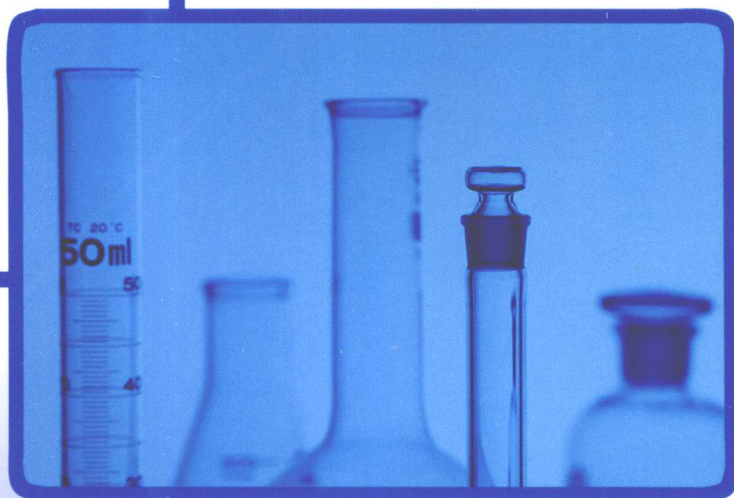


21

世纪高等院校教材

大学微型化学实验

刘宗瑞 主编



科学出版社

www.sciencep.com

21 世纪高等院校教材

大学微型化学实验

主 编 刘宗瑞

副主编 贺锋嘎 韩春平

科 学 出 版 社

北 京

· 版权所有 侵权必究 ·

举报电话:010-64030229;010-64034315;13501151303(打假办)

内 容 简 介

本教材根据医学、药学和农林牧等高等院校各专业开设的化学课程的要求,有选择地将普通化学实验、有机化学实验和分析化学实验整合在一本实验教科书中。全书以绿色化学为主线,介绍了无机化学实验、有机化学实验及分析化学实验所用的微型仪器及其基本操作,同时编入了49组化学实验,部分实验吸收了新的教学改革研究成果。每组实验后均附有思考题,书后附有实验所需的参考数据,以备查阅。

本教材可作为高等医学、药学和农林牧院校的基础化学实验教材,也可作为其他院校非化学专业学生掌握微型化学实验技术的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

大学微型化学实验 / 刘宗瑞主编. —北京:科学出版社,2009

21 世纪高等院校教材

ISBN 978-7-03-024970-8

I. 大… II. 刘… III. 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(2009)第 115520 号

策划编辑:郭海燕 李国红 / 责任编辑:周万灏 李国红 / 责任校对:张 琪
责任印制:刘士平 / 封面设计:黄 超

版权所有,违者必究。未经本社许可,数字图书馆不得使用

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

*

2009 年 7 月第 一 版 开本:787×1092 1/16

2009 年 7 月第一次印刷 印张:12

印数:1—4 000 字数:270 000

定价:22.00 元

如有印装质量问题,我社负责调换

序

欣悉内蒙古民族大学刘宗瑞教授主编的《大学微型化学实验》书稿杀青,将由科学出版社出版,并于第八届全国微型化学实验研讨会召开之时发行,深感高兴。特向此书作者致以衷心的祝贺与感谢。祝贺你们在实施国家本科教学质量与教学改革工程和建设国家第三批特色专业的工作中取得的这项成果;感谢你们为我国微型化学实验的推广与普及做出的新贡献。

该书从教学实际出发,立足改革,把高等医学、药学与农林牧等专业的基础化学实验(其教学内容与要求相近)整合为一体,构成了包含无机、有机与分析化学实验的新系统的高校教材,这是创新的尝试。希望该教材的出版能为有效地运用教学资源,上好相关的实验课奠定基础。书中贯彻了绿色化学的理念,较多采用了微型实验的方法,对激发学生的学习兴趣,强化动手能力的训练,培养创新思维和环保意识将会起到重要的作用。

期待作者注意蒐集师生的反馈意见,及时总结经验,发现问题与不足,积极研究改进的办法,俾使本教材再版时能充实提高,成为一本有先进教学理念、鲜明专业特色、深受师生欢迎的微型化学实验教材,为提高教学质量做出应有的贡献。

全国微型化学实验研究中心

周宁怀

2009年5月20日于杭州

前 言

本书是在“国家特色专业建设点建设内容”和作者多年开展微型化学实验的基础上编写而成的。化学实验是高等医学、药学、农牧林院校各专业开设的专业基础课,其理论、原理和定律都是通过实验总结出来的。因此,化学实验课是学习化学的一个十分重要的教学环节。然而,国内大多数农牧林和医药类院校使用的化学实验教材的内容主要为验证性的常量实验。这样不仅浪费了学校的实验经费,其实验废弃物污染了生态环境,而且影响了学生创新能力和环保意识的培养和提高。

为了使强化绿色化学是一门从源头上防止污染的化学的意识,适应化学实验微型化改革的需要,我们在2000年出版的化学专业用《微型化学实验》的基础上,结合多年的教学实践与体会,依据所开设课程的实验教学大纲,组织编写了非化学专业用《大学微型化学实验》一书。本教材具有以下四个特点:

1. 系统性 本书将过去分开出版的农牧林类和医药类化学实验以及每大类中又单独编写的普通(或基础)化学实验、有机化学实验和分析化学实验有选择地整合在一本书中,集中、系统地介绍了实验基本知识和基本操作,有助于学生对化学实验的基本知识和技能有一个较为全面和系统的了解。

2. 微型化 因为微型化学实验具有省学时、省试剂、减少污染的诸多优点,故本书介绍了微型无机化学实验、有机化学实验和分析化学实验所用的微型仪器及基本操作,并且大多数实验内容均改成了微型实验,少数实验改成了微量实验,这样有利于强化学生的节约和绿色化学的意识,逐渐达到大面积推广微型化学实验的目的。

3. 启发性 本教材内容由浅入深、循序渐进,既有各门实验课程自身的独立性和系统性,又有各门实验课程间的联系与衔接。在编写每个实验时,注意引导学生积极思维,加强启发性,每个实验后都附有思考题,有利于实验后引导学生进行小结。

4. 研究性 本教材选出了8个与日常生活和环境相关的综合研究性实验。学生在完成每门课程的规定实验后,教师根据实际情况可选择1~2个实验进行科学研究训练。学生通过查阅文献、设计方案和实验操作等环节的训练,既能巩固基础知识,加强实验教学与生活及生产实际的联系,又能提高学生的动手能力、科研能力和创新能力。

本书由刘宗瑞主编,贺锋嘎、韩春平为副主编,全书包括实验常识与实验基本技术、微型普通化学实验、微型有机化学实验、微型分析化学实验和综合研究性实验五部分。第一部分由白洪涛、贺锋嘎编写;第二部分由陈玉花、段莉梅、肖田梅编写;第三部分由贺锋嘎和韩春平编写;第四部分由王书妍和乌兰格日乐编写;第五部分和附录由刘宗瑞编写。全书由刘宗瑞统稿并定稿。

全国微型化学实验研究中心主任周宁怀教授对本书的编写给予了热情的关心与指

导,并在百忙中为本书作序;李增春教授、张力教授审阅了初稿,并提出了宝贵意见;科学出版社的领导及编辑对本书的出版给予了大力支持,在此一并表示衷心感谢。

本书编写过程中,参阅了一些兄弟院校的教材,并吸取了其中一些内容,在此表示谢意。由于我们编写时间仓促,水平有限,错误和不足之处在所难免,恳请专家、同行和读者提出更多的宝贵意见和建议。

刘宗瑞

2009年5月1日

目 录

第一部分 实验室常识与实验基本技术

第一章 绪论	(2)
第二章 实验室常识与实验数据处理	(4)
第一节 实验室常识	(4)
第二节 化学实验中的数据表达与处理	(6)
第三章 实验室基本技术	(11)
第一节 常用微型仪器简介	(11)
第二节 化学实验基本操作内容	(24)

第二部分 微型普通化学实验

第四章 基本化学原理实验	(30)
实验一 化学反应速率和活化能的测定	(30)
实验二 乙酸离解常数的测定及缓冲溶液性质	(35)
实验三 酸碱平衡和沉淀平衡	(40)
实验四 氧化还原反应	(44)
实验五 配位反应和配位平衡	(48)
实验六 电导法测定硫酸钡的溶度积常数	(51)
实验七 银氨配离子配位数的测定	(54)
实验八 磺基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物的组成与稳定常数的测定	(56)
第五章 综合性实验	(59)
实验九 氯化钠的提纯	(59)
实验十 硫酸亚铁铵的制备	(61)
实验十一 常见阴离子的定性鉴定及阴离子未知液的分析	(64)
实验十二 常见阳离子的定性鉴定及阳离子未知液的分析	(68)

第三部分 微型有机化学实验

第六章 微型有机化学常用仪器及基本操作和性质实验	(75)
实验一 熔点的测定及温度计校正	(75)
实验二 重结晶	(81)
实验三 萃取和分液漏斗的使用	(85)
实验四 蒸馏及沸点的测定	(90)
实验五 简单蒸馏及分馏	(94)

实验六 水蒸气蒸馏	(97)
实验七 减压蒸馏	(101)
实验八 醇、酚、醚的性质	(104)
实验九 醛、酮的性质	(107)
实验十 羧酸及其衍生物的性质	(109)
第七章 微型有机化合物的合成和提取实验	(112)
实验十一 苯甲酸的合成	(112)
实验十二 乙酰水杨酸的合成	(114)
实验十三 微波辐射合成肉桂酸	(116)
实验十四 乙酸异戊酯的合成	(118)
实验十五 茶叶中咖啡因的提取	(120)
实验十六 粗脂肪的提取	(123)
实验十七 黄连素的提取	(124)

第四部分 微型分析化学实验

第八章 分析化学实验的基本操作技术	(127)
实验一 分析天平称量练习	(127)
实验二 滴定分析基本操作练习	(135)
第九章 微型定量分析实验	(141)
实验三 酸碱标准溶液浓度的标定	(141)
实验四 混合碱中各组分含量的测定	(143)
实验五 EDTA 标准溶液的配制与标定	(145)
实验六 水的总硬度测定	(146)
实验七 食用醋中总酸度的测定	(148)
实验八 KMnO_4 标准溶液的配制与标定	(150)
实验九 硫酸亚铁中铁含量的测定	(152)
实验十 邻二氮菲吸光光度法测定铁	(153)
实验十一 电位法测定 pH	(156)
实验十二 槐花中芦丁的含量测定	(161)

第五部分 综合研究性实验

第十章 综合研究性实验	(163)
实验一 蛋壳中钙、镁、铝、铁的分离和鉴定	(163)
实验二 紫菜中碘元素的分离和鉴定	(163)
实验三 由废弃的锌锰干电池制取硫酸锰铵复盐	(164)
实验四 茶叶中部分元素的分离及鉴定	(164)
实验五 新鲜蔬菜中胡萝卜素的提取、分离和测定	(164)
实验六 从猪血中提取 SOD 和凝血酶	(165)

实验七	废水中化学耗氧量、可溶性磷酸盐和总磷的测定	(165)
实验八	毛发中胱氨酸的提取和鉴定	(165)
参考文献		(166)
附录		(167)
附录一	国际相对原子质量表	(167)
附录二	常用缓冲溶液的配制方法	(168)
附录三	标准电极电势(298.15K)	(174)
附录四	某些试剂和溶液的配制方法	(175)
附录五	常用酸、碱的浓度	(179)
附录六	常见离子和化合物的颜色	(179)

第一部分

实验室常识与实验基本技术

第一章 绪 论

一、化学实验的目的和要求

化学是以实验为基础的科学。其理论、原理和定律都是通过实验总结出来的。学习化学是理论和实验密切结合的过程。因此,化学实验课是学习化学的一个十分重要和必不可少的教学环节。它的作用是使课堂讲授中获得的知识得到进一步巩固,扩大和加深理解;通过具体操作使学生掌握化学实验的基本方法和技能;验证、评价化学的基本理论;培养学生独立工作的能力以及细致观察、正确记录实验现象并进行数据处理和得出科学结论的能力。通过实验,还可以培养学生具有实事求是的科学态度,培养勤于动手、勤于思考、讲究效率、合理安排乃至爱好整洁等良好习惯,从而逐步掌握进行科学实验和科学研究的方法。所有这些都有助于加强学生在未来的工作岗位上独立分析和解决问题的能力。

二、学习方法

化学实验课的学习方法大致可分为下列三个步骤。

1. 预习 为了使实验能够获得良好的效果,实验前必须进行预习。

(1) 阅读、理解实验教材、教科书和参考资料中的有关内容。

(2) 明确本实验的目的。

(3) 了解实验的内容、步骤、操作过程和实验时应该注意的地方。

(4) 在预习的基础上,写好预习笔记,方能进行实验。

2. 实验 根据实验教材上所规定的方法、步骤和试剂用量进行操作。

(1) 严格遵守实验室规则,注意安全和节约药品及水、电,认真观察,深入思考,并及时地作好详细记录。

(2) 如果发现实验现象和理论不符,应首先尊重实验事实,并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的实验来校对,必要时应多次重做实验,从中得到有益的科学结论和学习科学思维的方法。

(3) 遇到疑难问题,经思考和参考教材无法解答时,请指导教师帮助解答。

3. 实验报告 完成实验报告是本课程的基本训练,它将使学生在实验数据处理、作图、误差分析、问题归纳等方面得到训练和提高。实验报告的质量在很大程度上反映了学生的实际水平和能力。

化学实验报告的内容大致可分为:实验目的和原理、实验装置、实验条件、原始实验数据、数据的处理和作图、结果和讨论等。

在写报告时,要求开动脑筋、钻研问题、耐心计算、认真作图,使每次报告都要符合化

学实验教学的要求。实验报告重点应该放在对实验数据的处理和对实验结果的分析讨论上。

实验报告的讨论可包括:对实验现象的分析和解释、对实验结果的误差分析、对实验的改进意见、心得体会和查阅文献情况等。学生可在教师指导下,用一、两个实验作为典型,深入进行数据的误差分析。

一份好的实验报告应该符合实验目的、实验原理清楚,数据准确,作图合理,结果正确,讨论深入和字迹清楚等要求。实验报告格式如下,以供参考,见表 1-1。

表 1-1 实验报告格式

实 验 报 告							
实验名称:		室温:		气压:			
学院	专业	班级	组	姓名	实验室	指导教师	日期
一、实验目的							
二、实验原理							
三、实验装置简图							
四、实验步骤							
五、数据记录和结果处理							
六、问题与讨论							

第二章 实验室常识与实验数据处理

第一节 实验室常识

一、实验室工作规则

1. 学生必须按照规定时间参加实验课,不得迟到早退,迟到一刻钟以上者,不得参加本次实验。

2. 实验前必须认真预习实验内容,明确实验目的、原理、方法和步骤,并写好预习报告,准备接受指导教师提问。无预习报告或提问不合格的,须重新预习,方可进行实验。

3. 进入实验室必须衣着整洁,保持安静,遵守实验室各项规章制度。严禁高声喧哗、吸烟、随地吐痰和吃零食,不得随意动用与本实验无关的仪器。

4. 实验准备就绪后,须经指导教师检查同意,方可进行实验。实验中应该严格遵守仪器设备操作规程,认真观察分析实验现象,如实记录实验数据,独立分析实验结果,认真完成实验报告,不得抄袭他人实验结果。

5. 实验中要爱护仪器设备,注意安全,节约水、电,凡违反操作规程或不听指挥而造成事故、损坏仪器设备者,必须写出书面检查,并按学校有关规定赔偿损失。

6. 实验中若发生仪器故障造成事故,应该立即切断电源、水源等,停止操作,保护现场,报告指导教师,待查明原因或排除故障后,方可继续进行实验。

7. 实验完毕后,应及时切断电源、关好水、气,将所有仪器设备、工具等整理好并归位,经指导教师检查同意后,方可离开实验室。

8. 应按实验要求及时、认真完成实验报告。凡实验报告不符合要求且成绩不合格者不能参加本门课程考试,独立开课的实验不能获得学分。

二、实验室安全守则

1. 实验室的安全工作必须遵循“安全第一,预防为主”的方针。

2. 学生首次做实验,必须对他们进行安全教育,宣讲《学生实验守则》和有关注意事项。

3. 对压力容器、焊接、锻压、铸造、振动、噪声、高温、高压、放射性物质等场合及其相关设备,要制定严格的操作规程。

4. 对易燃、易爆、有毒等危险品,要按规定设专用库房存放,并要有专人妥善保管,严格领用手续。

5. 电气设备的线路必须按照规定装设,禁止超负荷用电,未经学校用电部门批准,实验室不得使用电热加热器具(包括电炉、电水壶等电热设备),确定必须使用时,经批准后

也应做到有专人看管。

6. 有接地要求的仪器必须按照要求接地,定期检查。水源、电源总闸应有专人负责。要按规定备好消防器材,下班时和节假日要切断电源开关、关好水龙头。

7. 实验室内严禁存放私人物品,实验室的钥匙只能由实验室专职人员和实验室主任持有。非实验室人员不得随意进入实验室,严禁教工子女到实验室看书、玩耍。

8. 对违章操作,玩忽职守,忽视安全而造成的火灾、被盗、污染、中毒、精密、贵重、大型仪器设备损坏,人身伤亡等重大事故,必须保护好现场,并立即向有关部门报告。有关部门要及时对事故做出严肃处理,必要时追究责任人刑事责任。对隐瞒或缩小、扩大事故真相者,要从严处理。

三、事故的预防和处理

1. 事故的预防

(1) 如遇起火,首先移走易燃药品,切断电源,关闭煤气开关,向火源撒沙子或用石棉布覆盖火源。有机溶剂燃烧时,在大多数情况下,严禁用水灭火。

(2) 如遇触电事故,首先切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。

(3) 使用或反应过程中产生氯、溴、二氧化氮、卤化氢等有毒气体或液体的实验,在通风橱内进行,有时也可以用气体吸收装置吸收产生的有毒气体。

(4) 剧毒化学试剂在取用时决不允许直接与手接触,应戴防护眼镜和橡皮手套,不让剧毒物质掉到桌面上。在操作过程中,经常冲洗双手,仪器用完后,立即洗净。

2. 掌握急救常识

(1) 割伤:伤口内若有玻璃碎片或其他异物,需先挑出并及时挤出血,用蒸馏水洗净伤口,涂上碘酒或红汞,再用纱布包扎。

(2) 烫伤:勿用水冲洗,在伤处涂以苦味酸溶液、玉树油或硼酸软膏。

(3) 眼睛被酸液或碱液灼伤:酸液或碱液溅入眼睛中立即用大量的水冲洗,若为酸液,再用1%碳酸氢钠溶液冲洗,若为碱液,则再用1%硼酸溶液冲洗,最后用水洗。重伤者经初步处理后,立即送医院。

(4) 皮肤被酸、碱或溴液灼伤:被酸或碱液灼伤,伤处先用大量水冲洗;若为酸液灼伤,伤处再用饱和的碳酸氢钠溶液冲洗;若为碱液,伤处首先用大量水冲洗,再涂上药用凡士林。被溴液灼伤时,伤处立即用石油醚冲洗,再用2%硫代硫酸钠溶液冲洗,然后用蘸有甘油的棉花擦,再敷以油膏。

四、实验室废液的处理

实验中经常会产生某些有毒的气体、液体和固体,都要及时排弃。特别是某些剧毒物质,如果直接排出就可能污染周围空气和水源,造成环境污染,损害人体健康。因此,对废液和废气、废渣要经过一定的处理后,才能排弃。

产生少量有毒气体的实验,应在通风橱里进行,通过排风设备将少量有毒气体排出室外,以免污染室内空气。产生毒气量大的实验,都必须备有吸收或处理装置,如二氧化硫、二氧化氮、氯气、硫化氢、氟化氢等可用导管通入碱液中,使其大部分吸收后排出,一

氧化碳可点燃,少量有毒的废渣常埋于地下。

1. 废酸缸中废酸液可以先用耐酸塑料网纱或玻璃纤维过滤,滤液中加碱中和,调 pH 至 6~8 后就可以排出。少量滤渣可埋于地下。

2. 废铬酸洗液,可以用高锰酸钾氧化法使其再生,继续使用。少量的废洗液(如废碱液或石灰)可以使其生成氢氧化铬沉淀,将此废渣埋入地下。

3. 氰化物是剧毒的物质,含氰废液必须认真处理。少量的含氰废液可先加入氢氧化钠调至 $\text{pH} > 10$,再加入几克高锰酸钾使 CN^- 分解。量大的含氰废液,可以用碱性氧化法处理。先用碱调至 $\text{pH} > 10$,再加入含氯石灰(漂白粉),使 CN^- 氧化成氰酸盐,并进一步分解为二氧化碳和氮气。

4. 含汞盐废液应先调 pH 至 8~10 后,加适量的硫化钠而生成硫化汞沉淀,并加硫酸亚铁生成硫化铁沉淀。从而吸附硫化汞沉淀下来。静置后分离,再离心、过滤;清液含汞量可降至 $0.02\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$ 以下排放。少量残渣可埋入地下,大量残渣可用焙烧法回收汞,要在通风橱里进行。

5. 含重金属离子的废液,最有效和最经济的处理方法是:加碱或硫化钠把重金属离子变成难溶的氢氧化物或硫化物而沉淀下来,从而过滤分离,少量残渣可以埋入地下。

6. 废的有机溶剂进行蒸馏回收,少量的残渣可以埋入地下。

第二节 化学实验中的数据表达与处理

在测量实验中,取同一试样进行多次重复测试,其测定结果常常不会完全一致。这说明测量误差是普遍存在的。人们在进行各项测试工作中,既要掌握各种测定方法,又要对测量结果进行评价。分析测量结果的准确性、误差的大小及其产生的原因,以求不断提高测量结果的准确性。

一、误差与偏差

1. 准确度与误差 准确度是指测量值与真实值之间相差的程度,用误差表示。误差越小,表明测量结果的准确度越高。反之,准确度就越低。误差可以表示为绝对误差和相对误差

绝对误差(E) = 测量值(x) - 真实值(x_T)

$$\text{相对误差} = \frac{\text{绝对误差}}{\text{真实值}} \times 100\% = \frac{x - x_T}{x_T} \times 100\%$$

绝对误差只能显示出误差变化的范围,不能确切地表示测量精度。相对误差表示误差在测量结果中所占的百分率,测量结果的准确度常用相对误差表示。绝对误差可以是正值或者负值,正值表示测量值较真实值偏高,负值表示测量值较真实值偏低。

2. 精密度与偏差 精密度是指在相同条件下多次测量结果互相吻合的程度,表现了测定结果的再现性。精密度用偏差表示。偏差愈小,说明测定结果的精密度愈高。

设一组多次平行测量测得的数据为 $x_1, x_2, \dots, x_n$, 则各单次测量值与平均值 $\bar{x}$ 的绝对偏差为 $d_1 = x_1 - \bar{x}; d_2 = x_2 - \bar{x}; \dots; d_n = x_n - \bar{x}$

$$\text{平均值 } \bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \cdots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

$$\text{单次测量值的相对偏差} = \frac{d_i}{\bar{x}} \times 100\%$$

偏差不计正负号。

为了说明测量结果的精密度,可以用平均偏差表示

$$\bar{d} = \frac{|d_1| + |d_2| + \cdots + |d_n|}{n}$$

也可用相对平均偏差来表示

$$\text{相对平均偏差} = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\%$$

由以上分析可知,误差是以真实值为标准,偏差是以多次测量结果的平均值为标准。误差与偏差,准确度与精密度的含义不同,必须加以区别。但是由于在一般情况下,真实值是不知道的(测量的目的就是为了测得真实值),因此处理实际问题时常常在尽量减小系统误差的前提下,把多次平行测得结果的平均值当作真实值,把偏差作为误差。

二、误差的种类及其产生原因

1. 系统误差 这种误差是由某种固定的原因造成的。例如方法误差(由测定方法本身引起的),仪器误差(仪器本身不够准确),试剂误差(试剂不够纯),操作误差(正常操作情况下,操作者本身的原因)。这些情况产生的误差在同一条件下重复测定时会重复出现。

2. 偶然误差 这是由于一些难以控制的偶然因素引起的误差。如测定时的温度、大气压的微小波动,仪器性能的微小变化,操作人员对各份试样处理时的微小差别等。由于引起原因有偶然性,所以误差是可变的,有时大,有时小,有时是正值,有时是负值。

除上述两类误差外,还有因工作疏忽,操作马虎而引起的过失误差。如试剂用错,刻度读错,砝码认错或计算错误等,均可引起很大误差,这些都应力求避免。

3. 准确度与精密度的关系 系统误差是测量中误差的主要来源,它影响测定结果的准确度,偶然误差影响测定结果精密度。测定结果准确度高,一定要精密度好,表明每次测定结果的再现性好。若精密度很差,说明测定结果不可靠,已失去衡量准确度的前提。

有时测量结果精密度很好,说明它的偶然误差很小,但不一定准确度就高。只有在系统误差小时或相互抵消之后,才能做到精密度既好准确度又高。因此,我们在评价测量结果的时候,必须将系统误差和偶然误差的影响结合起来,以提高测定结果的准确性。

三、提高测量结果准确度的方法

为了提高测量结果的准确度,应尽量减小系统误差、偶然误差和过失误差。认真仔细地进行多次测量,取其平均值作为测量结果,这样可以减少偶然误差并消除过失误差。在测量过程中,提高准确度的关键是尽可能地减少系统误差。

1. 校正测量仪器和测量方法 用国家标准方法与选用的测量方法相比较,以校正所选用的测量方法。对准确度要求较高的测量,要对选用的仪器,如天平砝码、滴定管、移

液管、容量瓶、温度计等进行校正。当准确度要求不高时(如允许相对误差 $<1\%$),一般不必校正仪器。

2. 空白实验 空白实验是在同样测定条件下,如用蒸馏水代替试液,用同样的方法进行实验。其目的是消除由试剂(或蒸馏水)和仪器带进杂质所造成的系统误差。

3. 对照实验 对照实验是用已知准确成分或含量的标准样品代替试样,在同样的测定条件下,用同样的方法进行测定的一种方法。其目的是判断试剂是否失效,反应条件是否控制适当,操作是否正确,仪器是否正常等。

对照实验也可以用不同的测定方法,或由不同单位不同人员对同一试样进行测定来互相对照,以说明所选方法的可靠性。是否善于利用空白、对照实验,是分析问题和解决问题能力大小的主要标志之一。

四、有效数字

1. 有效数字位数的确定 在化学实验中,经常需要对某些物理量进行测量并根据测得的数据进行计算。但是测定物理量时,应采用几位数字,在数据处理时又应保留几位数字?为了合理地取值并能正确运算,需要了解有效数字的概念。

有效数字是实际能够测量到的数字。到底要采取几位有效数字,这要根据测量仪器和观察的精确程度来决定,见表 2-1。例如,在台秤上称量某物为 7.8g,因为台秤只能称量准确到 0.1g,所以该物质量可表示为 $(7.8 \pm 0.1)\text{g}$,它的有效数字是 2 位。如果将该物放在分析天平上称量,得到的结果是 7.8125g,由于分析天平能称准确到 0.0001g,所以该物质量可以表示为 $(7.8125 \pm 0.0001)\text{g}$,它的有效数字是 5 位。又如,在用最小刻度为 1ml 的量筒测量液体体积时,测得体积为 17.5ml,其中 17ml 是直接由量筒的刻度读出的,而 0.5ml 是估计的,所以该液体在量筒中准确读数可表示为 $(17.5 \pm 0.1)\text{ml}$,它的有效数字是 3 位。如果将该液体用最小刻度为 0.1ml 的滴定管测量,则其中体积为 17.56ml,其中 17.5ml 是直接从滴定管的刻度读出的,而 0.06ml 是估计的,所以该液体的体积可以表示为 $(17.56 \pm 0.01)\text{ml}$,它的有效数字是 4 位。

从上面的例子可以看出,有效数字与仪器的精确程度有关,其最后一位数字是估计的(可疑数),其他的数字都是准确的。因此,在记录测量数据时,任何超过或低于仪器精确程度的有效位数的数字都是不恰当的。如果在台秤上称得某物质量为 7.8g,不可计为 7.800,在分析天平称得某物质量恰为 7.800g,亦不可记为 7.8g,因为前者夸大了仪器的精确度,后者缩小了仪器的精确度。

有效数字的位数可用下面几个数值来说明:

数值	0.0056	0.0506	0.5060	56	56.0	56.00
有效数字的位数	2 位	3 位	4 位	2 位	3 位	4 位

数字 1,2,3,4,5,...,9 都可作为有效数字,只有“0”有些特殊。它在数字的中间或数字后面时,则表示一定的数量,应当包括在有效数字的位数中。但是,如果“0”在数字的前面时,它只是定位数字,用来表示小数点的位置,而不是有效数字。

在记录实验数据和有关的化学计算中,要特别注意有效数字的运用,否则会使计算结果不准确。