



普通高等教育规划教材



大学化学实验

—无机及分析化学实验分册

DAXUE HUAXUE SHIYAN

—WUJI JI FENXI HUAXUE SHIYAN FENCE

主编 张桂香

副主编 崔春仙 窦英 张瑞华 么敬霞



天津大学出版社
TIANJIN UNIVERSITY PRESS



清华大学出版社



大学化学实验

—无机理分析化学实验分册

编者：王海英、王春生、王春华、王春霞、王春华、王春霞、王春霞
审稿人：王海英、王春生、王春华、王春霞、王春霞、王春霞、王春霞

出版日期：2007年1月第1版
印制日期：2007年1月第1版

主编：王海英
副主编：王春生、王春华、王春霞

普通高等教育规划教材

大学化学实验

—— 无机及分析化学实验分册

主编 张桂香
副主编 崔春仙 窦英 张瑞华 么敬霞

宁波大学 00700369



内容提要

本书是根据教育部化学和化工类基础化学实验课程的教学基本要求，并融合多年基础化学实验教学改革成果编写而成的基础化学实验教材，与化学、化工类专业化学基础课中“无机及分析化学”课程配套使用。本书共四部分，包括绪论、实验中的数据处理、基本知识和基本操作、实验部分。共选入 74 个实验，分为基础实验、化学原理和性质测试实验、化学分析实验及综合设计实验。

本书适合开设的实验学时为 60 ~ 120，可作为普通高等学校化学和化工类专业基础化学实验教材，也可供相关人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验·无机及分析化学实验分册/张桂香主编
天津:天津大学出版社,2011.2

ISBN 978-7-5618-3837-2

I. ①大… II. ①张… 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. 06 - 3

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 013040 号

出版发行 天津大学出版社
出版人 杨欢
地址 天津市卫津路 92 号天津大学内(邮编:300072)
电话 发行部:022-27403647 邮购部:022-27402742
网址 www.tjup.com
印刷 昌黎太阳红彩色印刷有限责任公司
经销 全国各地新华书店
开本 185mm × 260mm
印张 17.5
字数 450 千
版次 2011 年 2 月第 1 版
印次 2011 年 2 月第 1 次
印数 1 - 3 000
定价 30.00 元

凡购本书，如有缺页、倒页、脱页等质量问题，烦请向我社发行部门联系调换

版权所有 侵权必究

前　　言

本书是根据“无机及分析化学”课程的基本要求,在总结了多年无机及分析化学实验教学实践和改革的基础上,借鉴了其他院校化学实验教学改革的经验,通过向各届相关专业学生发放实验课设置调查问卷,以及通过相关任课教师和同行的充分讨论研究编写而成。

化学实验课是全面实施化学素质教育最有效的教学形式,而无机及分析化学实验是大学一年级学生最早接触的化学实验课。在实验课教学中,运用科学的教学方法,让学生按照认识过程进行学习,即在获得知识和技能的同时,学会运用科学的思维方法,逐步提高自学能力和解决问题的能力,以及学会培养创新意识。要达到此目的,教材起着至关重要的作用。教材既要体现实验课程的任务,又要有相对独立的教学体系,还要体现具有启发性和探究性的教学模式。因此在编写本教材时,我们保留了一些传统的基础实验,也增加了综合性、设计性和研究性实验,并加强了实验的实用性和趣味性。

本书在内容安排上注重由浅入深、由单一到综合、由指导型到研究型的不断深入的教学过程。每个实验内容都由实验目的、预习提示、实验原理、仪器与试剂、实验步骤、提示与备注和思考题七部分内容组成。使学生有的放矢地进行预习、实验和解答问题。

全书共分四个部分。第一部分为绪论,阐述了化学实验课的意义、学习方法、实验室安全,还增加了该课程的成绩评定方法,使学生对该课程的学习任务和要求做到心中有数。第二部分为实验中的数据处理,介绍了误差、有效数字,还增加了计算机绘图技术,特别是增加了Excel图表处理方法的介绍,使大学一年级学生的实验数据处理技术得到了跨越式提升。第三部分为基本知识和基本操作,包括实验室基本知识、无机及定性分析基本操作、滴定分析基本操作、无机制备及重量分析基本操作,增加了数字式光、电仪器的使用说明,为学生的大二、大三年级的后续实验课程的学习奠定了基础。第四部分为实验部分,包括基本操作实验、化学原理实验、元素化学实验、酸碱滴定分析实验、配位滴定分析实验、氧化还原滴定分析实验、沉淀滴定分析实验、重量法定量分析实验、无机化合物提纯与制备实验和综合设计实验。

在实验内容编写中,每个实验都增加了预习提示、提示与备注,加大了思考题的题量,针对学生在平时实验中的疑问和易犯的错误,通过思考题的形式得以解决;变更了每个模块的实验内容安排,减少了部分重复性的基础验证性实验。如删除了反应热效应测定实验,杜绝了与《有机及物理化学实验分册》的重复编写;在化学原理实验中,增加了氯离子选择性电极法测定 PbCl_2 的 K_{sp}^{\ominus} 、电导率法测定 BaSO_4 的 K_{sp}^{\ominus} ,使学生通过本课程的学习,掌握多种方法测定同一种物性常数,做到所学理论知识的融会贯通;每个分析化学实验模块都是按照先基础验证性实验,再应用性实验,大大提高了应用性实验的比重,同时在测定方法选择上注重选用国家标准中规定的分析方法,提高了学生的科学素养,为后续课程的学习打下了坚实的基础。如增加了果品总酸度测定、胃舒平药片中 Al^{3+} 、 Mg^{2+} 含量的测定、土壤中有机质含量的测定、调味品中 NaCl 含量的测定和磷肥中水溶磷的测定等15个应用性实验;重新编写了综合设计实验。为了改善以往学生对综合设计实验的畏难情绪和模糊认识,本次编写注重对每个实验方案的启发、引导,通过本课程的学习,大多数实验学生都可以运用所学知识设计合理的实验步骤,并能

正确处理实验结果,如蛋壳中 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 含量测定实验,从原始样品的前处理,到组分分析测定以及结果的正确表示,学生都亲自完成,使其熟悉并掌握了定量分析全过程,提高了学生的实验兴趣和成就感;注重“绿色化学”理念在实验教学中的实施,增设了 Na_2CO_3 的制备及提纯,与双指示剂法测定混合碱含量联合,节省了大量的 Na_2CO_3 试剂;粗硫酸铜的提纯与铜含量的测定联合,既增强了学生实验结果的成就感,又为实验室节省了大量的硫酸铜试剂。

参加本书编写的有张桂香、崔春仙、窦英、张瑞华、么敬霞、冀玲芳、迟玉中、安丽娟、周辰。具体分工是:张桂香编写第四部分实验 4.2 ~ 实验 4.4、实验 4.19 ~ 实验 4.23、实验 4.28 ~ 实验 4.33、实验 4.44 ~ 实验 4.46;崔春仙编写第四部分实验 4.5、实验 4.6、实验 4.9 ~ 实验 4.14、实验 4.17、实验 4.53 ~ 实验 4.55;窦英编写第四部分实验 4.24 ~ 实验 4.27、实验 4.34 ~ 实验 4.43、实验 4.47 ~ 实验 4.52;张瑞华编写第四部分实验 4.1、实验 4.7、实验 4.8、实验 4.18、实验 4.15、实验 4.16、实验 4.56 ~ 实验 4.59;么敬霞编写第三部分 3.2.2 ~ 3.4 和附录 11 ~ 19;冀玲芳编写第二部分和第四部分实验 4.68 ~ 实验 4.74;迟玉中编写第一部分和第四部分实验 4.60 ~ 实验 4.67;安丽娟编写第三部分 3.1 ~ 3.2.1 和附录 1 ~ 10;周辰编写第三部分 3.5。全书由张桂香统稿。

本书在编写过程中,得到了李梅、宋永年、徐宝玲、李金枝、张巧珍、赵彦丽、张佳宜等老师的帮助,在此表示感谢。

由于编者水平有限,书中难免存在疏漏,恳请读者批评指正。

编者

2010 年 10 月

目 录

| | |
|------------------------------|------|
| 第一部分 绪论 | (1) |
| 1.1 化学实验课的意义、目的和学习方法 | (1) |
| 1.1.1 化学实验课的意义 | (1) |
| 1.1.2 开设化学实验课的主要目的 | (1) |
| 1.1.3 化学实验的学习方法 | (1) |
| 1.1.4 无机及分析化学实验成绩评定办法 | (2) |
| 1.2 化学实验室安全 | (3) |
| 1.2.1 化学实验规则 | (3) |
| 1.2.2 实验室安全知识 | (3) |
| 1.2.3 实验室一般伤害的救护 | (4) |
| 1.2.4 灭火常识 | (4) |
| 第二部分 实验中的数据处理 | (6) |
| 2.1 误差和数据处理 | (6) |
| 2.1.1 误差 | (6) |
| 2.1.2 数据处理 | (7) |
| 2.2 有效数字 | (8) |
| 2.2.1 有效数字的概念 | (9) |
| 2.2.2 有效数字的应用规则 | (9) |
| 2.3 实验数据的表示 | (10) |
| 2.3.1 实验数据的表示方法 | (10) |
| 2.3.2 作图技术简介 | (11) |
| 2.3.3 实验数据的 Excel 图表处理 | (12) |
| 第三部分 基本知识和基本操作 | (17) |
| 3.1 实验室基本知识 | (17) |
| 3.1.1 实验室常用仪器介绍 | (17) |
| 3.1.2 玻璃工操作和塞子钻孔 | (24) |
| 3.1.3 常用玻璃仪器的洗涤和干燥 | (26) |
| 3.1.4 实验室用水 | (28) |
| 3.1.5 化学试剂的规格 | (30) |
| 3.1.6 气体钢瓶 | (30) |
| 3.2 无机及定性分析基本操作 | (31) |
| 3.2.1 化学试剂的取用 | (31) |
| 3.2.2 溶液的配制 | (32) |
| 3.2.3 试管和离心试管的使用 | (33) |

| | | |
|-------------|---------------------------------|-------|
| 3.2.4 | 点滴板的使用 | (34) |
| 3.2.5 | 试纸的使用 | (35) |
| 3.3 | 滴定分析基本操作 | (36) |
| 3.3.1 | 试样的前处理 | (36) |
| 3.3.2 | 分析天平的结构及使用 | (37) |
| 3.3.3 | 容量瓶及吸管的使用 | (40) |
| 3.3.4 | 滴定管的使用 | (42) |
| 3.4 | 无机制备及重量分析基本操作 | (44) |
| 3.4.1 | 加热 | (44) |
| 3.4.2 | 制冷技术 | (45) |
| 3.4.3 | 溶解 | (46) |
| 3.4.4 | 沉淀 | (46) |
| 3.4.5 | 过滤 | (47) |
| 3.4.6 | 蒸发(浓缩)、结晶与重结晶 | (49) |
| 3.4.7 | 固体物质的干燥和灼烧 | (50) |
| 3.5 | 光仪器和电仪器的使用 | (51) |
| 3.5.1 | pH计的使用 | (51) |
| 3.5.2 | 电导率仪 | (57) |
| 第四部分 | 实验部分 | (61) |
| 4.1 | 基本操作实验 | (61) |
| 实验 4.1 | 无机化学基本操作练习 | (61) |
| 实验 4.2 | 分析化学实验基本操作练习 | (63) |
| 实验 4.3 | 容量仪器的校正 | (65) |
| 实验 4.4 | 酸碱标准溶液的配制与浓度比较 | (69) |
| 4.2 | 化学原理实验 | (72) |
| 实验 4.5 | 醋酸解离常数的测定 | (73) |
| 实验 4.6 | 缓冲溶液缓冲容量的测定 | (77) |
| 实验 4.7 | 氯离子选择性电极法测定氯化铅的溶度积常数 | (79) |
| 实验 4.8 | 电导率法测定 BaSO ₄ 的溶度积常数 | (81) |
| 实验 4.9 | 化学反应速率的测定和求活化能 | (84) |
| 实验 4.10 | CO ₂ 相对分子量的测定 | (88) |
| 实验 4.11 | 电极电势的测定 | (89) |
| 4.3 | 化学元素实验 | (92) |
| 实验 4.12 | p 区重要非金属元素——卤素 | (95) |
| 实验 4.13 | p 区重要非金属元素——氧、硫、氮、磷 | (98) |
| 实验 4.14 | p 区重要金属元素——锡、铅、锑、铋 | (101) |
| 实验 4.15 | d 区金属——铬、锰、铁、钴、镍 | (106) |
| 实验 4.16 | ds 区金属元素——铜、银、锌、镉、汞 | (111) |
| 实验 4.17 | 阴离子混合溶液中离子的分离与鉴定 | (115) |

| | |
|--|--------------|
| 实验 4.18 阳离子混合溶液中离子的分离与鉴定 | (117) |
| 4.4 酸碱滴定分析实验 | (120) |
| 实验 4.19 盐酸标准溶液的配制与标定 | (121) |
| 实验 4.20 NaOH 标准溶液的配制与标定 | (123) |
| 实验 4.21 碱液中 NaOH 及 Na ₂ CO ₃ 含量的测定 | (125) |
| 实验 4.22 工业纯碱中总碱度的测定 | (126) |
| 实验 4.23 食醋中总酸度的测定 | (128) |
| 实验 4.24 硫酸铵肥料中含氮量的测定 | (129) |
| 实验 4.25 果品中总酸度测定 | (132) |
| 实验 4.26 酱油中总酸量(度)和氨基氮的测定 | (134) |
| 实验 4.27 非水滴定法测定 α - 氨基酸含量 | (137) |
| 4.5 配位滴定分析实验 | (138) |
| 实验 4.28 EDTA 标准溶液的配制与标定 | (138) |
| 实验 4.29 自来水硬度的测定 | (141) |
| 实验 4.30 铅、铋混合溶液中铅、铋含量的连续测定 | (142) |
| 实验 4.31 石灰石或白云石中钙镁含量的测定 | (144) |
| 实验 4.32 胃舒平药片中 Al ³⁺ 、Mg ²⁺ 含量的测定 | (147) |
| 实验 4.33 多种金属离子溶液中 Cu ²⁺ 离子含量的测定 | (149) |
| 4.6 氧化还原滴定分析实验 | (151) |
| 实验 4.34 硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定 | (151) |
| 实验 4.35 高锰酸钾标准溶液的配制与标定 | (154) |
| 实验 4.36 过氧化氢含量的测定 | (156) |
| 实验 4.37 铁矿石中铁含量的测定(无汞定铁法) | (158) |
| 实验 4.38 水果中抗坏血酸(Vc)含量的测定 | (159) |
| 实验 4.39 工业苯酚纯度的测定 | (162) |
| 实验 4.40 商品硫化钠总还原能力的测定 | (163) |
| 实验 4.41 高锰酸钾法测定软锰矿的氧化力 | (165) |
| 实验 4.42 食盐中含碘量的测定 | (166) |
| 实验 4.43 土壤中有机质含量的测定 | (168) |
| 4.7 沉淀滴定分析实验 | (170) |
| 实验 4.44 氯化物中氯含量的测定(Mohr 法) | (170) |
| 实验 4.45 氯化物中氯离子含量的测定(Volhard 法) | (172) |
| 实验 4.46 氯化物中氯含量的测定(Fajans 法) | (173) |
| 实验 4.47 调味品中氯化钠的含量 | (175) |
| 4.8 重量法定量分析实验 | (177) |
| 实验 4.48 可溶性硫酸盐中硫的测定 | (177) |
| 实验 4.49 氯化钡样品中钡含量的测定 | (179) |
| 实验 4.50 钢铁中镍含量的测定 | (181) |
| 实验 4.51 硅酸盐中二氧化硅含量的测定(动物胶重量法) | (183) |

| | |
|--|--------------|
| 实验 4.52 磷肥中水溶磷的测定 | (184) |
| 4.9 无机化合物提纯与制备实验 | (186) |
| 实验 4.53 硫酸亚铁铵的制备 | (188) |
| 实验 4.54 硝酸钾的制备和提纯 | (190) |
| 实验 4.55 Na_2CO_3 的制备及纯度分析 | (191) |
| 实验 4.56 纳米氧化锌粉的制备及质量分析 | (194) |
| 实验 4.57 葡萄糖酸锌 $\text{Zn}(\text{C}_6\text{H}_{11}\text{O}_7)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 的制备 | (195) |
| 实验 4.58 软锰矿制备高锰酸钾 | (197) |
| 实验 4.59 硫代硫酸钠的制备及纯度检验 | (198) |
| 4.10 综合设计实验 | (200) |
| 实验 4.60 粗硫酸铜的提纯及铜含量的测定 | (200) |
| 实验 4.61 氯化钠的提纯及氯含量分析 | (202) |
| 实验 4.62 三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备及组成测定 | (204) |
| 实验 4.63 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成、组成测定及性质 | (206) |
| 实验 4.64 水泥中铁、铝、钙、镁含量的测定 | (210) |
| 实验 4.65 铁氧体法处理含铬废水 | (212) |
| 实验 4.66 水样中化学需氧量(COD)的测定 | (214) |
| 实验 4.67 混合溶液中未知离子的分离与鉴定 | (215) |
| 实验 4.68 茶叶中微量元素的分离与鉴定 | (216) |
| 实验 4.69 从海带中提取碘及碘含量分析 | (217) |
| 实验 4.70 石灰石中钙含量的测定(高锰酸钾法) | (218) |
| 实验 4.71 含银废液中金属银提取及含量分析 | (220) |
| 实验 4.72 碘量法测维生素 C(药片) | (223) |
| 实验 4.73 蛋壳中钙、镁含量的测定 | (226) |
| 实验 4.74 植物中某些元素的分离与鉴定 | (227) |
| 附录 | (229) |
| 附录 1 常用的法定计量单位与符号 | (229) |
| 附录 2 弱酸碱的解离常数 | (229) |
| 附录 3 酸碱的浓度和密度 | (231) |
| 附录 4 难溶化合物的溶度积常数 | (232) |
| 附录 5 标准电极电势表 | (233) |
| 附录 6 常见配离子的稳定常数 | (241) |
| 附录 7 常见离子和化合物的颜色 | (242) |
| 附录 8 常用缓冲溶液组成及配制 | (242) |
| 附录 9 某些氢氧化物沉淀和溶解时所需的 pH 值 | (243) |
| 附录 10 常用洗液的配制 | (243) |
| 附录 11 常见离子的特效鉴定方法 | (244) |
| 附录 12 常用基准物质及其干燥条件与应用 | (256) |
| 附录 13 试样的分解 | (257) |

| | |
|----------------------|-------|
| 附录 14 原子量表 | (260) |
| 附录 15 化合物的摩尔质量 | (263) |
| 附录 16 酸碱指示剂 | (266) |
| 附录 17 金属指示剂 | (268) |
| 附录 18 氧化还原指示剂 | (269) |
| 附录 19 沉淀指示剂 | (269) |
| 参考文献 | (270) |

第一部分 绪论

1.1 化学实验课的意义、目的和学习方法

1.1.1 化学实验课的意义

“无机及分析化学”是化学化工类专业学生所学的第一门专业基础课,而“无机及分析化学实验”则是一门与理论课程密切联系又相对独立的实验课程。众所周知,化学是一门实验科学,化学中的定律和学说都源于实验,同时又为实验所检验。化学实验在“无机及分析化学”的课程教学中占有极其重要的地位。基本原理实验与理论教材相联系,使学生的理论知识得到深化、巩固和发展;综合性实验培养学生科学的思维方式和正确的思想方法,培养独立观察现象、全面分析现象以及综合得出结论的能力;设计性实验培养学生的科学精神、创新思维习惯和创新能力。因此化学实验是培养学生分析问题、解决问题、获取知识能力的不可缺少的重要手段。

1.1.2 开设化学实验课的主要目的

通过实验课的学习达到如下目的。

①使学生通过实验获得感性知识,巩固和加深对无机及分析化学基本理论和基础知识的理解。化学实验不仅能使理论知识形象化,而且能生动地反映理论知识适用的条件和范围,能较全面地反映化学现象的复杂性。

②训练学生正确地掌握化学实验的基本操作技能。学生经过严格的训练,学会正确使用各种基本的化学仪器,掌握简单无机物的制备、分离、提纯方法,以及一些无机物的定性和定量的分析方法。

③通过实验,特别是一些综合设计性实验,使学生获得从查找资料、设计方案、动手实验、观察现象、测量数据、分析判断、推断结论以及最后的文字表达等一整套训练,从而提高学生分析问题、解决问题的独立工作能力。

④在培养智力因素的同时,化学实验课又是对学生进行非智力因素素质教育的理想场所。

通过实验可培养学生的科学精神和科学品德,如勤奋不懈、谦虚好学、实事求是、乐于协作、勇于创新、大胆存疑等,也可以培养良好的实验习惯,如整洁、节约、准确、有条不紊等,而这些也都是每位科学工作者获得成功不可缺少的素养。

1.1.3 化学实验的学习方法

要达到以上的实验目的,除了有正确的学习态度外,还需要有一个良好的学习方法。具体的学习方法归纳如下。

1. 预习

认真预习是做好实验的前提。实验前应仔细钻研本书有关内容,必要时还需要查阅其他参考资料,以达到明确实验要求、理解实验原理、熟悉实验步骤及有关的注意事项,了解该实验所涉及仪器的使用,掌握实验数据的处理方法,解答书上提出的思考题。另外,预习时应该对整个实验做到心中有数,哪些实验应先做,哪些应后做,哪些可安排在其他实验间隙中做,以便紧凑而又有条不紊地进行实验。

预习报告是学生在预习中,通过自己的思考,用自己的语言,简明扼要地把预习的内容记录下来。尽可能用反应式、流程图、表格等形式表达,并留出相应的空白以备记录实验现象和数据。

2. 实验

按拟定的实验方案、步骤、试剂用量和实验操作规程进行操作,要求做到以下几点。

①既要大胆又要细心,要仔细观察实验现象,认真测定数据并把观察到的实验现象和实验数据如实、详细而又及时地记录在实验记录本上,原始数据不得涂改,培养自己严谨的科学态度和实事求是的科学作风。

②实验现象多种多样,化学工作者要对这些现象进行综合分析,得出确切结论。化学现象的基本特征有:反应前后颜色的变化,沉淀的生成或溶解,气体的产生或吸收,特殊气味的释放,热量的吸收或放出等。实验者要善于捕捉,深入思考。不要轻易放过“异常”现象,实验中如果发现观察到的实验现象和理论不符合,先要尊重实验事实,同时要认真分析和检查原因,并仔细地重做实验,也可以通过对照实验、空白实验或自行设计实验进行核对,必要时应多次实验,从中得到有益的结论。

③要勤于思考。实验中遇到的疑难问题和异常现象需仔细分析,尽可能通过查找资料解决,亦可与教师讨论得到指导。

④实验中涉及的各类仪器的性能、使用方法、操作技巧等要认真仔细地学习。要注重动手能力的培养,在实验中遇到困难或偶尔出现故障时,不要慌乱,要设法弄清原因并及时排除,以培养自主负责精神。

⑤如实验失败,要检查原因,经实验指导教师同意,重做实验。

3. 实验报告

实验报告是实验的总结,实验后要及时分析实验现象,整理实验数据,把直接的感性认识提高到理性思维阶段。弄清实验现象发生的原因、条件和结果,解释实验现象并做出结论,或根据实验数据进行计算,完成实验报告并及时交给指导教师审阅。

实验报告要求按一定格式书写,字迹端正,叙述要简明扼要,实验记录、数据处理需使用表格形式,所作图形准确清楚,结论明确,报告整齐洁净。实验报告一般应包括下列内容:

- ①实验目的;
- ②实验原理,即化学实验的理论基础;
- ③实验内容,包括实验项目、实验步骤(简明)、实验现象、实验结果,即实验的原始记录。

1. 1. 4 无机及分析化学实验成绩评定办法

- ①实验成绩总分以 100 分计。
- ②实验平时成绩为 50 分。根据记录的平时成绩计算平均分(无故不参加实验者,当次实

验成绩以零分计)。

③实验操作考试成绩为20分。

④笔试成绩为30分。教研室集体流水阅卷,精确记分。

在实验课结束后,笔试考试前,任课教师要事先统计好平时成绩。凡平时无故旷课达三分之一学时的学生取消笔试资格,平时成绩不及格者也取消笔试资格。任课老师要填写取消考试资格申请表,交到学生所在学院办公室。

各任课教师对每一位学生的成绩要认真计算核实,并详细记录。各班成绩要先经教研室核定,然后填写成绩单,一式三份。每班的原始成绩记录交教研室保存。

1.2 化学实验室安全

1.2.1 化学实验室规则

进入化学实验室要遵守以下规则。

①实验前要认真预习,写出预习报告。

②实验时应遵守操作规程,保证实验安全。

③遵守纪律,不迟到早退,提前完成实验者必须经指导教师同意后方可离开实验室。实验室内保持安静,不要大声喧哗。

④要节约使用药品、水、电和煤气,要爱护仪器和实验室设备。在使用精密仪器时应填写使用记录,如发现仪器有故障,应立即停止使用并报告教师。

⑤实验过程中,随时注意保持工作区的整洁。火柴、纸屑等只能丢入废物缸内,不要丢入水槽中,以免水槽堵塞。有毒性或腐蚀性的化学废液和废物要分类收集在指定的容器中处理。实验完毕后,应将玻璃仪器洗净并有序地放入柜中锁好并擦干净实验台面。

⑥实验过程中要仔细观察,将观察到的现象和数据如实地记录在报告本上。根据原始记录,认真地分析问题,处理数据,写出实验报告。

⑦对实验内容和操作规程不合理的地方可提出改进的意见,但实施前一定要与指导教师商讨,经同意后方可进行。

⑧实验室实行轮流值日制度。实验结束后值日生负责打扫实验室,包括拖地,整理和擦干净试剂架、通风橱、公用台面,清理废物和废液,关闭水、电、煤气开关和实验室门窗。

1.2.2 实验室安全知识

在进行化学实验时,会经常使用水、电、煤气和各种药品、仪器,如果马马虎虎,不遵守操作规程,不但会造成实验失败,还可能发生事故(如失火、中毒、烫伤或烧伤等)。事故与安全是一对矛盾,它们在一定的条件下可以相互转化。只要我们在思想上重视安全工作,又遵守操作规程,事故则完全可以避免。

在实验室中,应遵循如下安全守则。

①浓酸、浓碱具有强腐蚀性,使用时要小心,不能让它溅在皮肤和衣服上。要把浓硫酸注入水中,而不可把水注入浓硫酸中。

②有机溶剂(如乙醇、乙醚、苯、丙酮等)易燃,使用时应放在阴凉的地方。

③下列实验应在通风橱内进行:

a. 制备具有刺激性的、恶臭的、有毒的气体(如 H_2S , Cl_2 , SO_2 , Br_2 等)或伴随产生这些气体的反应;

b. 加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸。

④氰化物剧毒,不得入口或接触伤口,且不能碰到酸(氰化物与酸作用放出 HCN 气体,使人中毒)。砷酸和可溶性钡盐也有较强的毒性,不得入口。

⑤用完煤气后或遇煤气临时中断供应时,应立即关闭煤气开关。煤气管道漏气时,应立即停止实验,进行检查。

⑥实验完毕后,应将手洗干净后方可离开实验室。值日生和最后离开实验室的人员应负责检查水、电、煤气开关和门窗是否关好。

1. 2. 3 实验室一般伤害的救护

①割伤。先取出伤口内的异物,用蒸馏水洗净伤口,然后贴上“创可贴”,也可涂以红药水。若伤口过大,应立即送医院救治。

②烫伤。可用高锰酸钾或苦味酸溶液擦洗伤处,不要用水冲洗,也不要弄破水泡。在烫伤处涂烫伤膏或万花油,也可用风油精。

③酸腐蚀。先用大量水冲洗,再用饱和 $NaHCO_3$ 溶液或稀氨水冲洗,然后再用水冲洗。如果酸液溅入眼内,立即用大量水长时间冲洗,再用质量分数为 0.02 的硼砂溶液冲洗,然后再用水冲洗。

④碱腐蚀。先用大量水冲洗,再用质量分数约为 0.02 的 HAc 溶液冲洗,然后再用水冲洗。如果碱液溅入眼内,立刻用大量水长时间冲洗,再用质量分数约为 0.03 的 H_3BO_3 溶液冲洗,然后再用水冲洗。

⑤吸入 H_2S 气体而感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

1. 2. 4 灭火常识

实验过程中万一不慎起火,切不要惊慌,立即采取如下灭火措施。

①关闭煤气阀门,切断电源,移走一切可燃物质(特别是有机溶剂和易燃易爆物质)。

②灭火。物质燃烧需要空气,要有一定的温度,所以灭火的方法一是降温,二是使燃烧物质与空气隔绝。灭火常用的物质是水,它使燃烧区的温度降低而灭火。但在化学实验室里常常不能用水灭火。例如,水能和某些化学药品(如金属钠)发生剧烈反应,会引起更大的火灾。又如,当有的有机溶剂(如苯、汽油)着火时,因水与它们互相不混溶,有机溶剂比水轻而浮在水面上,不仅不能灭火,反而使火场扩大。

下面介绍化学实验室常用的灭火方法。

①一般的小火可用湿布、石棉布或砂土覆盖在着火的物体上(实验室都应备有砂箱和石棉布)。

②火势较大时要用灭火器灭火。实验室常备的灭火器主要有泡沫灭火器,其药液成分为

NaHCO_3 和 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, 它们相互作用产生 Al(OH)_3 和 CO_2 泡沫。泡沫把燃烧物包住与空气隔绝而灭火。泡沫灭火器可用于一般的起火,但不适用于电器和有机溶剂起火。 CO_2 泡沫灭火器内装有液态 CO_2 , 是实验室最常用的灭火器。适用于油类、电器及化学物质的起火,但不适用于一些轻金属(如 $\text{Na}, \text{K}, \text{Al}$ 等)起火。

③当身上衣服着火时,切勿惊慌乱跑,应赶快脱下衣服或就地卧倒打滚。

第二部分 实验中的数据处理

2.1 误差和数据处理

化学是一门实验科学,常进行许多定量的测定,然后由测得的数据,经过计算得到分析结果。分析结果是否可靠是一个十分重要的问题,不准确的分析结果往往会导致错误的结论。但是在实际测定过程中,即使采用最可靠的分析方法,使用最精密的仪器,由技术很熟练的分析人员进行测定,也不可能得到绝对准确的结果。同一个人在相同的条件下对同一个试样进行多次测定,所得结果也不会完全相同。这表明,分析过程中的误差是客观存在的,应根据实际情况正确测定、记录并处理实验数据,使分析结果达到一定的准确度。所以树立正确的误差及有效数字的概念,掌握分析和处理实验数据的科学方法十分必要。

2.1.1 误差

1. 误差的种类

在定量分析中,由多种原因造成的误差,按照性质可分为系统误差和偶然误差两类。

(1) 系统误差(可测误差)

由实验方法、所用仪器、试剂及实验者本身的主观因素造成的误差,称为系统误差。误差的特点如下:

- ①对测定结果的影响比较恒定;
- ②在同一条件下的重复测定中会重复出现;
- ③使测定结果系统地偏高或偏低;
- ④它的大小和正负是可测的。

从系统误差的来源和特点不难看出:经过校正系统,误差可接近消除。

(2) 偶然误差(未定误差)

由一些难以控制的偶然原因造成的误差,称为偶然误差。例如,测量时环境温度、气压的微小变化、实验者一时的辨别差异都可能造成偶然误差。偶然误差的特点如下:

- ①误差数值不定,时大,时小;
- ②误差方向不定,时正,时负。

偶然误差在实验中无法避免。从表面上看,偶然误差没有什么规律,但若用统计的方法去研究,可以从多次测量的数据中找到它的规律性。在实验多次重复后,可看出偶然误差的分布规律如下:

- ①大小相近的正负误差,出现的概率相等;
- ②小误差出现的概率大,大误差出现的概率小,很大误差出现的概率近于零,误差的分布符合正态分布。

一般地说,适当增加测定次数,取多次测定结果的平均值作为分析结果,可以减小偶然误