



面向 21 世纪课程教材

大学基础化学 实验 (I)

第二版

方国女 王 燕 周其镇 编



化学工业出版社
教材出版中心

面向 21 世纪课程教材

大学基础化学实验 (I)

第二版

方国女 王 燕 周其镇 编



化学工业出版社
教材出版中心

· 北 京 ·

(京)新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

大学基础化学实验 (I)/方国女,王燕,周其镇
编. —2 版. —北京:化学工业出版社,2005.3
面向 21 世纪课程教材
ISBN 7-5025-6760-7

I. 大… II. ①方…②王…③周… III. 化学实
验-高等学校-教材 IV. O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2005) 第 018981 号

面向 21 世纪课程教材
大学基础化学实验 (I)
第二版

方国女 王 燕 周其镇 编
责任编辑: 宋 旭 唐旭华
责任校对: 李 林
封面设计: 郑小红

化学工业出版社 出版发行
教材出版中心
(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)
发行电话: (010) 64982530
<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销
化学工业出版社印刷厂印装
开本 787mm×1092mm 1/16 印张 18½ 字数 460 千字
2005 年 5 月第 2 版 2005 年 5 月北京第 4 次印刷
ISBN 7-5025-6760-7/G·1736
定 价: 29.00 元

版权所有 违者必究
该书如有缺页、倒页、脱页者,本社发行部负责退换

第二版前言

《大学基础化学实验(I)》第一版于2000年8月出版。第一版编写旨在建立一个能力与素质为一体的三段式四个层次的实验技能训练模式,即实现基本技能、应用性技能与综合性技能训练。几年来本书经华东理工大学应用化学、制药、生物工程、环境等9个专业和全国一些高等院校的使用,取得了一定的成效。学生通过该模式的训练之后,都能较熟练地掌握有关无机合成、组分的定性和定量分析及基本物性常数测定等实验技能,并且综合应用实验技能解决实际问题的能力都有了显著提高。

实验教学改革是一个长期的不断探索实践的过程,为进一步推进大学一年级化学实验教学的改革和发展,遵循教育部有关实验改革的精神,即要大力改革实验教学的形式和内容,开设综合性、创新性实验和研究性课题,因此第二版教材在保持第一版编写的指导思想和教材特色的基础上,欲在进一步加强学生的自学能力、解决实际问题的能力和创新能力的培养方面作一些新的尝试,据此对第一版作了如下修改。

一、新增第5章设计性综合实验技能训练。编者在多年开设创新实验的基础上,经过精选创新实验内容,编写了一组设计性新实验,实验内容难度适中,有一定的趣味性和应用性,并附有合理的指导,学生在实验指导的指点下,通过查阅资料、综合应用理论知识、设计实验方案以及实施自拟方案等环节,以提高独立分析与解决问题的能力 and 创新能力。

二、新增了第6章实验指导。这一章是教师多年来实验教学实践的总结。实验指导分为预习要求、实验中的注意事项和思考题简要解答三个方面,尝试将教师原在实验课上讲解的内容变为实验指导的阅读资料,让学生通过充分预习,掌握实验的基本理论、操作的关键步骤和注意事项。新的教学形式,将提高学生的预习效果、自学和再学习的能力,增加教师对学生个性指导的机会,有效地增加学生的实践时间,提高实验课的效果和效率。

三、对原第1~4章内容进行了部分精简,实验编排作了合理的调整,增设气相色谱分析等新实验。

四、为使教材能体现科学技术的不断发展,更新了实验中所涉及的仪器,同时考虑到地区差异,适当保留了原有仪器的型号和使用方法。

本次修改工作由方国女、王燕、周其镇、樊行雪、陈娅如、虞大红参加。张敏负责全书附录的修改,方国女、王燕负责全书的统稿工作。

本次修改得到了华东理工大学教务处、化学工业出版社、华东理工大学出版社、华东理工大学教材建设委员会、华东理工大学化学与制药学院及使用本教材的各高等院校师生的大力支持,在此深表感谢。

本次修改是否妥当,恳请同行及读者提出宝贵意见。

编者

2005年1月

第一版前言

为适应 21 世纪的科技发展和对社会对理科应用化学人才培养的需求,应用化学专业的化学实验课程在多年的无机和分析化学实验改革的基础上进入了新的阶段,新课程设置将尝试打破原分设四门化学实验课程的体系,而将化学实验课程独立设置,在此基础上编写了大学基础化学实验。

大学基础化学实验(I)是针对大学一年级学生而编写的实验课程的教材,本教材具有下列特点。

一、实验内容的安排是以加强实验技能的综合训练和素质能力培养为主线,将实验内容分为三个层次:①基本技能训练实验,②应用性技能训练实验,③综合性技能训练实验。三个层次的实验由浅入深,由简到繁,由单元技能训练到组合技能训练,最后跨入综合性设计实验,循序渐进,逐步提高。让一年级学生逐步建立应用意识,掌握必备的化学实验技能和方法,确立正确的量的概念,具有良好的实验素养和严谨的科学态度,使学生初步具备获取知识的能力和开拓创新的能力,并树立不断学习、终生学习的观念与掌握科学的思维方法。

二、实验内容涉及无机合成、组分提纯、定性和定量分析、物性及相关化学常数测定。由于实验独立设课,因而教材中增设实验原理、方法与技能的理论课内容。

三、增添了许多结合实际应用性的新实验,改进了实验手段,结合了计算机辅助教学,力图达到提高学生素质和实践动手能力的目的。

四、本教材在编写中,改变了单一传授技能训练的模式,加强了学生自行设计类型的实验内容,让学生有充分思考、开拓和创新的余地。

五、本教材主要适用于应用化学专业学生的使用。参考学时 144~170。在编写时还从不同层次的实验教学要求出发,在每一类型实验中都编写了一组平行实验,以供挑选,所以本书也可供其他化工类或相关专业的学生选用。

全书主要由周其镇、方国女、樊行雪编写,参加编写的还有虞大红、王燕、许学敏、李芝香、陈娅如、孙东晓等,张敏,杨晓玲和钮雪芬、文辉、张蕾等参加了本书的部分实验工作。

在本教材编写中受到“面向 21 世纪应用化学课程系列改革课题组”负责人朱明华教授和冯仰婕教授的亲切关怀与热情指导,为本教材提出许多宝贵意见,在此表示衷心感谢。

本教材的编写也是一种探索,希望能获得读者与同行的批评指正,以鞭策我们在现代实验教学内容与方法的改革实践中,争取获得更好的成效。

编 者

1999 年 12 月

目 录

第 1 章 绪论	1
1.1 教学特点	1
1.2 课程设计思路与教学要求	1
1.3 学习方法	2
1.4 实验报告格式示例	3
1.5 实验结果处理	6
1.5.1 测定结果的准确度和精密度	6
1.5.2 定量分析中误差产生的原因	7
1.5.3 消除或减免误差、提高分析准确度的方法	9
1.5.4 有效数字及运算规则	9
1.5.5 分析结果的数据处理	11
1.5.6 实验结果的数据表达与处理	14
1.6 化学实验基本常识	15
1.6.1 化学实验室学生守则	15
1.6.2 实验室安全守则	16
1.6.3 实验室中意外事故处理	16
第 2 章 基本实验技能训练	17
2.1 滴定分析	17
2.1.1 概述	17
2.1.2 基本操作技能	24
2.1.3 基本技能训练实验	34
实验一 煤气灯的使用及玻璃管(棒)和滴管的制作	34
实验二 天平与称量	36
实验三 容量器皿的校准	37
实验四 酸碱标准溶液的配制和浓度比较	39
实验五 酸碱标准溶液浓度的标定	41
实验六 食用醋酸含量的测定	43
实验七 碱灰中总碱度的测定	44
2.2 重量分析	44
2.2.1 基本原理	44
2.2.2 基本操作技能	48
2.2.3 重量分析的计算	51
2.2.4 重量分析实验	52
实验八 氯化钡中钡含量的测定(重量法)	52
实验九 丁二酮肟镍重量法测定钢样中镍含量	53

2.3 元素化学与应用	54
2.3.1 离子的分离、鉴定及元素化合物的性质	54
2.3.2 定性及试管反应操作技能	74
2.3.3 无机化合物的制备和提纯	77
2.3.4 无机制备操作技能	81
2.3.5 元素化学与应用实验	87
实验十 s 区主要金属元素及化合物的性质与应用	87
实验十一 p 区主要非金属元素及化合物的性质与应用 (一)	90
实验十二 p 区重要非金属元素及化合物的性质与应用 (二)	93
实验十三 p 区主要金属元素及化合物的性质与应用	99
实验十四 d 区元素 (铬、锰、铁、钴、镍) 化合物的性质与应用	103
实验十五 ds 区元素 (铜、银、锌、镉、汞) 化合物的性质与应用	107
实验十六 未知实样分离与鉴定	112
实验十七 纸色谱法分离与鉴定 Fe^{3+} 、 Co^{2+} 、 Ni^{2+} 、 Cu^{2+}	113
实验十八 从硼砂废渣中提取七水硫酸镁 (含微型实验)	114
实验十九 硫酸铝钾的制备	116
实验二十 四碘化锡的制备 (含微型实验)	117
实验二十一 由软锰矿制备高锰酸钾	118
实验二十二 硫酸亚铁铵的制备 (含微型实验)	120
第3章 应用性实验技能训练	122
3.1 常用仪器原理与操作技能	122
3.1.1 pHs-3C 型酸度计	122
3.1.2 722 型分光光度计	125
3.1.3 DDS-307 型电导率仪	127
3.1.4 化学基本常数的测定与常用仪器分析实验	129
实验二十三 硼酸的线性滴定法与酸常数的测定	129
实验二十四 醋酸的电位滴定和酸常数的测定	130
实验二十五 氯离子选择性电极法测定试样中氯含量及氯化铅的溶度积常数	132
实验二十六 电化学方法与滴定分析法标定硫代硫酸钠	133
实验二十七 磺基水杨酸合铜配合物的逐级稳定常数的测定	136
实验二十八 分光光度法测定 $[\text{Ti}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ 、 $[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$ 和 $[\text{Cr}(\text{EDTA})]^-$ 的分裂能 Δ_0	139
实验二十九 邻菲罗啉分光光度法测定微量铁和配合物的稳定常数	141
实验三十 电导法测定 BaSO_4 的溶度积常数	143
实验三十一 气相色谱法分析烷烃混合物的组成及含量	144
3.2 基本物性常数测量	148
3.2.1 温度的测量及其控制	148
3.2.2 电位测量仪的原理与使用	158
实验三十二 硫化钠的提纯	161
实验三十三 蒸馏法回收乙醇	162

实验三十四 液体黏度的测定	163
实验三十五 溶解热测定 (计算机在线测定)	165
实验三十六 恒温槽的装配和原电池热力学	168
实验三十七 硫酸铜中结晶水及其脱水温度的测定 (计算机模拟实验)	170
实验三十八 蔗糖燃烧焓和生成焓的测定 (计算机模拟实验)	172
第4章 综合性实验技能训练	174
4.1 食品中某些组分的测定	174
实验三十九 酸奶中总酸度的测定	174
实验四十 蛋壳中 Ca、Mg 含量的测定	175
方法 I 配合滴定法测定蛋壳中 Ca、Mg 总量	175
附: EDTA 标准溶液的配制与标定	176
方法 II 酸碱滴定法测定蛋壳中 CaO 的含量	177
方法 III 高锰酸钾法测定蛋壳中 CaO 的含量	178
实验四十一 茶叶中微量元素的鉴定与定量测定	179
4.2 化合物的合成和测试	181
实验四十二 三草酸合铁 (III) 酸钾的合成及组成测定	181
附: 高锰酸钾标准溶液的配制与标定	184
实验四十三 含锌药物的制备及含量测定	186
4.3 废物中有效成分的回收利用	188
实验四十四 废烂板液的综合利用	188
附: 硫酸铜中铜含量的测定	191
实验四十五 从含碘废液中提取单质碘与制备碘化钾	191
实验四十六 利用盐泥提取 $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	193
实验四十七 从含银废液或废渣中提取银、制备硝酸银和含量测定	194
第5章 设计性综合实验技能训练	196
5.1 食物中某些元素的鉴定和测试	196
实验四十八 食物中某些元素的鉴定	196
实验四十九 维生素 C 含量的测定	196
实验五十 食用油中酸值和过氧化值的测定	197
5.2 化合物的合成与测试	197
实验五十一 氧化亚铜制备和组分测定	197
实验五十二 钴 (III) 配合物的制备及其组成的测定	198
5.3 废物中有效成分的回收利用	198
实验五十三 由粗氧化铜制备硫酸铜试剂和组成测定	198
实验五十四 废干电池的综合利用	199
实验五十五 从镍废渣中提取硫酸镍、制备氯化六氨合镍 (II) 及组成测定	199
第6章 实验指导	200
附录	259
附录 1 298.2K 时各种酸的酸常数	259
附录 2 298.2K 时各种碱的碱常数	259

附录 3	常用酸碱试剂的浓度和密度	260
附录 4	常用酸碱指示剂	260
附录 5	酸碱混合指示剂	260
附录 6	常用缓冲溶液的配制	261
附录 7	沉淀及金属指示剂	262
附录 8	氧化还原法指示剂	262
附录 9	难溶电解质的溶度积 (298.2K)	262
附录 10	标准电极电位 (298.2K)	264
附录 11	式量电位	265
附录 12	一些常见配位化合物的稳定常数	265
附录 13	常见离子和化合物的颜色	266
附录 14	某些试剂的配制	267
附录 15	常用基准物质	268
附录 16	一些物质或基团的相对分子质量	269
附录 17	英语化学实验精选	269
参考文献		286

第 1 章 绪 论

大学基础化学实验 (I) 是针对 21 世纪应用化学专业人才培养目标的要求而设置的一门新课程, 在应化专业设置的化学实验系列课程中有大学基础化学实验 (I)、(II)、(III) 与科学训练 (I)、(II) 等五门课程。大学基础化学实验 (I) 是化学系列实验课程中最基础的一门课程, 在内容编排上打破原无机、分析、有机、物化四门化学实验课程自成体系的系统, 对技能训练进行科学组合, 更加注意培养学生的素质, 注意培养学生的创新能力, 让学生早期渗入应用意识, 早期树立“量”的概念。为此对课程的教学特点, 课程设计思路及课程的学习方法等作简单介绍。

1.1 教学特点

(1) 大学基础化学实验 (I) 是面向大学一年级学生开设的一门独立的化学实验课, 以培养学生素质与能力为主线而设置实验内容与实验进度。在加强基本技能与应用性技能训练的同时开设实验原理课, 加强实验方法与原理的研究, 让学生有一个较完整的实验科学研究思维空间, 逐步确立开拓与创新能力。

(2) 打破四门化学界线, 理顺化学实验技能的要求, 让学生循序渐进, 由浅入深, 由简单到复杂, 逐步提高, 克服四门化学实验技能简单交叉重复的缺点。从低年级开始渗入应用意识, 把原无机化学基本理论与化学分析方法结合, 把元素化合物性质试验与元素定性鉴定或实际应用相结合, 把无机化学常数及物理量检测与物理化学测试技术及常用分析仪器相结合, 把有机化学回流单元操作结合于无机合成实验中, 把基本操作融化于应用性实验之中, 压缩了单纯技能训练, 减少了验证性实验, 把实验技能训练与生产实际相结合, 使学生能尽早体会到实验方法的具体应用, 及早建立“学以致用”的思想观念。

(3) 更新实验内容, 删除传统陈旧的实验, 开发与生命科学、生物化学、材料科学及环境化学等有关的应用性近代化学实验, 引入多媒体技术和微型仪器技术, 改善实验条件。

(4) 实验技能训练, 遵循由简单到复杂, 由单元训练至综合性训练, 由基本技能训练至应用性技能最后到综合性技能训练等原则。使学生由浅入深、由低到高, 循序渐进地学习。

(5) 加强综合性和设计性的实验内容, 使学生通过科学研究的初步实践初步学会查阅资料, 自行设计实验方法, 独立完成实验, 并以小论文形式书写实验总结, 逐步养成严谨的科学态度与科学的思维方法。

1.2 课程设计思路与教学要求

大学基础化学实验 (I) 是一门独立的化学实验课, 通过学习本课程, 掌握大学一年级化学实验基本技能, 培养独立思考问题、解决问题的能力与实验动手能力, 逐步树立严谨学风, 培养良好素质, 为学好后继课程与科学研究打下基础。

实验分四个不同层次进行,由浅入深,循序渐进,由单元技能至组合技能,直至综合性与设计性实验技能。在实验技能训练前,增设实验原理课,进行实验原理和方法的研讨。四个层次的实验内容如下。

(1) 第一层次:基本实验技能训练

① 滴定分析:涉及滴定分析原理与操作技能,重点通过酸碱滴定法学习天平称量,滴定管、容量瓶及移液管的准备与使用技能,逐步延伸到氧化还原法,配合滴定法及沉淀滴定法。

② 重量分析:涉及重量分析原理与操作技能,通过沉淀的形成和测定实验,学习沉淀、过滤、洗涤、干燥、灼烧、恒重、称量等基本操作技能。

③ 元素化学与应用:涉及元素分离鉴定及制备应用的原理与操作技能,通过元素化合物性质及分离鉴定实验,学习试管反应与化学定性分析的操作技能,结合元素及化合物的制备,学习无机制备的基本方法与操作技能。

(2) 第二层次:应用性实验技能训练 在第一阶段实验技能训练基础上,学习有关物性常数、化学常数及物质含量测定的基本方法,了解与掌握常用分析测定仪器的基本原理,使用方法及测量技能。在实验内容安排上注意各类常数测定与物质含量测定有机结合,消除原来几门化学实验内容的不必要的重复和机械分割的弊病。

(3) 第三、四层次:综合性和设计性实验技能训练 通过综合性和设计性无机合成实验,让学生学会初步查阅资料,自行设计实验方案,独立完成实验,以小论文形式书写实验总结。做一次小型科学研究训练。通过实验使学生较全面了解无机物制备、提纯及组分测定的全过程,同时对学生进行基本实验技能操作综合训练与全面考核。

在实验教材中每一个层次的实验都设置多个实验内容,在教学实践中便于由浅入深螺旋式上升组织教学,每个学期可按三至四个层次来安排实验。在大学一年级实验中,第一学期以基本技能和应用性技能训练为主,将滴定分析、重量分析列为基本技能训练,让学生在实验开始时就有一个严格的量的概念与误差的基本知识,又为化合物常数测定与综合性实验打下了坚实基础。第二学期以应用性与综合性技能为主,并可安排设计性实验,以达到不仅巩固和提高学生基本操作技能,而且更注重培养学生分析解决问题的能力以及实验动手的能力,为后继课程打下坚实基础。

1.3 学习方法

大学基础化学实验是一门应用性很强的实验课程,因此,“学以致用”是学生学习本课程的必备观念,本课程的学习不仅是后继课程的基础,而且是今后工作的基础,因此,学生在学习过程中应有明确的目标,培养对实验的兴趣,树立对实验的信心。伟大的科学家爱因斯坦说“成功=艰苦的劳动+正确的方法+少说空话”。学生要在实验技能方面取得成功,必须付出艰苦劳动,实事求是,一丝不苟,提高实验课效率,抓好实验教学每一环节。因此本课程要求学生认真做到:

(1) 实验前充分预习,写好预习报告

① 仔细阅读实验教材及有关理论教材。

② 书写预习报告。内容包括:a. 实验目的要求, b. 实验原理, c. 实验方法, d. 预习思考题。书写要求简明扼要,切忌抄书,实验方法按不同实验要求,用方框、箭头或表格形

式表达。

(2) 实验中认真务实 严格按实验内容与操作规程进行, 在实验中必须做到以下几点。

① “看”: 仔细观察实验现象, 包括气体的产生, 沉淀的生成, 颜色的变化及温度、压力、流量等参数的变化。

② “想”: 开动脑筋仔细研究实验中产生的现象, 分析、解决问题, 对感性认识作出理性分析, 找出正确实验方法, 逐步提高思维能力。

③ “做”: 把思考的结果动手进行实验, 从而掌握实验基本方法与操作技能, 培养动手能力。

④ “记”: 善于及时记录实验现象与数据, 养成及时规范地记录与表达实验数据的良好实验习惯。

⑤ “论”: 善于对实验中产生的现象进行理性讨论, 提倡学生之间或师生之间的讨论, 提高每次实验的效果。

(3) 实验后认真总结写好实验报告 实验报告是实验的总结, 是把感性认识上升到理性认识的过程, 是培养学生思维能力、书写能力和总结能力的有效方法。实验报告要求字迹端正、整齐清洁、语句通顺、格式统一。实验报告内容包括以下几方面。

① 实验名称、实验日期。

② 实验目的: 写明对本实验的要求。

③ 实验原理: 简述实验的基本原理及反应方程式。

④ 实验方法: 用箭头、方框、表格等形式简洁明了地表达实验进行的过程。

⑤ 实验结果: 实验的数据处理及结果表达。

⑥ 实验讨论: 对实验进行小结, 包括对实验条件与结果的讨论。

1.4 实验报告格式示例

1.4.1 滴定分析与重量分析示例

NaOH 标准溶液浓度标定

××年×月×日

一、实验目的

二、实验原理

三、实验方法

称邻苯二甲酸氢钾 3 份
0.4~0.6 g (0.1 mg) → 锥形瓶 → + H₂O → 30~50 mL → + 酚酞 → 2 滴 → ↓ NaOH → 滴定 → 微红 (终点)

四、实验结果 (数据记录与数据处理)

项 目	I	II	III
(邻苯二甲酸氢钾+称量瓶) m_1/g	19.2743	18.7391	18.2036
(邻苯二甲酸氢钾+称量瓶) m_2/g	18.7391	18.2036	17.6748
邻苯二甲酸氢钾质量 m/g	0.5352	0.5355	0.5288
NaOH 体积 (终)/mL	25.35	26.34	24.88
NaOH 体积 (初)/mL	0.13	1.18	0.03
NaOH 体积/mL	25.22	25.16	24.85

续表

项 目	I	II	III
计 算 式	$c_{\text{NaOH}} = \frac{m \times 1000}{204.2 \times V_{\text{NaOH}}}$		
$c_{\text{NaOH}} / (\text{mol} \cdot \text{L}^{-1})$	0.1039	0.1042	0.1042
c_{NaOH} 平均值	0.1041		
相对偏差	0.2%	0.1%	0.1%

五、讨论

六、思考题

1.4.2 性质测定实验示例

电位滴定法测定 HAc 酸常数及 HAc 浓度

一、实验目的

二、实验原理

三、实验方法

吸 HAc $\xrightarrow{10\text{mL}}$ 容量瓶 $\xrightarrow{+\text{H}_2\text{O}}$ 稀释至 100mL $\xrightarrow{10\text{mL}}$ 吸试液 小烧杯 $\xrightarrow{5.0\text{mL}}$ $1\text{mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{KCl}$ $\xrightarrow{+\text{H}_2\text{O}}$ 35mL 插入电极测定

四、实验结果与数据处理

1. 数据记录与处理

序号	V/mL	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta V$	$\Delta^2\text{pH}/\Delta V^2$	序号	V/mL	pH	$\Delta\text{pH}/\Delta V$	$\Delta^2\text{pH}/\Delta V^2$
1	0	2.96			9	4.40	5.90	2.80	
2	1.00	3.56			10	4.50	6.18	5.80	30.0
3	2.00	4.21			11	4.60	6.76	24.8	190.0
4	3.00	4.80			12	4.70	9.24	8.20	166
5	4.00	5.36			13	4.80	10.06	4.60	-36.0
6	4.10	5.45			14	4.90	10.52		
7	4.20	5.56			15	5.00	10.82		
8	4.30	5.70			16	6.00	11.10		

2. pH-V 图

(1) 作图

(2) 由图求 V_e 值, $\frac{V_e}{2}$ 时 $\text{pH} = \text{p}K_a = ?$ 3. $\Delta\text{pH}/\Delta V$ -V 图

(1) 作图

(2) 由图求 V_e 4. $\frac{\Delta^2\text{pH}}{\Delta V^2}$ 二次微商法求 V_e 由表求得 $\frac{\Delta^2\text{pH}}{\Delta V^2} = 0$ 时对应的 $V = V_e$, 用内插法求 V_e

$$V_e = 4.60 + 0.1 \times \frac{0 - 190}{-166 - 90} = 4.67\text{mL}$$

五、讨论

(1) 分析与总结本次实验的成败因素。

(2) 对实验方法提出新的建议等。

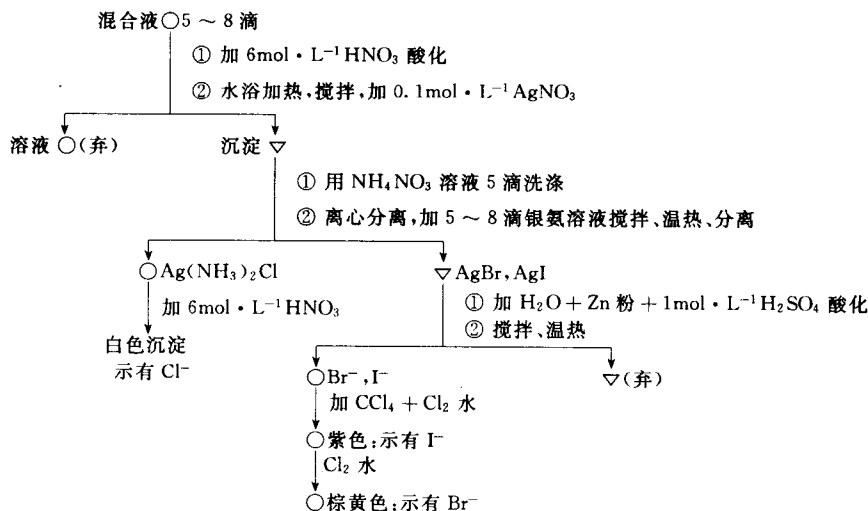
1.4.3 元素化合物性质试验示例

p 区主要非金属元素及化合物性质与应用 (一)

一、实验目的

二、实验原理与方法

实验方法	现象	反应方程式与结论
卤素单质及卤化物性质和应用		
1. 试管①中 + 0.1 mol · L ⁻¹ KI 0.5 mL + 0.1 mol · L ⁻¹ FeCl ₃ 2 滴 + CCl ₄ 0.5 mL 试管②中 + 0.1 mol · L ⁻¹ KBr 0.5 mL + 0.1 mol · L ⁻¹ FeCl ₃ 2 滴 + CCl ₄ 0.5 mL	红色	$2\text{Fe}^{3+} + 2\text{I}^{-} \rightleftharpoons 2\text{Fe}^{2+} + \text{I}_2$
2. 试管①中 + 0.1 mol · L ⁻¹ KI 0.5 mL + 0.1 mol · L ⁻¹ FeCl ₃ 2 滴 + CCl ₄ 0.5 mL, 试管①加 Cl ₂ 水 试管②中 + 0.1 mol · L ⁻¹ KBr 0.5 mL + 0.1 mol · L ⁻¹ FeCl ₃ 2 滴 + CCl ₄ 0.5 mL, 试管②加 Cl ₂ 水	红色 → 无色 橙色	$\text{Cl}_2 + 2\text{I}^{-} \rightleftharpoons \text{I}_2 + 2\text{Cl}^{-}$ $\text{Cl}_2 + 2\text{Br}^{-} \rightleftharpoons \text{Br}_2 + 2\text{Cl}^{-}$ $5\text{Cl}_2 + \text{I}_2 + 6\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons 2\text{HIO}_3 + 10\text{HCl}$

3. Cl⁻, Br⁻, I⁻ 共存时的分离与鉴定

三、结果与讨论

1.4.4 无机化合物的制备及综合实验报告示例

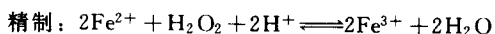
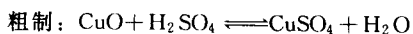
按下列五方面书写：一、实验目的；二、实验原理；三、实验方法（工艺过程，工艺条件，应用试剂名称与用量）；四、实验结果（得率，纯度检验，含量），五、思考与讨论，对实验过程及产品的质与量作出评价，并分析原因。

由工业 CuO 制取 CuSO₄ · 5H₂O

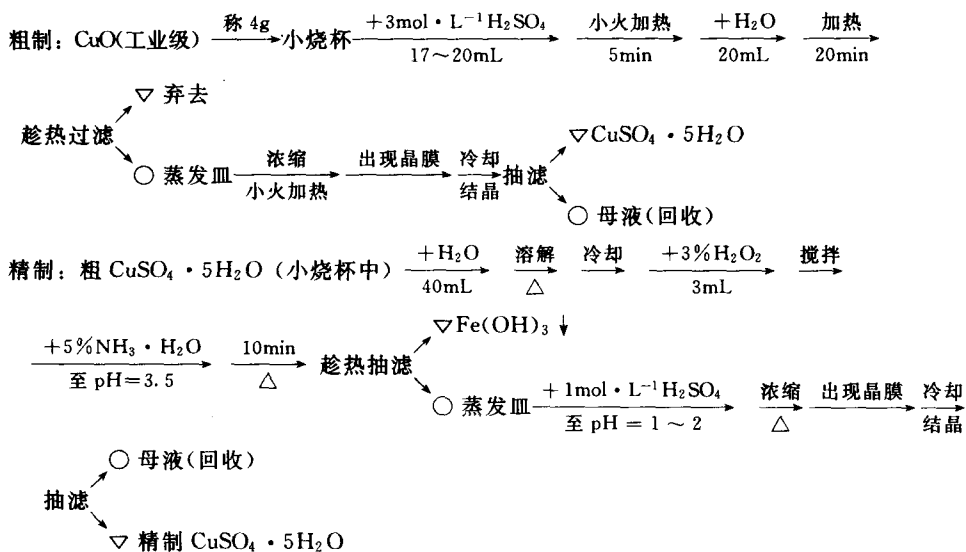
一、实验目的

1. 学习无机制备基本原理与方法。
2. 巩固无机制备基本操作。

二、实验原理



三、实验方法



四、实验结果

粗制 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 回收率=精制 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 回收率=

五、思考与讨论

联系本人实验结果试分析 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 制备与提纯的操作条件对产品纯度、产品回收率的影响。

1.5 实验结果处理

在定量分析中,人们不仅要求测出这些组分含量的数据,而且要求能判断分析结果的准确性。要分析实验数据的可信赖程度,就必须学会检查与分析产生误差的原因并进一步研究消除误差的办法。

1.5.1 测定结果的准确度和精密度

1.5.1.1 准确度

分析结果的准确度常用误差来表示。误差是指测得的结果和真实值之间的接近程度。两者越接近,则误差越小,分析结果的准确度越高。误差一般有两种表示方式。

(1) 绝对误差 等于测得的结果与真实值之差。它的大小取决于所使用的器皿、仪器的精度及人的观察能力。但绝对误差不能反映误差在整个测量结果中所占的比例。

(2) 相对误差

$$\text{相对误差} = \frac{\text{绝对误差}}{\text{真实值}} \times 100\% \quad (1-1)$$

相对误差可以反映误差对整个测量结果的影响。在测量过程中有时虽然绝对误差相同,但由于称量体的质量不同,误差对整个测量结果的影响也不同。例如,用分析天平称重两个真实质量分别为 0.1345g 和 1.3451g 的样品,称量值分别为 0.1344g 和 1.3450g,则它们的绝对误差均为 -0.0001g,用相对误差表示,则分别为:

$$\frac{-0.0001}{0.1345} \times 100\% = -0.07\%$$

$$\frac{-0.0001}{1.3451} \times 100\% = -0.007\%$$

显然, 后者的相对误差较小。在分析化学中, 对于不同质量的被称物体, 均有相应的允许相对误差。这样便于合理地比较各种情况下测定结果的准确度。

1.5.1.2 精密度

在实际分析工作中, 我们往往对同一样品进行反复多次的平行试验, 为了表示多次重复测定的分析结果的接近程度, 可用精密度来表示。分析结果的精密度一般可用偏差来反映, 它有以下几种表示方式。

(1) 绝对偏差 即个别测定的结果与 n 次重复测定结果的平均值之差: $(x_i - \bar{x})$, 其中 x_i 为任何一次测定结果的数据, $\bar{x}$ 为 n 次测定的结果的平均值。

(2) 相对偏差 测定的绝对偏差值在 n 次测定平均值中所占的比例。

$$\text{相对偏差} = \frac{\text{绝对偏差}}{n \text{ 次重复测定结果的平均值}} \times 100\% = \frac{x_i - \bar{x}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1-2)$$

(3) 平均偏差

$$\bar{d} = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|}{n} \quad (1-3)$$

(4) 标准偏差 是一种用统计概念表示测定精密度的方法。当重复测定的次数 $n \rightarrow \infty$ 次时, 偏差用 σ 表示, 计算公式如下:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \mu)^2}{n}} \quad (1-4)$$

式中 μ 为无限多次测定的平均值, 称为总体平均值, 即

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \bar{x} = \mu$$

当重复测量次数 $n < 20$ 时, 用 s 表示标准偏差:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (1-5)$$

用标准偏差来表示精密度是比较合理的, 它能如实地反映每次测量产生偏差的影响。

1.5.2 定量分析中误差产生的原因

在进行定量分析的一系列操作过程中, 即便使用最准确可靠的方法、仪器、试剂和技术相当熟练的分析工作者进行分析, 都不可能获得绝对准确的结果, 即测定过程中的“误差”是不可避免的。定量分析中的误差可分成两类, 即系统误差和随机误差。

1.5.2.1 系统误差

又称可测误差, 即可以通过测量得到的误差。它在多次重复测定中, 常按一定的规律重复出现。多次测量中误差的大小和正负是相同的。系统误差一般是由以下几方面原因造成的。

(1) 方法上的误差 由于分析方法不够完善而引入的误差。如重量分析中沉淀的溶解和沾污所引起的误差, 滴定分析中指示剂选择不当引起的误差等, 均属系统误差。

(2) 仪器误差 由于使用了未经校正的仪器而造成的误差。如使用的玻璃器皿、滴定管、移液管、容量瓶等, 由于未经校正, 使刻度显示的容积与真实值不相等; 又如使用的砝

码其面值质量与真实值并不恰好相等。

(3) 试剂误差 由于使用的试剂或蒸馏水中含有干扰测定的杂质而引起的误差。

(4) 操作者主观误差 例如由操作者对指示剂终点颜色判断的差异和读取数据不准确等因素引入的误差。

以上诸方面就是化学分析中系统误差的主要来源。当分析测定中存在系统误差时, 它不影响多次重复测定的精密度, 精密度数值可能十分好, 但会影响到分析结果的准确度。由此可知, 当评价分析结果时, 不能光从精密度高而作出准确度高的结论, 而必须在校正了系统误差后, 再判断其准确度高低。

1.5.2.2 随机误差

又称未定误差, 即在测量过程中产生的原因不恒定, 是可变的, 同时反映在多次同样测定的结果中, 其误差值的大小和正负无一定的规律性。然而, 当测量次数很多时, 可以用统计方法找出它的规律:

- ① 其值出现机会最多;
- ② 绝对值相近而符号相反的正、负误差出现机会相等;
- ③ 小误差出现的机会多, 而大误差的出现机会较小。

上述规律可用正态分布曲线来表示, 见图 1-1。图中横轴代表测量值 x 出现的偏差大小, 以标准偏差 σ 为单位。 μ 代表真实值, 即偏差为 0。纵轴代表偏差出现的概率。由图可知, 对于化学分析而言,

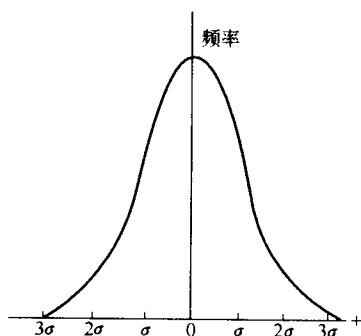


图 1-1 误差的正态分布曲线

其偏差一般以 $\pm 2\sigma$ 作为允许的最大偏差。一般偏差绝对值大于 2σ 的出现概率只有 5%, 而大于 3σ 的测定只有 0.3% 的概率 (即 1000 次测定中, 只有 3 次)。一般测定往往是有限次。如果遇到个别数据, 其偏差大于 $\pm 3\sigma$, 则可以认为不属于随机误差的范围了。同时, 从上述正态分布曲线也可以找出偏差的界限。例如: 若要保证测定结果有 95% 的出现机会, 则测定的偏差界限应当控制在 $\pm 1.96\sigma$ 之内。

由上可知, 在消除了系统误差以后, 再用算术平均值来表示分析结果, 并对测量结果的准确度进行评价, 是有一定的理论依据的。因此随机误差的大小可用“精密度”的大小来说明。若分析结果的精密度越高, 则随机误差越小。反之亦然。

但是对一个未考虑系统误差的分析结果, 即使有很高的精密度, 也不能说明测定结果有很高的准确度。反之, 即使测定结果的精密度不高, 也不能说明此结果不准确。所以只有在清除了系统误差以后, 精密度高的分析结果, 才是既准确、又精密的结果。

现以打靶为例作进一步说明: 有甲、乙、丙三人打靶, 各发三枪, 见图 1-2。由图可知, 甲的三个着弹点既密集又最靠近靶心; 乙的三个着弹点虽然比较密集, 但并未打中靶心, 说明存在有系统误差, 应当设法校正; 然而丙的最终成绩, 三个着弹点既分散、又远离目标, 说明其中既有系统误差又包含着随机误差。

对教学实验而言, 实验结果不准确的主要原因是由操作上的错误引起的, 多数可从精密度不合格反映出来, 因而, 首先要求精密度达到规定的标准。

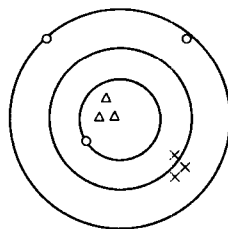


图 1-2 精密度和准确度的示意图

△—甲的着弹点; ×—乙的着弹点; ○—丙的着弹点