涤剂洗涤:先用少量水润湿的仪器,再用毛刷蘸少量去污粉、肥皂或洗涤剂液刷洗,然后用自来水冲洗,最后用少量蒸馏水润洗 2~3 次,可除去油污和有机物质。倘若仍洗不干净,可用热的碱液洗。

用洗液洗涤:洗液由浓硫酸和重铬酸钾配成,具有很强的氧化性,对有机物和油污的去污能力很强。一些口小管细不使用毛刷刷洗和用其他洗涤剂无法洗净的仪器,可用洗液润湿或浸泡。使用后的洗液倒入原瓶,可反复使用(当洗液用至出现绿色时,就失去去污能力,不能继续使用)。洗液的配制:25g 粗重铬酸钾溶于 50ml 的热水中,冷却后,慢慢地加入浓硫酸到总体积为 500ml。

用特殊方法洗涤:当器壁上的污物不能用上述方法除去时,可根据附着物的性质,采用