

普通高等教育“十二五”规划教材

工科基础化学实验

赵振波 柳 翱 孙国英 孙见蕊 主编

GONGKE JICHU
HUAXUE SHIYAN



化学工业出版社

普通高等教育“十二五”规划教材

工科基础化学实验

赵振波 柳 翱 孙国英 孙见蕊 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是赵振波等主编的《工科基础化学》的配套实验教材。遵照教育部高等学校化学类专业教学指导分委员会编制的《高等学校化学类专业指导性专业规范》结合现有的实验教学大纲,按操作及技术、物质制备、表征与性质、基本物理量及有关物理化学参数测定,安排为实验基本知识与操作技术、基本技能实验、拓展提高实验三个层次共 94 个实验。

本书可以作为化学、化工、生物技术、生物工程、制药工程、环境工程、高分子材料与工程、资源循环科学与工程、食品科学与工程,也可作为金属材料工程专业、材料成型及控制工程专业、材料物理专业的高校师生的基础化学实验教材和参考书,还可供化学、化工科研院所的研究人员以及相关生产企业的科研技术管理人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

工科基础化学实验/赵振波等主编. —北京:化学工业出版社, 2015. 8

普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-122-24400-0

I. ①工… II. ①赵… 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(2015)第 138916 号

责任编辑:满悦芝 石磊

文字编辑:颜克俭

责任校对:王素芹

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)

印刷:北京云浩印刷有限责任公司

装订:三河市瞰发装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 16 字数 393 千字 2015 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: 34.00 元

版权所有 违者必究

前言

FOREWORD

化学是一门实践性很强的基础学科。实验教学在化学及相关专业人才培养中起着关键作用,因此在本科教学中占有十分重要的地位。

本书是长春工业大学“提升本科教育教学质量”教学改革重大项目“基础化学教学内容及课程体系的改革”课题的研究成果。书中内容主要根据教育部高等学校教学指导委员会化学类专业教学指导分委员会编制的《高等学校化学类专业指导性专业规范》规定的“化学类专业化学教学基本内容”,从培养学生的科学方法和思维、科学精神和品德考虑,结合化学实验教学的发展趋势,使受教育者形成实事求是的科学态度、勤俭节约的优良作风、相互协作的团队精神和勇于探索的创新意识。为此,我们对工科基础化学实验课程进行了重新设计:将传统的四大基础化学实验课程进行了整合,形成了化学实验课程新体系。

教材是在原有实验教材和讲义的基础上,经过整合、优化、扩充、提高,并吸取了国内外同类教材的优点编写而成的,是多年实验教学改革和教学实践的成果,凝聚了许多老师的辛勤劳动。

本书融合了无机化学、分析化学、有机化学、物理化学、专业制备与合成实验、大型仪器操作实验和专业综合实验几大板块,着重训练学生化学实验的基本知识、基本操作和基本技能,同时强调化学实验的综合性和先进性。通过本课程的学习和实践训练,使学生掌握常用玻璃仪器的基本操作、分离提纯技术、物理化学性质测定技术、各类化合物制备、综合及设计实验等。

教材共选编了 94 个实验,其中既有技能训练和基础性实验,又有综合型实验及多步合成以及设计实验,适合相关专业的不同教学要求。每个实验都提供实验目的、实验原理和实验步骤以及注意事项等。

本书由长春工业大学化学与生命科学学院赵振波、柳翱、孙国英、孙见蕊老师担任主编,任泽胜、侯瑞斌、郭岚香、于宝杰、刘颖、巴小微、傅海、姜春竹、毛竹、郭佩佩、于兵兵、张德文和杨国程老师也参加了部分实验的编写。

本书在编写过程中,得到了校、院领导以及其他老师的大力支持和热情帮助;同时参考了部分国内外化学实验教材。在此向所有支持者表示衷心的感谢!

本书是对基础化学实验教材改革的尝试,内容选择和章节编排上难免存在不妥之处,匆忙之际,疏漏之处在所难免,恳请使用本书的读者不吝指正。

编者

2015 年 8 月于长春

目录

CONTENTS

第一部分 | 实验基本知识与操作技术

◎ 第 1 章 化学实验室常识

1

1.1 实验室注意事项	1
1.2 化学实验用纯水	1
1.3 试剂的一般知识	2
1.4 实验目的、要求和注意事项	4
1.5 化学实验中的误差及数据的表达	5
1.6 化学实验室安全知识	8

◎ 第 2 章 操作及技术

11

2.1 玻璃仪器洗涤及干燥	11
2.2 滴定管、移液管、容量瓶等精密量器校正及使用	13
2.3 电光天平及称量方法	19
2.4 溶液配制	22
2.5 水浴加热、沙浴加热、煤气灯使用	23
2.6 蒸馏和分馏、减压蒸馏	25
2.7 结晶和重结晶	28
2.8 汞的安全使用和汞的纯化	30
2.9 高压钢瓶的使用及注意事项	31

第二部分 | 基本技能实验

实验一 二氧化碳相对分子质量的测定	32
实验二 摩尔气体常数的测定	34
实验三 乙酸电离平衡常数的测定	37
实验四 分光光度法测定铬离子和 EDTA 二钠盐反应的活化能	39
实验五 氧化还原反应与氧化还原平衡	41

实验六	铬和锰	44
实验七	碱金属和碱土金属	46
实验八	氧和硫	48
实验九	硫酸亚铁铵的制备	50
实验十	过氧化钙的制备与含量分析	52
实验十一	碱式碳酸铜的制备	53
实验十二	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及组成测定	54
实验十三	硫酸四氨合铜(Ⅱ)的制备及组分分析	57
实验十四	氯化钠的提纯	59
实验十五	硫酸铜的提纯	61
实验十六	茶叶中微量元素的鉴定与定量测定	62
实验十七	熔点的测定(毛细管法)	65
实验十八	沸点测定(微量法)及简单蒸馏	68
实验十九	减压蒸馏和水蒸气蒸馏	71
实验二十	柱色谱-亚甲基蓝与荧光黄的分离	74
实验二十一	正溴丁烷的制备	77
实验二十二	环己烯的制备	78
实验二十三	正丁醚的合成	81
实验二十四	环己酮的制备	83
实验二十五	乙酸乙酯的制备	84
实验二十六	甲基橙的制备	87
实验二十七	己二酸的制备	89
实验二十八	从茶叶中提取咖啡因	90
实验二十九	阿司匹林——乙酰水杨酸的制备	92
实验三十	环己酮肟的制备	94
实验三十一	环己酮肟的重排——己内酰胺的制备	96
实验三十二	乙酰苯胺的制备	97
实验三十三	对硝基苯胺的制备	99
实验三十四	分析天平的称量练习	102
实验三十五	酸碱标准溶液的配制和浓度的比较	103
实验三十六	NaOH 标准溶液浓度的标定及乙酸总酸度的测定	106
实验三十七	HCl 标准溶液浓度的标定及混合碱中 NaOH 和 Na ₂ CO ₃ 含量的测定	108
实验三十八	EDTA 标准溶液的配制和标定及水的硬度测定	110
实验三十九	铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	114
实验四十	KMnO ₄ 标准溶液的配制和标定及 H ₂ O ₂ 含量的测定	115
实验四十一	Na ₂ S ₂ O ₃ 标准溶液的配制和标定	117
实验四十二	铜盐中铜含量测定	119
实验四十三	水中微量氟的测定(离子选择电极法)	120
实验四十四	醇系物的气相色谱分析	123

实验四十五	邻菲罗啉分光光度法测定铁	124
实验四十六	扑热息痛红外光谱的测定及解析	127
实验四十七	紫外光谱法测定混合物中非那西汀和咖啡因的含量	130
实验四十八	原子吸收分光光度法测定自来水中钙和镁的含量	131
实验四十九	四氯化碳的激光拉曼光谱测定及分析	133
实验五十	二氯荧光素量子产率的测定	135
实验五十一	奎宁的荧光特性分析和含量测定	136
实验五十二	原子发射光谱法测定水样中铁和铬的含量	137
实验五十三	原子吸收分光光度法测定人发中的微量元素	140
实验五十四	燃烧热的测定	142
实验五十五	水的平衡蒸气压的测定	145
实验五十六	凝固点降低法测定摩尔质量	146
实验五十七	氨基甲酸铵的分解综合实验	148
实验五十八	二元液系相图	150
实验五十九	二元合金相图	152
实验六十	蔗糖水解	154
实验六十一	乙酸乙酯皂化反应综合实验	156
实验六十二	BZ 振荡反应	159
实验六十三	电动势法测定化学反应热力学函数	162
实验六十四	镍在硫酸溶液中的钝化行为	164
实验六十五	微分脉冲伏安法测定对苯二酚和间苯二酚	167
实验六十六	表面张力的测定	170
实验六十七	程序升温脱附法——催化剂表面性质的研究	173
实验六十八	电泳（溶胶的制备及电泳）	175
实验六十九	电渗法测定 ζ 电势	178
实验七十	配合物的磁化率测定	181
实验七十一	溶液法测定极性分子的偶极矩	188
实验七十二	X 射线粉末衍射法测定八钼酸盐的晶体结构	190

第三部分 | 拓展提高实验

实验一	固体比表面积测定及孔性质分析	194
实验二	化学修饰电极和交流阻抗谱表征	197
实验三	原子力显微镜测定样品表面粗糙度	199
实验四	核磁共振波谱法测定扑热息痛的结构	203
实验五	苯系物的气相色谱分析	206
实验六	可乐、咖啡、茶叶中咖啡因的高效液相色谱分析	208
实验七	X 射线单晶衍射仪测定八钼酸盐的晶体结构	210
实验八	溶胶-凝胶法合成纳米二氧化铈	212

实验九	红色稀土发光材料 $\text{Y}_2\text{O}_3 : \text{Eu}$ 的制备	213
实验十	水热法制备纳米二氧化锡	214
实验十一	洗发香波的制备	216
实验十二	十二醇硫酸钠的制备	218
实验十三	涂料的调制	220
实验十四	镁铝水滑石的合成及产物中铝含量的测定	222
实验十五	废旧手机锂离子电池的回收利用	224
实验十六	六方介孔硅基分子筛 SBA-3 合成与表征	226
实验十七	TiO_2 纳米粒子的制备及光催化性能研究	228
实验十八	沸石分子筛的合成及其比表面积与孔性质测定	230
实验十九	草酸根合铁(Ⅲ)酸钾的制备及表征	236
实验二十	非离子表面活性剂制备	241
实验二十一	叶绿体色素的提取和分离	243
实验二十二	乙酸乙烯酯的乳液聚合	244

参考文献

第一部分

实验基本知识与操作技术

第 1 章 化学实验室常识

1.1 实验室注意事项

所有进入实验室的人员都必须注意以下几点。

- ① 遵守实验室各项规章制度。
- ② 保持实验室的整洁和安静, 注意桌面和仪器的整洁。
- ③ 保持水槽干净, 切勿把固体物品投入水槽中。废纸和废屑应投入废纸箱中, 废酸和废碱小心倒入废液缸中, 切勿倒入水槽, 以免腐蚀下水管。
- ④ 爱护仪器, 节约试剂、水和电等, 若损坏则赔偿。
- ⑤ 实验时, 未经教师许可, 不得离开实验室。
- ⑥ 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或鞋袜上。用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 和 H_2SO_4 等溶解试样时, 操作应在通风橱中进行。通常应把浓酸加入水中, 而不要把水加入浓酸中。
- ⑦ 汞盐、氰化物、三氧化二砷、钡盐、重铬酸盐等试剂有毒, 使用时要特别小心, 氰化物与酸作用放出剧毒的 HCN ! 严禁在酸性介质中加入氰化物。
- ⑧ 使用四氯化碳、醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有毒或易燃的有机溶剂时要远离火源, 用过的试剂倒入回收瓶中, 不要倒入水槽中。
- ⑨ 试剂切勿入口。实验器皿切勿用作食具。离开实验室时要仔细洗手, 如曾使用毒物, 还应漱口。
- ⑩ 每个实验人员都必须知道实验室内电、水阀和煤气阀的位置, 实验完毕离开实验室时, 应把这些阀门关闭。
- ⑪ 实验室药品和物品严禁私自带出室外。

1.2 化学实验用纯水

纯水是化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。根据分析的任务和要求的不同, 对水的

纯度要求也有不同。一般的分析工作,用蒸馏水或去离子水即可;超纯物质的分析,则需纯度较高的“超纯水”。在一般的分析中,离子选择电极法、配位滴定法和银量法用水的纯度又较高些。

纯水常用以下三种方法制备。

(1) 蒸馏法 蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质,但不能去除易溶于水的气体。同是蒸馏法而得的纯水,由于蒸馏器和材料不同,所带的杂质也不同。通常使用玻璃、铜和石英等材料制成的蒸馏器。

(2) 离子交换法 离子交换法是用离子交换树脂来分离出水中杂质离子的方法。用此法制得的水通常称为“去离子水”,此法的优点是容易制得大量纯度高的水而成本较低。

(3) 电渗析法 电渗析法是在离子交换技术基础上发展起来的一种方法。它是在外电场的作用下利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使杂质离子自水中分离出来的方法。

纯水并不是绝对不含杂质,只不过是其杂质的含量极微少而已。随制备方法和所用仪器材料的不同,其杂质的种类和含量也有所不同。用玻璃蒸馏器蒸馏所得的水含有较多的(相对而言) Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等离子;用铜蒸馏器制得的则含有较多的 Cu^{2+} 等;用离子交换法或电渗析法制备的水则含有微生物和有机物等。

纯水的质量可以通过检验来了解。检验的项目很多,现仅结合实验室的要求简略介绍主要项目如下。

① 电阻率: 25°C 时电阻率为 $(1.0\sim 10)\times 10^6\ \Omega\cdot\text{cm}$ 的水为纯水。

② 酸碱度: 要求 pH 值为 $6\sim 7$, 取 2 支试管, 各加被检测的水 10mL, 一管加甲基红指示剂 2 滴, 不得显红色; 另一管加 0.1% 溴麝香草酚蓝指示剂 5 滴, 不得显蓝色。

③ 钙镁离子: 取 10mL 被检测的水, 加氨水-氯化铵缓冲溶液 (pH 约为 10), 调节溶液 pH 值到 10 左右, 加入铬黑 T 1 滴, 不得显红色。

④ 氯离子: 取 10mL 被检测的水, 用 HNO_3 酸化, 加 1% AgNO_3 溶液 2 滴, 摇匀后无混浊现象。

实验用的纯水必须严格保持纯净, 防止污染, 使用时注意以下几点。

① 装纯水的容器本身(主要是容器内壁, 其次是外部)要清洁。

② 纯水瓶口要随时盖上盖子(无论瓶内是否有水), 空气导管口最好加盖指形管或纸套。

③ 插入瓶内的玻璃导管, 长度要合适, 要保持清洁, 取水一定要用专用水管。

④ 要保持洗瓶的洁净。

⑤ 纯水瓶旁不要放置易挥发的试剂如浓盐酸、氨水等。

1.3 试剂的一般知识

1.3.1 常用试剂的规格

化学试剂的规格是以其中所含杂质多少来划分的, 一般可分为 4 个等级, 其规格和适用范围见表 1-1。

表 1-1 试剂规格和适用范围

等级	名称	英文名称	符号	适用范围	标签标志
一级品	优级纯 (保证试剂)	Guaranteed reagent	G. R	适用于精密分析和科研工作	绿色
二级品	分析纯 (分析试剂)	Analytical reagent	A. R	适用于多数分析工作和科学研究工作	红色
三级品	化学纯	Chemically pure	C. P	适用于一般分析工作	蓝色
四级品	实验试剂 医用	Laboratorial reagent	L. R	适用作实验辅助试剂	棕色或其他颜色
	生物试剂	Biological reagent	B. R 或 C. R		黄色或其他颜色

此外，还有光谱纯试剂、基准试剂、色谱纯试剂等。

光谱纯试剂（符号 S. P）的杂质含量用光谱分析已测不出或者杂质的含量低于某一限度，这种试剂主要用来作为光谱分析的标准物质。

基准试剂的纯度相当于或高于保证试剂。基准试剂用作滴定分析中的基准物是非常方便的，也可用于直接配制标准溶液。

在分析工作中，选择试剂的纯度除了要与所用的方法相当外，其他如实验用水、操作器皿也要与之相适应。若试剂都选用 G. R 级的，则不宜使用普通的蒸馏水或去离子水，而应使用经两次蒸馏制得的蒸馏水。所用器皿的质地也要求较高，使用过程中不应有物质溶到溶液中，以免影响测定的准确度。

选用试剂时，要注意节约原则，不要盲目追求纯度高，应根据工作具体要求取用。优级纯和分析纯试剂，虽然是试剂中的纯品，但有时因包装不慎而混入杂质，或运输过程中可能发生变化，或贮藏日久而变质，所以应具体情况具体分析。对所用试剂的规格有所怀疑时应该进行鉴定。在有些特殊情况下，市售的试剂纯度不能满足时，分析者就应自己动手精制。

1.3.2 取用试剂注意事项

① 取用试剂时应注意保持清洁，瓶塞不许任意放置，取用后应立即盖好密封，以防被其他物质沾污或变质。

② 固体试剂应用洁净干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净，以免腐蚀。

③ 用吸管吸取试剂溶液时，绝不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中取用。

④ 所有盛装试剂的瓶上都应贴上明显的标签，写明试剂的名称、规格。绝不能在试剂瓶中装入不是标签所写的试剂。因为这样往往会造成差错。书写标签最好用绘图墨汁，以免日久退色。

⑤ 在分析工作中，试剂的浓度及用量应按要求适当使用，过浓或过多，不仅造成浪费，而且还可能产生副反应，甚至得不到正确的结果。

1.3.3 试剂的保管

试剂的保管在实验室中也是一项十分重要的工作。有的试剂因保管不好而变质失效。这不仅是一种浪费，而且还会使分析失败，甚至会引起事故。一般的化学试剂应保存在通风良

好、干净、干燥的房子里，防止水分、灰尘或其他物质沾污。同时，根据试剂的性质应有不同的保管方法。

① 容易侵蚀玻璃而影响试剂纯度的。如氢氰酸、含氟酸、含氟盐（氟化钾、氟化钠、氟化铵）、苛性碱（氢氧化钾、氢氧化钠）等，应保存在塑料瓶或涂有石蜡的玻璃瓶中。

② 见光会逐渐分解的试剂如过氧化氢（双氧水、 H_2O_2 ）、硝酸银、焦性没食子酸、高锰酸钾、草酸、铋酸钠等，与空气接触易逐步被氧化的试剂如氯化亚锡、硫酸亚铁、亚硫酸钠等，以及易挥发的试剂如溴、氨水及乙醇等，应放在棕瓶内置于冷暗处。

③ 吸水性强的试剂如无水碳酸盐、氢氧化钠、过氧化钠等，应严格密封（应该蜡封）。

④ 易相互作用的试剂，如挥发性的酸与氨、氧化剂与还原剂，应分开存放。易燃的试剂如乙醇、乙醚、丙酮与易爆炸的试剂如高氯酸、过氧化氢、硝基化合物，应分开贮存在阴凉通风、不受阳光直接照射的地方。

⑤ 剧毒试剂如氰化钾、氰氟酸、二氯化汞、三氧化二砷（砒霜）等，应特别妥善保管，经一定手续取用，以免发生事故。

1.4 实验目的、要求和注意事项

1.4.1 目的

① 化学实验综合运用了物理和化学领域的一些重要实验技术和手段以及数学运算方法研究物质的性质和化学反应规律。

② 本课程的教学目的是使学生了解和掌握物理化学实验的原理和方法；培养学生实验操作技能；正确处理实验数据和分析实验结果的能力；加深对物理化学基本理论和概念的理解；提高学生分析问题和解决问题的能力；培养学生实事求是的科学态度、严谨的工作作风和勇于开拓的创新意识。

③ 在“基础实验”的基础上开设“设计研究型实验”，促使学生的知识技能向创新能力、研究能力方面转化。

1.4.2 要求

（1）作好预习 学生进实验室之前必须仔细阅读实验书中有关的实验及基础知识，明确本次实验中测定什么量、最终求算什么量、用什么实验方法、使用什么仪器、控制什么实验条件，在此基础上，将实验目的、操作步骤、记录表和实验时注意事项写在预习报告上。

进入实验室后不要急于动手做实验，首先要查对仪器，看是否完好，发现问题及时向指导教师提出，然后对照仪器进一步预习，并接受教师的提问、讲解，在教师指导下做好实验准备工作。

（2）实验操作及注意事项 经指导教师同意方可接通仪器电源进行实验。仪器的使用要严格按照“基础知识与技术”中规定的操作规程进行，不可盲动；对于实验操作步骤，通过预习应心中有数，严禁“照方抓药”式的操作，看一下书，动一动手。实验过程中要仔细观察实验现象，发现异常现象应仔细查明原因，或请教指导教师帮助分析处理。实验结果必须经教师检查，数据不合格的应及时返工重做，直至获得满意结果，实验数据应随时记录在预习笔记本上，记录数据要实事求是、详细准确，且注意整洁清楚，不得任意涂改，并尽量采

用表格形式。要养成良好的记录习惯。实验完毕后,经指导教师同意后,方可离开实验室。

(3) 实验报告 学生应独立完成实验报告,实验报告的内容包括实验目的、简明原理、实验装置、操作步骤、数据处理、结果讨论和思考题。数据处理应有原始数据记录表和计算结果表示,需要计算的数据必须列出算式,对于多组数据,可列出其中一组数据的算式。作图时必须按数据处理部分所要求的去做,实验报告的数据处理中不仅包括表格、作图和计算,还应有必要的文字叙述。例如:“所得数据列入 $\times\times$ 表”,“由表中数据作 $\times\times\sim\times\times$ 图”等,使写出的报告更加清晰、明了,逻辑性强,便于批阅和留作以后参考。结果讨论应包括对实验现象的分析解释、查阅文献的情况、对实验结果误差的定性分析或定量计算、对实验的改进意见和做实验的心得体会等,这是锻炼学生分析问题的重要一环,应予以重视。

1.4.3 实验室守则

① 实验时应遵守操作规则,遵守一切安全措施,保证实验安全进行。

② 遵守纪律,不迟到,不早退,保持室内安静,不大声谈笑,不到处走动,不许在实验室内嬉闹及恶作剧。

③ 使用水、电、煤气、药品试剂等都应本着节约原则。

④ 未经老师允许不得乱动精密仪器,使用时要爱护仪器,如发现仪器损坏,立即报告指导教师并查明原因。

⑤ 随时注意室内整洁卫生,废弃物不能随地乱丢,更不能丢入水槽,以免堵塞。实验完毕将玻璃仪器洗净,把实验桌打扫干净,将公用仪器、试剂药品等都整理整齐。

⑥ 实验时要集中注意力,认真操作,仔细观察,积极思考,实验数据要及时并如实详细地记在预习报告本上,不得涂改和伪造,如有记错可在原数据上划一杠,再在旁边记下正确值。

⑦ 实验结束后,由同学轮流值日,负责打扫整理实验室,检查水、门窗是否关好,电闸是否拉掉,以保证实验室的安全。

实验室规则是人们长期从事化学实验工作的总结,它是保持良好环境和工作秩序、防止意外事故、做好实验的重要前提,也是培养学生优良素质的重要措施。

1.5 化学实验中的误差及数据的表达

由于实验方法的可靠程度、所用仪器的精密度和实验者感官的限度等各方面条件的限制,使得一切测量均带有误差即测量值与真值之差。因此,必须对误差产生的原因及其规律进行研究,方可在合理的人力物力支出条件下,获得可靠的实验结果,再通过实验数据的列表、作图、建立数学关系式等处理步骤,就可使实验结果变为有参考价值的资料,这在科学研究中是必不可少的。

1.5.1 误差的分类

按其性质可分为如下三种。

(1) 系统误差 在相同条件下,多次测量同一量时,误差的绝对值和符号保持恒定,或在条件改变时,按某一确定规律变化的误差,产生的原因如下。

① 实验方法方面的缺陷。例如使用了近似公式。

② 仪器药品不良引起。如电表零点偏差、温度计刻度不准、药品纯度不高等。

③ 操作者的不良习惯。如观察视线偏高或偏低。

改变实验条件可以发现系统误差的存在, 针对产生原因可采取措施将其消除。

(2) 过失误差(或粗差) 这是一种明显歪曲实验结果的误差。它无规律可循, 是由操作者读错、记错所致, 只要加强责任心, 此类误差可以避免。发现有此种误差产生, 所得数据应予以剔除。

(3) 偶然误差(随机误差) 在相同条件下多次测量同一量时, 误差的绝对值时大时小、符号时正时负, 但随测量次数的增加, 其平均值趋近于零, 即具有抵偿性, 此类误差称为偶然误差。它产生的原因并不确定, 一般是由环境条件的改变(如大气压、温度的波动), 操作者感官分辨能力的限制(例如对仪器最小分度以内的读数难以读准确等)所致。

1.5.2 有效数字

当我们对一个测量的量进行记录时, 所记数字的位数应与仪器的精密度相符合, 即所记数字的最后一位为仪器最小刻度以内的估计值, 称为可疑值, 其他几位为准确值, 这样一个数字称为有效数字, 它的位数不可随意增减。例如, 普通 50mL 的滴定管, 最小刻度为 0.1mL, 则记录 26.55 是合理的; 记录 26.5 和 26.556 都是错误的, 因为它们分别缩小和夸大了仪器的精密度。为了方便地表达有效数字位数, 一般用科学记数法记录数字, 即用一个带小数的个位数乘以 10 的相当幂次表示。例如 0.000567 可写为 5.67×10^{-4} , 有效数字为三位; 10680 可写为 1.0680×10^4 , 有效数字是五位, 如此等等。用以表达小数点位置的零不计入有效数字位数。

在间接测量中, 须通过一定公式将直接测量值进行运算, 运算中对有效数字位数的取舍应遵循如下规则。

① 误差一般只取一位有效数字, 最多两位。

② 有效数字的位数越多, 数值的精确度也越大, 相对误差越小。

(1.35 ± 0.01)m, 三位有效数字, 相对误差 0.7%。

(1.3500 ± 0.0001)m, 五位有效数字, 相对误差 0.007%。

③ 若第一位的数值等于或大于 8, 则有效数字的总位数可多算一位, 如 9.23 虽然只有三位, 但在运算时, 可以看作四位。

④ 运算中舍弃过多不定数字时, 应用“4 舍 6 入 5 成双”的法则, 例如有下列两个数值: 9.435、4.685, 整化为三位数, 根据上述法则, 整化后的数值为 9.44 与 4.68。

⑤ 在加减运算中, 各数值小数点后所取的位数, 以其中小数点后位数最少者为准。

⑥ 在乘除运算中, 各数保留的有效数字, 应以其中有效数字最少者为准。例如: $1.436 \times 0.020568 / 85$ 。

其中 85 的有效数字最少, 由于首位是 8, 所以可以看成三位有效数字, 其余两个数值, 也应保留三位, 最后结果也只保留三位有效数字。

⑦ 在乘方或开方运算中, 结果可多保留一位。

⑧ 对数运算时, 对数中的首数不是有效数字, 对数的尾数的位数, 应与各数值的有效数字相当。

⑨ 常数 π , e 及乘子 2 和某些取自手册的常数, 如阿伏伽德罗常数、普朗克常数等, 不受上述规则限制, 其位数按实际需要取舍。

1.5.3 数据处理

化学实验数据的表示法主要有如下 3 种方法：列表法、作图法和数学方程式法。

(1) 列表法 将实验数据列成表格，排列整齐，使人一目了然。这是数据处理中最简单的方法，列表时应注意以下几点。

① 表格要有名称。

② 每行（或列）的开头一栏都要列出物理量的名称和单位，并把二者表示为相除的形式。因为物理量的符号本身是带有单位的，除以它的单位，即等于表中的纯数字。

③ 数字要排列整齐，小数点要对齐，公共的乘方因子应写在开头一栏与物理量符号相乘的形式，并为异号。

④ 表格中表达的数据顺序为：由左到右，由自变量到因变量，可以将原始数据和处理结果列在同一表中，但应以一组数据为例，在表格下面列出算式，写出计算过程。

(2) 作图法 作图法可更形象地表达出数据的特点，如极大值、极小值、拐点等，并可进一步用图解求积分、微分、外推、内插值。作图应注意以下几点。

① 图要有图名。例如“ $\ln K_p - 1/T$ 图”、“ $V-t$ 图”等。

② 要用市售的正规坐标纸，并根据需要选用坐标纸种类：直角坐标纸、三角坐标纸、半对数坐标纸、对数坐标纸等。物理化学实验中一般用直角坐标纸，只有三组分相图使用三角坐标纸。

③ 在直角坐标中，一般以横轴代表自变量、纵轴代表因变量，在轴旁须注明变量的名称和单位（二者表示为相除的形式），10 的幂次以相乘的形式写在变量旁，并为异号。

④ 适当选择坐标比例，以表达出全部有效数字为准，即最小的毫米格内表示有效数字的最后一位。每厘米格代表 1、2、5 为宜，切忌 3、7、9。如果作直线，应正确选择比例，使直线呈 45° 倾斜为好。

⑤ 坐标原点不一定选在零，应使所作直线与曲线匀称地分布于图面中。在两条坐标轴上每隔 1cm 或 2cm 均匀地标上所代表的数值，而图中所描各点的具体坐标值不必标出。

⑥ 描点时，应用细铅笔将所描的点准确而清晰地标在其位置上，可用 $\bigcirc$ 、 $\triangle$ 、 $\square$ 、 $\times$ 等符号表示，符号总面积表示了实验数据误差的大小，所以不应超过 1mm 格。同一图中表示不同曲线时，要用不同的符号描点，以示区别。

⑦ 作曲线时，应尽量多地通过所描的点，但不要强行通过每一个点。对于不能通过的点，应使其等量地分布于曲线两边，且两边各点到曲线的距离之平方和要尽可能相等。描出的曲线应平滑均匀。

(3) 数学方程式法 将一组实验数据用数学方程式表达出来是最为精练的一种方法。它不但方式简单而且便于进一步求解，如积分、微分、内插等。此法首先要找出变量之间的函数关系，然后将其线性化，进一步求出直线方程的系数斜率 m 和截距 b ，即可写出方程式。也可将变量之间的关系直接写成多项式，通过计算机曲线拟合求出方程系数。

求直线方程系数一般有三种方法。

① 图解法 将实验数据在直角坐标纸上作图，得一直线，此直线在 y 轴上的截距即为 b 值（横坐标原点为零时）；直线与轴夹角的正切值即为斜率 m 。或在直线上选取两点（此两点应远离）。

② 平均法 若将测得的 n 组数据分别代入直线方程式，则得 n 个直线方程，将这些方

程分成两组，分别将各组的 x 、 y 值累加起来，得到两个方程，解此联立方程，可得 m 、 b 值。

③ 最小二乘法 这是最为精确的一种方法，它的根据是使误差平方和为最小，最小二乘法是假设自变量 x 无误差或 x 的误差比 y 的小得多，可以忽略不计。

1.6 化学实验室安全知识

在化学实验室里，安全是非常重要的，它常常潜藏着诸如爆炸、着火、中毒、灼伤、割伤、触电等事故的危险性。如何来防止这些事故的发生以及万一发生又如何来急救呢？

这都是每一个化学实验工作者必须具备的素质。这些内容在先行的化学实验课中均已反复地作了介绍。本节主要结合物理化学实验的特点介绍安全用电、使用化学药品的安全防护等知识。

1.6.1 安全用电常识

违章用电常常可能造成人身伤亡、火灾、损坏仪器设备等严重事故。物理化学实验室使用电器较多，特别要注意安全用电。表 1-2 列出了 50Hz 交流电通过人体的反应情况。

表 1-2 不同电流强度时的人体反应 单位：mA

电流强度	1~10	10~25	25~100	100 以上
人体反应	麻木感	肌肉强烈收缩	呼吸困难,甚至停止呼吸	心脏心室纤维性颤动,死亡

为了保障人身安全，一定要遵守实验室安全规则。

(1) 防止触电

- ① 不用潮湿的手接触电器。
- ② 电源裸露部分应有绝缘装置（例如电线接头处应裹上绝缘胶布）。
- ③ 所有电器的金属外壳都应保护接地。
- ④ 实验时，应先连接好电路后才接通电源。实验结束时，先切断电源再拆线路。
- ⑤ 修理或安装电器时，应先切断电源。
- ⑥ 不能用试电笔去试高压电。使用高压电源应有专门的防护措施。
- ⑦ 如有人触电，应迅速切断电源，然后进行抢救。

(2) 防止引起火灾

- ① 使用的保险丝要与实验室允许的用电量相符。
- ② 电线的安全通电量应大于用电功率。
- ③ 室内若有氢气、煤气等易燃易爆气体，应避免产生电火花。继电器工作和开关电闸时，易产生电火花，要特别小心。电器接触点（如电插头）接触不良时，应及时修理或更换。
- ④ 如遇电线起火，立即切断电源，用沙或二氧化碳、四氯化碳灭火器灭火，禁止用水或泡沫灭火器等导电液体灭火。
- ⑤ 防止短路 线路中各接点应牢固，电路元件两端接头不要互相接触，以防短路。电线、电器不要被水淋湿或浸在导电液体中，例如实验室加热用的灯泡接口不要浸在水中。

(3) 电器仪表的安全使用

① 在使用前, 先了解电器仪表要求使用的电源是交流电还是直流电; 是三相电还是单相电以及电压的大小 (380V、220V、110V 或 6V)。须弄清电器功率是否符合要求及直流电器仪表的正、负极。

② 仪表量程应大于待测量。若待测量大小不明时, 应从最大量程开始测量。

③ 实验之前要检查线路连接是否正确。经教师检查同意后方可接通电源。

④ 在电器仪表使用过程中, 如发现有不正常声响、局部升温或嗅到绝缘漆过热产生的焦味, 应立即切断电源, 并报告教师进行检查。

1.6.2 使用化学药品的安全防护

(1) 防毒

① 实验前, 应了解所用药品的毒性及防护措施。

② 操作有毒气体 (如 H_2S 、 Cl_2 、 Br_2 、 NO_2 、浓 HCl 和 HF 等) 应在通风橱内进行。

③ 苯、四氯化碳、乙醚、硝基苯等的蒸气会引起中毒。它们虽有特殊气味, 但久嗅会使人嗅觉减弱, 所以应在通风良好的情况下使用。

④ 有些药品 (如苯、有机溶剂、汞等) 能透过皮肤进入人体, 应避免与皮肤接触。

⑤ 氰化物、高汞盐 [HgCl_2 、 $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ 等]、可溶性钡盐 (BaCl_2)、重金属盐 (如镉、铅盐)、三氧化二砷等剧毒药品, 应妥善保管, 使用时要特别小心。

⑥ 禁止在实验室内喝水、吃东西。饮食用具不要带进实验室, 以防毒物污染, 离开实验室及饭前要洗净双手。

(2) 防爆

① 使用可燃性气体时, 要防止气体逸出, 室内通风要良好。

② 操作大量可燃性气体时, 严禁同时使用明火, 还要防止发生电火花及其他撞击火花。

③ 有些药品如叠氮铝、乙炔银、乙炔铜、高氯酸盐、过氧化物等受震和受热都易引起爆炸, 使用要特别小心。

④ 严禁将强氧化剂和强还原剂放在一起。

⑤ 久藏的乙醚使用前应除去其中可能产生的过氧化物。

⑥ 进行容易引起爆炸的实验, 应有防爆措施。

可燃气体与空气混合, 当两者比例达到爆炸极限时, 受到热源 (如电火花) 的诱发, 就会引起爆炸。

(3) 防火

① 许多有机溶剂如乙醚、丙酮、乙醇、苯等非常容易燃烧, 大量使用时室内不能有明火、电火花或静电放电。实验室内不可存放过多这类药品, 用后还要及时回收处理, 不可倒入下水道, 以免聚集引起火灾。

② 有些物质如磷、金属钠、钾、电石及金属氢化物等, 在空气中易氧化自燃。还有一些金属如铁、锌、铝等粉末, 比表面大也易在空气中氧化自燃。这些物质要隔绝空气保存, 使用时要特别小心。

实验室如果着火不要惊慌, 应根据情况进行灭火, 常用的灭火剂有水、沙、二氧化碳灭火器、四氯化碳灭火器、泡沫灭火器和干粉灭火器等, 可根据起火的原因选择使用。

以下几种情况不能用水灭火: 金属钠、钾、镁、铝粉、电石、过氧化钠着火, 应用干沙