

21

世纪高等院校教材
国家理科基地教材

基础化学实验

浙江大学化学系 组编
徐伟亮 主编

 科学出版社
www.sciencep.com

21 世纪高等院校教材·国家理科基地教材

基础化学实验

浙江大学化学系 组编

徐伟亮 主编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书由绪论、化学实验基础知识、化学实验基本操作、化学实验和附录组成,内容涵盖无机化学、分析化学和有机化学实验。在实验教材建设和实验内容的选择上淡化二级学科实验的特点,充分体现化学基本操作和技能的训练,以这些基本操作和技能的训练为主线,以具体实验为载体,培养学生的动手能力,逐步锻炼学生进行综合实验的能力。实验内容安排由浅入深,由易到难。在实验内容选择上,既有反映基础化学实验知识和基本操作的实验,也有反映现代化学新进展、新技术的实验。

本书适合综合性大学和师范大学化学、应用化学、化学生物学专业及化工、材料等对化学要求较高的专业学生使用。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验/徐伟亮主编. —北京:科学出版社,2005

(21世纪高等院校教材·国家理科基地教材)

ISBN 7-03-014565-8

I. 基… II. 徐… 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(2004)第 132400 号

责任编辑:王志欣 刘俊来 吴伶伶 / 责任校对:朱光光

责任印制:安春生 / 封面设计:耕者工作室

科学出版社出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

新蕾印刷厂印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2005 年 7 月第 一 版 开本:B5(720×1000)

2005 年 7 月第一次印刷 印张:29 1/2

印数:1—3 000 字数:566 000

定价:38.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈新欣〉)

前 言

自 1985 年起,浙江大学化学系对原无机化学、分析化学、有机化学和物理化学(简称“四大化学”)实验课教研室管理体制进行改革,在全国率先组建了化学实验中心,实验教学独立设课,同时对实验课程体系和教学内容进行了重大改革,将原来的四门实验课改为三门实验课,即“基础化学实验”、“中级化学实验”和“综合化学实验”,分三个阶段实施,其教学内容包括了基本实验、提高型实验和研究创新型实验三个层次。这项重大改革曾荣获“国家级教学成果特等奖”等奖项,并在全 国范围内推动了化学实验教学大改革。目前我国大部分高校的化学实验教学都实行了实验中心管理体制,并采用了分三个阶段或两个阶段(包括“基础化学实验”和“综合化学实验”)的课程体系。尽管已有近 20 年的实践,但迄今能够系统地体现这一重要改革成果的教材却极为少见。为此,浙江大学在国家理科人才培养基地的“十五”建设规划中计划编写和出版一套包括《基础化学实验》、《中级化学实验》和《综合化学实验》在内的系列实验教材,并将它列为重点建设内容之一。这套教材是我们在原有讲义的基础上,经过精心整理、删改、充实、提高,同时汲取了国内外同类教材的优点编写而成的。它是我们多年从事化学实验教学改革成果,也是我们多年教学实践的结晶。希望这套教材的出版不仅会促进浙江大学化学实验教学质量的提高,而且通过它与同行交流,在全国高等院校的化学实验教学中起到积极的作用。

基础化学实验是化学教育过程中的重要环节,在培养化学类学生的基础知识、实践能力和科学素质等方面起着不可替代的作用。本书注重全面提高学生的化学素质,提供给学生丰富的化学实验知识,训练学生具备熟练的基本操作技能,培养学生良好的实验习惯和合乎逻辑的分析数据的能力。

本书中共有 98 个实验,其中约 80% 的实验为必做实验,20% 为选做实验。

本书由徐伟亮编写绪论、化学实验基础知识、化学实验基本操作和附录。张仕勇、李秀玲和赵华绒等分别编写了与无机化学、分析化学、有机化学相关的实验。全书由徐伟亮统稿。

本书在编写过程中,得到了浙江大学化学系许多老师的帮助。此外,我们还参考了不少国内外化学实验教材和化学文献资料,在此深表衷心的感谢。

由于时间紧迫,在选材和编写中虽然尽了最大的努力,但书中可能还会有错误和不当之处,我们恳请使用本书的老师和同学提出批评和建议,以便再版时改进。

编 者

2005 年 5 月

目 录

前言

1 绪论	1
1.1 基础化学实验的意义、目的和要求	1
1.1.1 基础化学实验的意义	1
1.1.2 基础化学实验的目的	1
1.1.3 基础化学实验的要求	2
1.2 化学实验室的安全和环保规则	3
1.2.1 化学实验室的安全规则	3
1.2.2 化学实验室消防和意外事故处理规则	3
1.2.3 实验室环保(三废处理) 规则	4
1.3 实验数据处理方法	5
1.3.1 实验数据记录与有效数字	5
1.3.2 误差来源和提高分析结果准确度的方法	7
1.3.3 准确度和精密度	10
1.3.4 实验数据作图处理法	12
1.4 实验报告的撰写要求	13
1.4.1 撰写实验报告的意义	13
1.4.2 实验报告的一般格式要求	13
1.4.3 实验报告示例	14
2 化学实验基础知识	16
2.1 化学试剂与化学药品	16
2.1.1 化学试剂的分类、规格和存取	16
2.1.2 化学试剂溶液配制的一般方法	19
2.2 各类试纸、指示剂和滤纸	20
2.2.1 试纸	20
2.2.2 指示剂	21
2.2.3 滤纸	24
2.3 常用溶剂与溶液	26
2.3.1 纯水的概念	26
2.3.2 水的纯化方法	27

2.3.3 超纯水的制备方法	30
2.3.4 有机溶剂	31
2.4 常用玻璃器皿	35
2.4.1 仪器的洗涤与干燥	35
2.4.2 化学实验常用玻璃仪器的种类及使用方法简介	39
2.4.3 化学实验常用辅助仪器、用具的种类及使用方法简介	47
2.5 实验室常用气体	54
2.5.1 常见气体的种类和性质	54
2.5.2 气体钢瓶的标识及使用	58
2.5.3 减压阀的工作原理及使用方法	58
2.5.4 气体钢瓶的使用规则	60
2.5.5 少量常见气体的实验室制法	61
2.6 常用基础化学实验仪器及使用方法	66
2.6.1 电子天平	66
2.6.2 可见-紫外分光光度计	69
2.6.3 酸度计	72
2.6.4 电导仪	74
2.6.5 阿贝折光仪	76
2.6.6 旋光仪	79
3 化学实验基本操作	83
3.1 简单玻璃加工方法	83
3.1.1 玻璃管(棒)的清洗、干燥和切割	83
3.1.2 玻璃管(棒)的弯曲	84
3.1.3 熔点管制备	85
3.2 玻璃量器及其使用	85
3.2.1 滴定管及其使用	85
3.2.2 移液管及其使用	88
3.2.3 容量瓶及其使用	89
3.2.4 量器的校准	90
3.3 物质处理和样品分析的程序	92
3.3.1 物质的干燥	92
3.3.2 分析样品采样、预处理和标准溶液的配制	98
3.4 物质的分离与提纯	100
3.4.1 结晶与重结晶	100
3.4.2 过滤	104

3.4.3 常压蒸馏和减压蒸馏	108
3.4.4 水蒸气蒸馏	116
3.4.5 精馏	120
3.4.6 提取	124
3.4.7 升华	127
3.4.8 层析技术	130
3.5 化学反应操作技术	150
3.5.1 加热方法	150
3.5.2 冷却方法	154
3.5.3 搅拌方法	155
3.5.4 仪器的装配	156
4 化学实验	158
4.1 化学实验基本操作训练	158
实验 1 玻璃加工与灯具的使用	158
实验 2 分析天平基本操作练习	164
实验 3 容量器皿的校准	165
实验 4 缓冲溶液的配制及酸度计的使用	169
实验 5 溶液配制与滴定操作	171
实验 6 糖类水溶液的旋光度测定	176
实验 7 薄层色谱法分离偶氮苯和苏丹Ⅲ	178
实验 8 柱色谱法分离甲基橙和亚甲基蓝	179
实验 9 光化异构化和顺、反偶氮苯的鉴定	180
实验 10 外消旋苦杏仁酸的拆分	182
实验 11 乙酸异戊酯的合成	184
4.2 物质基本性质实验	186
实验 12 二氧化碳相对分子质量的测定	186
实验 13 置换法测定摩尔气体常量 R	189
实验 14 电解质溶液与离子平衡	191
实验 15 氧化还原反应和电化学	196
实验 16 过渡元素化学(常见过渡元素)	200
实验 17 常见阳离子的分离和鉴定	205
实验 18 主族元素化学(p 区元素)	215
实验 19 常见阴离子的分离、鉴定	221
实验 20 有机化合物的基本化学性质	228
实验 21 天然产物的化学性质	234

实验 22 磺基水杨酸与 Fe^{3+} 配合物的组成及稳定常数的测定	237
实验 23 硫酸钙溶度积的测定及碱土金属的性质	241
实验 24 $\text{KI} + \text{I}_2 \rightleftharpoons \text{KI}_3$ 平衡常数的测定	246
实验 25 化学反应速率与反应活化能的测定	248
4.3 物质的分析	254
I 酸碱滴定分析	254
实验 26 铵盐中铵态氮的测定	254
实验 27 双指示剂法在混合碱测定中的应用	256
实验 28 α -氨基酸的测定	259
II 配位滴定分析	260
实验 29 自来水硬度的测定和软化处理	260
实验 30 铅、铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续测定	264
实验 31 复方氢氧化铝中铝、镁含量的测定	266
III 氧化还原滴定分析	268
实验 32 水体的化学耗氧量(COD)测定	268
实验 33 维生素 C 药片中抗坏血酸含量的测定	272
实验 34 注射液中葡萄糖含量的测定	275
实验 35 消毒液中过氧化氢含量的测定	276
IV 质量分析和沉淀分析	278
实验 36 $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡含量的测定	278
实验 37 土壤中硫酸根离子含量的测定	280
实验 38 氯化物中氯离子含量的测定	283
V 分光光度分析	286
实验 39 邻二氮菲分光光度法测定微量铁	286
实验 40 分光光度法测定废水中磷含量	289
实验 41 多组分化合物的同时分光光度法测定	291
实验 42 蛋白质的分光光度法测定	294
实验 43 萃取光度法测定水中的表面活性剂	296
4.4 物质的分离、提取或提纯	298
实验 44 氯化钠的提纯	298
实验 45 硝酸钾的制备和提纯	300
实验 46 橙油的提取和鉴定	302
实验 47 乙醇-水溶液的分馏	304
实验 48 镇痛药加合百服宁的成分分析	305
4.5 物质的制备及表征	307

实验 49 硫酸铝钾的制备	307
实验 50 氯化亚铜的制备与性质	310
实验 51 碳酸氢钾溶液的制备	312
实验 52 三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及配合物组成、电荷测定	315
实验 53 正丁醚的合成	321
实验 54 正溴丁烷的合成	323
实验 55 环己烯的合成	326
实验 56 乙酸乙酯的合成	328
实验 57 乙酸正丁酯的合成	331
实验 58 乙酰乙酸乙酯的制备	333
实验 59 对溴苯胺的合成	336
实验 60 对氨基苯磺酰胺的合成	339
实验 61 氢化肉桂酸的制备	342
实验 62 相转移催化 7,7-二氯双环[4.1.0]庚烷的合成	346
实验 63 己内酰胺的合成	349
实验 64 乙酰苯胺的制备	351
实验 65 苯乙酮的制备	355
实验 66 三苯甲醇的合成	357
实验 67 邻硝基苯酚和对硝基苯酚的合成	361
实验 68 对硝基苯胺的合成	363
实验 69 食品抗氧化剂 TBHQ 的制备	365
实验 70 双酚 A 的合成	366
实验 71 镇静催眠药巴比吐酸的合成	369
实验 72 肉桂酸的制备	371
实验 73 乙酰二茂铁的制备	373
实验 74 二苯甲醇的制备	376
实验 75 安息香的辅酶合成	378
实验 76 苯甲酸的制备	381
实验 77 乙酰二茂铁的合成	383
实验 78 二苯叉丙酮的制备	386
实验 79 微波辐射下砷的合成	388
4.6 综合性实验	390
实验 80 酸碱电导滴定法测定壳聚糖脱乙酰度	390
实验 81 盐酸水解测定食品中的淀粉含量	392
实验 82 盐酸水解 DNS 分光光度法测定甘薯中的淀粉含量	394

实验 83	硫酸四氨合铜的制备及其组成的测定	396
实验 84	铁矿中铁含量的测定及含铬废水的处理	399
实验 85	硫酸亚铁铵的制备及质量鉴定	403
实验 86	水泥熟料中 SiO_2 、 Fe_2O_3 、 Al_2O_3 、 CaO 和 MgO 含量的测定	406
实验 87	饲料中钙和磷含量的测定	411
实验 88	纳米氧化锌的制备及质量分析	413
实验 89	107 胶的制备及性能测定	415
实验 90	苯频哪醇的合成	417
实验 91	茶叶中咖啡因的提取	420
实验 92	菠菜色素的提取、色谱分离和光谱测定	423
实验 93	蛋黄卵磷脂的提取	426
实验 94	桂皮中香精油的提取和鉴定	428
实验 95	解热镇痛药阿司匹林的合成、鉴定与含量测定	429
实验 96	顺式- $\text{K}[\text{Cr}(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})_2] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的合成与组成分析	434
实验 97	轻质碳酸钙的制备及产品质量分析	437
实验 98	有机酸电离度及电离平衡常数和相对分子质量的测定	440
参考文献		444
附录		445
附录 1	常见化合物的相对分子质量表	445
附录 2	常用有机溶剂与试剂的物理性质	450
附录 3	常用缓冲溶液的配制方法	452
附录 4	实验室常用酸碱的密度和浓度	455
附录 5	相对原子质量表(1995 年国际相对原子质量)	456
附录 6	常见溶剂的折射率(25°C)	457
附录 7	常压下共沸物的组成和沸点	457
附录 8	溶剂与水共沸物的沸点	458
附录 9	纯水的蒸气压	459
附录 10	常见化合物的紫外吸收带波长和摩尔吸光系数	460
附录 11	常见官能团和化学键的红外光谱特征吸收频率	461
附录 12	常见质子的化学位移	462

1 绪 论

1.1 基础化学实验的意义、目的和要求

1.1.1 基础化学实验的意义

化学已深入到人类社会的各个领域,由此产生了许多应用化学知识的产业,如化学工业、精细化工、石油化工、制药工业、农药与化肥、日用化工、橡胶业、造纸业、玻璃和建材业、环保业、钢铁业、纺织业、皮革业、饮食业等。

化学学科已深入到各个自然科学领域,产生了许多应用化学知识的交叉学科,如生物化学、生物有机化学、分子生物学、化学生物学、生物无机化学、化学生物信息学、化学生物物理、化学生态学、材料化学、能源化学、仿生化学等。生命科学中的化学问题,材料和能源科学中的化学问题,农业和食品中的化学问题,环境科学中的化学问题等人类社会可持续发展的化学问题都需要我们以新的思路、观念和方式去学习化学。

实验是化学学科的基本特征。化学发展的历史充分证明:化学科学的任何一项重大突破,无一例外地是经过化学实验取得的。即使在经验化学逐步向理论化学发展的今天,化学实验仍然是化学学科发展的基石。学科的基本特征决定了学科的学习特点。在实验中学习化学,无疑是最有效、最重要的化学学习方法之一。在化学实验中,学生通过实验来研究和认识物质,掌握化学实验的基本原理和基本技能,初步学会化学研究的实验方法。

化学科学以实验为基础的学科特征,有利于学生进行化学探究性学习。化学实验是化学学习中最自主能动的实践活动形式。化学实验为学生创造了获得知识、激发兴趣、追求科学真理的环境。

化学实验是人们认识和研究分子和物质的一种科学方法,虽然学生在化学实验中绝大多数只是复现分子和物质的化学变化,但这一过程与化学家进行分子和物质变化的科学研究的化学实验是一致的。学生在实验过程中会体验到化学家科学研究的过程,获得科学研究的乐趣和成功的喜悦。

因此在化学专门人才的培养中,学习化学实验的基本知识、基本操作和技能是必不可少的环节。

1.1.2 基础化学实验的目的

在基础化学实验中,我们要达到以下目的:

(1) 培养实事求是的科学态度和一丝不苟的工作精神,养成良好的实验室工作习惯。

(2) 掌握物质化学变化的感性知识,熟悉元素及其化合物的重要化学性质和反应,掌握重要化合物的基本制备、分离和鉴定检测方法。

(3) 掌握基本的化学实验技术,培养独立准备和操作实验的能力、细致观察和记录现象的能力、正确处理数据的能力,培养分析实验结果、科学研究和创新的能力。

(4) 熟悉实验室管理的一般知识、实验室的各项规则、实验工作的基本程序,熟悉实验室的布局,试剂、物资的管理;熟悉实验可能发生的一般事故及其处理方法,熟悉实验室的环保及基本的三废处理。

1.1.3 基础化学实验的要求

要达到上述实验目的,必须有正确的学习方法。化学实验课的学习大致可分为以下两个步骤。

1. 课前预习

实验前必须做好预习,预习是实验训练能否有收获、实验能否成功的关键。对实验的原理、步骤、过程、可能出现的问题心中有数,才能使实验顺利进行,达到预期的效果。预习时应做到:

(1) 认真阅读实验教材、有关教科书和参考资料,查阅有关数据。

(2) 明确实验目的和基本原理,了解实验的内容、步骤、过程和可能出现的问题。

(3) 了解实验时应注意的事项,熟悉安全注意事项。

(4) 写出实验预习报告。

实验预习报告应包括实验题目、实验目的、基本原理、主要药品、仪器(装置图)、实验条件、步骤、实验记录等栏目。

2. 实验过程

教师指导下学生独立地进行实验是实验课的主要教学形式,基础化学阶段学生原则上应按教材上所提示的步骤、方法和试剂用量进行,若提出新的实验方案,应经教师批准后方可进行试验。

实验过程要求做到下列几点:

(1) 实验过程中应勤于思考,仔细分析,努力自己解决问题,自己难以解决时,可请教师指导。

(2) 认真操作,细心观察现象,并及时、如实地做好详细记录。

(3) 实验现象和理论不符合时,应尊重实验事实,认真分析和检查其原因,也可以做对照试验、空白试验或自行设计实验来核对,必要时应多次重做验证,从中得到结论。

(4) 严格遵守实验室规则,在实验过程中应保持肃静,实验结束后做好实验室安全和卫生工作后,才能离开实验室。

1.2 化学实验室的安全和环保规则

实验安全和环保规则是人们在长期的实验室工作中,从正反两方面的经验和血的教训中归纳总结出来的,因此遵守实验规则是做好实验的重要前提。人人必须严格遵守实验规则。

1.2.1 化学实验室的安全规则

(1) 实验前一定要做好预习和实验准备工作,检查实验所需要的药品、仪器是否齐全。做规定以外的实验应先经教师允许。

(2) 实验时要集中精力、认真操作。实验过程中药品和仪器应存放有序、清洁整齐,以免发生意外倾倒事故。

(3) 不要用湿的手、物接触电源。水、电、煤气(液化气)使用完毕应立即关闭开关和电闸。点燃的火柴用后立即熄灭,不得乱扔。

(4) 严禁在实验室内饮食、吸烟。实验完毕须洗净双手。实验时应穿实验工作服,不得穿拖鞋,应配备必要的防护眼镜。倾注药剂或加热液体时,不要俯视容器,以防溅入眼睛。加热操作时不要将试管口向着自己或别人。

(5) 严禁随意混合各种化学药品,有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷的化合物、汞的化合物、特别是氰化物)不得进入口内或接触伤口。

(6) 实验室所有药品不得带出室外,用剩的有毒药品应交还给教师。

(7) 实验后由学生轮流值勤,负责打扫和整理实验室,并检查门、窗是否关紧,水、电是否关闭,确保实验室的整洁和安全。

1.2.2 化学实验室消防和意外事故处理规则

(1) 学生实验时,指导教师应向学生宣讲安全知识,包括实验大楼的消防设施和灭火器的使用方法等有关知识。

(2) 使用易燃易爆物品时,严禁明火,严格按照操作步骤进行。一旦发生火灾事故,应先切断电源,使用灭火器扑救,并大声呼救,及时打 119 报警。

(3) 烘箱、电炉、马弗炉、搅拌器、电加热器、冷却水等原则上不准使用过夜。确需过夜的须经实验指导教师同意,并有专人值班。使用明火、电炉加热时,使用

人员不能离开,离开时应托其他人照看或关闭明火、切断电源。

(4) 使用电器时,严格按照安全用电规定,不能擅自拉接电线,不能随意加大保险丝,不使用不合格的电气设施(如开关、插座插头、接线板及用电器等)。避免触电事故发生,一旦发生,应先切断电源再救治。

(5) 严禁在实验室内和危险品仓库区吸烟。

(6) 实验完毕离开时,必须检查水、电是否关闭或切断,确认无误才能离开。

(7) 实验前应了解仪器的性能和药品的性质以及该实验的安全事项,并严格遵守实验安全守则,还要学会一般的救护措施。一旦发生意外事故时应保持镇静,有烧伤、烫伤、割伤时应立即报告教师,及时急救和治疗。

(8) 实验室事故的一般处理为:

①割伤。割伤是实验室中经常发生的事故,通常在拉制玻璃管或安装仪器时发生。当被割伤时,首先应将伤口处玻璃屑取出,用水洗净伤口,以医用双氧水消毒,并涂以碘酒或红汞药水,然后用纱布包扎,避免伤口因接触化学药品引起中毒。

②烫伤。可用纯净冷水或冰块冷却伤处。

③酸腐蚀致伤。先用大量水冲洗,再用饱和 NaHCO_3 溶液(或稀氨水、肥皂水)洗,最后再用水冲洗。如果酸溅入眼内,先用大量水冲洗,再送医院诊治。

④碱腐蚀致伤。先用大量水冲洗,再用 2% 乙酸溶液或饱和硼酸溶液洗,最后用水冲洗。如果碱溅入眼中,应立刻用硼酸溶液洗。

⑤使用有毒药品致伤。使用有毒药品(如苯、硝基苯、联苯胺、亚硝基化合物等)或有腐蚀性药品时,要带胶皮手套和防护眼镜。对挥发性有毒药品,使用时一定要在通风橱内操作。任何药物不能用口尝,毒物进入口内,可将手指伸入咽喉部,促使毒物呕吐排出,然后立即送医院。吸入少量刺激性或有毒气体感到不适时,应立即到室外呼吸新鲜空气。

⑥触电。首先切断电源,必要时进行人工呼吸。

⑦起火。起火后要立即灭火,同时防止火势蔓延(如采取切断电源,移走易燃药品等措施)。一般的小火可用湿布、石棉布或砂子覆盖燃烧物。电器设备所引起的火灾,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。

活泼金属,如钠、镁、白磷等着火时,宜用干沙灭火,不能用水、泡沫灭火器以及四氯化碳灭火器灭火。实验时衣服着火,切勿惊慌乱跑,应立即脱下衣服,或用石棉布覆盖着火处。

为了对实验室意外事故进行紧急处理,实验室应配备急救药箱。若发生大的伤亡事故,除做一般紧急处理外,还应立即送医院。

1.2.3 实验室环保(三废处理) 规则

在化学实验中经常会产生某些有毒的气体、液体和固体,如不经处理直接排放

可能污染周围的空气和水源,造成环境污染。因此废液、废气和废渣一定要经过处理后才能排放。

(1) 产生少量有毒气体的实验应在通风橱内进行,通过排风设备将少量毒气排到室外,以免污染室内空气。产生毒气量大的实验必须备有吸收或处理装置,如 NO_2 、 SO_2 、 Cl_2 、 H_2S 、 HF 等可用导管通入碱液中使其大部分被吸收后排出。

(2) 实验产生的废渣、废药品应存放于指定的地点,由专业环保机构做回收、焚烧等处理。

(3) 实验中产生的废液不能随便倒入下水道,必须倒入指定的废液装置。一般的酸碱废液可中和后排放。含重金属离子或汞盐的废液可加碱调 pH 至 8~10 后再加入硫化钠处理,使其毒害成分转变成难溶于水的氢氧化物或硫化物而沉淀分离,上清液达环保排放标准后方可排放。

(4) 有机类实验废液对实验室环境 and 安全有极大的威胁,应引起高度重视。主要注意事项如下:

① 尽量回收溶剂,回收的溶剂在对实验结果没有影响的情况下可反复使用。

② 甲醇、乙醇、乙酸之类的溶剂能被细菌作用而分解,这类溶剂的稀溶液经大量水稀释后即可排放。

③ 其他各类不易回收利用或不易被细菌分解的有机溶剂,由实验室回收后送专业环保公司做回收、焚烧等处理。

1.3 实验数据处理方法

1.3.1 实验数据记录与有效数字

1. 实验数据的记录

学生应有专门编有页码的实验记录本,要养成在任何情况下都不撕页的习惯。不允许将数据记在单页纸上,或随意记在无法长期保存的地方。文字记录应整齐清洁,数据记录尽量采用表格形式。

对于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,切忌带有主观因素,不能随意拼凑和伪造数据。对实验中出现的异常现象,更应即时、如实记录。

在实验过程中,如果发现数据算错、测错或读错而需要改动,可在该数据上画一横线,并在其上方写上正确的数字。

2. 有效数字

要想取得准确的化学分析结果,不仅需要准确测量,还要正确记录与计算。正

确记录是指记录数字的位数,数字的位数反映测量的准确程度。所谓有效数字,就是实际能测得的数字。

有效数字保留的位数,根据操作者所用的分析方法和仪器的准确度来决定。例如,在分析天平上称取试样 0.1000g,不仅表明试样的质量 0.1000g,还表明称量的误差在 $\pm 0.0002\text{g}$ 以内。如果只记录为 0.10g,则其称量误差为 0.02g,表明该试样是在只能感量 $1/100\text{ g}$ 的天平上称量的。因此,记录数据的位数要与仪器的准确度相吻合,不能任意增加或减少。

在分析天平上,称得称量瓶 + 样品的质量为 9.5374g,这个记录说明有 5 位有效数字,最后一位数字是估测的。因为分析天平只能称准到 0.0002g ,因此称量的实际质量应为 $9.5374\text{g} \pm 0.0002\text{g}$ 。计量仪器不管做得如何精密,调试工作做得如何精细,读数的最后一位数总是估计出来的,因此有效数字就是保留末一位不准确数字,其余数字均为准确数字。

移液管、滴定管、吸量管等玻璃计量仪,都能准确测量溶液体积到 0.01mL 。所以用 50mL 滴定管测量溶液体积时,如果溶液体积大于 10mL 小于 50mL ,应记录 4 位有效数字,如记录为 25.55mL ;如果测定体积小于 10mL ,应记录 3 位有效数字,如记录为 5.55 mL 。当用 25mL 移液管移取溶液时,应记录为 25.00mL ;当用 5mL 吸量管取溶液时,应记录为 5.00mL 。当用 50mL 容量瓶配制溶液时,应记录为 50.00mL 。

总之,在分析化学实验中,测量结果所记录的数字应与所用仪器测量的准确度相适应。在常量分析中,一般保留四位有效数字。

3. 有效数字中的零

零在有效数字中有两种意义:一种是作为数字定值;另一种是有效数字。例如,在 4.0550 中,两个“0”都是有效数字,所以它有 5 位有效数字。在 0.5505 中,小数点前面的“0”是定值用的,不是有效数字,而小数点后面的“0”是有效数字,所以它有 4 位有效数字。数字中间的“0”和末尾的“0”都是有效数字,而小数点前面所有的“0”只起定值作用。

以“0”结尾的正整数,有效数字的位数是不确定的。例如,550 这个数,就不确定有几位有效数字,可能是 2 位,也可能是 3 位。因此,要记录为实际有效数字的形式:

$$5.5 \times 10^2 \quad 2 \text{ 位有效数字}$$

$$5.50 \times 10^2 \quad 3 \text{ 位有效数字}$$

记录很大或很小的数的有效数字时,常用 $\times 10^n$ 表示。当有效数字确定后,记录只须保留一位估测数字,多余数字按我国科学技术委员会正式颁布的《数字修约规则》(通常称为“四舍六入五成双”法则)处理。(详见分析化学教材)

4. 有效数字的运算

在分析化学的计算中,有效数字的保留非常重要,下面就加减法和乘除法的运算规则加以讨论。

(1) 加减法。加减法运算中,保留有效数字是以小数点后位数最少的为准,即以绝对误差最大的为准。例如

$$0.0181 + 25.27 - 1.05763 = ?$$

计算错误 $0.0181 + 25.27 - 1.05763 = 24.23047$

计算正确 $0.02 + 25.27 - 1.06 = 24.23$

上例3个数字中,25.27中的“7”已是估测数字,因此有效数字的保留应以此数为准,即保留有效数字的位数到小数点后面第二位。

(2) 乘除法。乘除运算中,保留有效数字的位数以位数最少的数为准。例如

$$0.0181 \times 25.27 \div 1.05763 = ?$$

计算错误 $0.0181 \times 25.27 \div 1.05763 = 0.432464$

计算正确 $0.0181 \times 25.3 \div 1.06 = 0.432$

(3) 自然数。在分析化学中,有时会遇到一些倍数和分数的关系,如

$$\text{H}_3\text{PO}_4 \text{ 的相对分子质量} / 3 = 98.00 / 3 = 32.67$$

$$\text{水的相对分子质量} = 2 \times 1.008 + 16.00 = 18.02$$

在这里分母“3”和“ 2×1.008 ”中的“2”都不能看作是一位有效数字,因为它们是非测量所得到的数,是自然数,其有效数字位数可视为无限。

1.3.2 误差来源和提高分析结果准确度的方法

在任何化学分析中,都会碰到这种情况:用同一种化学分析方法测定同一样品,虽然经过多次反复测定,但是测定结果总不完全一样。这说明测定中有误差。为此我们必须了解误差的产生原因及其表示方法,尽可能地将误差减小到最小,以提高分析结果的准确度。

1. 误差来源

在实验中,由于实验条件、测量仪器、测量方法以及测量技术等因素的影响,使得测量值与客观真值之间存在着差值,这个差值叫做误差。因此,要对测量值与真值进行误差分析。误差分析可从下面两个方面着手进行:①系统误差。系统误差其特点是:在相同的实验条件下,对同一量进行反复多次测量时,误差总保持不变,或者当测量条件改变时,误差按一定规律变化。系统误差产生的原因有:由于仪器本身缺陷或没有按规定条件使用造成的;因方法不当造成的;由于实验者生理上的缺欠,如估计读数时始终偏大或偏小,如反应总是或快或慢造成的。消除系统误差