



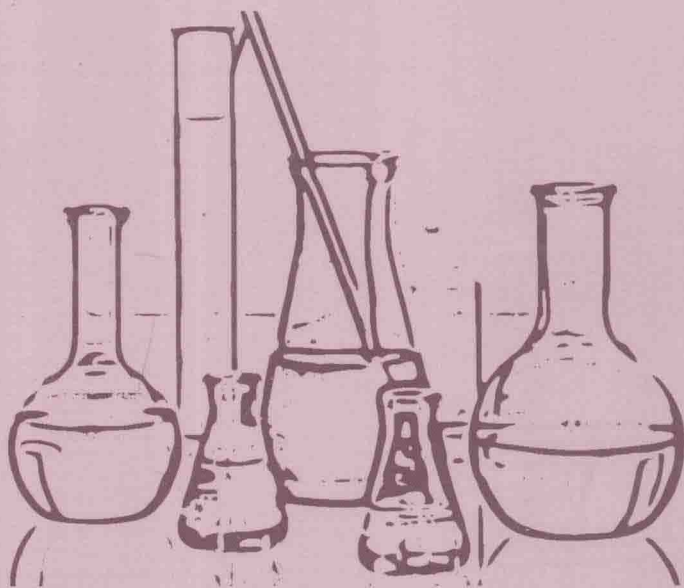
21世纪高等院校示范性实验系列教材

化学系列主编 万 坚 祝心德

基础化学实验教程

JICHU HUAXUE SHIYAN JIAOCHENG

主 编 李武客 宋丹丹
副主编 王成刚 田德美



教育部直属师范大学
华中师范大学出版社

基础化学实验教程

主 编 李武客 宋丹丹
副主编 王成刚 田德美

华中师范大学出版社
2012年·武汉

内 容 提 要

本教材结合师范类化学专业实验教学的特点,对原有实验课程和教材进行了改革,将传统的四大基础化学实验内容重组、合并为一门独立的化学实验课程教材。该教材也是国家实验教学示范中心建设形成的成果之一。全书共七章,主要包括:实验室基本知识、基础化学实验基本操作、实验室基本仪器的使用、基本操作实验、测定实验、化合物的制备实验、元素及化合物的性质实验。

本书可作为高等师范院校化学、应用化学、生命科学等专业学生的化学课程基础实验教材,同时也适用于高职、高专院校相关专业,也可供其他院校相关专业人员阅读和参考。

新出图证(鄂)字 10 号

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验教程 / 李武客,宋丹丹 主编. —武汉:华中师范大学出版社,2012.8

(21世纪高等院校示范性实验系列教材)

ISBN 978-7-5622-5633-5

I. ①基… II. ①李… ②宋… 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(2012)第 153806 号

基础化学实验教程

©李武客 宋丹丹 主编

责任编辑:蔡群 王文琴

责任校对:王 炜

封面设计:罗明波

编辑室:第二编辑室

电话:027-67867362

出版发行:华中师范大学出版社有限责任公司

社址:湖北省武汉市珞喻路 152 号

销售电话:027-67863426/67863280

邮购电话:027-67861321

传真:027-67863291

网址:<http://www.ccnupress.com>

电子信箱:hscbs@public.wh.hb.cn

印刷:武汉市新华印刷有限责任公司

督印:章光琼

字数:560千字

开本:889mm×1194mm 1/16

印张:20

版次:2012年8月第1版

印次:2012年8月第1次印刷

印数:1—2 000

定价:39.80元

欢迎上网查询、购书

前 言

基础化学实验课是化学及相关学科学生必修的一门主干课程,根据教育部相关要求并结合师范类化学专业实验教学的特点,对原有实验课程和教材进行了重组和改革。本教材将传统的四大基础化学实验内容重组、合并为一门独立的化学实验课程教材。在实验教材内容安排上,将无机化学实验、分析化学实验、有机化学实验、物理化学实验内容合理整合和取舍,使各部分实验内容所占比例更科学、合理。在实验教材内容取舍上,以加强基础训练、强化能力和素质培养、精练与革新传统知识、拓宽实验内容为原则,提高基础化学实验内容的科学性和系统性。注意各部分实验内容的内在联系和互相渗透,减少不必要的重复,为学生提供足够的培养实践动手能力、创新意识和创新能力的机会。

本教材由李武客、宋丹丹任主编,负责《基础化学实验》的内容筹划、审核、统稿和定稿。参与编写的有华中师范大学王成刚(第一章 1.1~1.5,第二章 2.1~2.6、2.13、2.14,第三章 3.8、3.9、3.16,第四章 4.1~4.2,第五章 5.1~5.3,第六章 6.1~6.11,第七章,附录 1~6),宋丹丹(第一章 1.6、1.7,第二章 2.7、2.12,第四章 4.4、4.5,第五章 5.4~5.15),田德美、白一穷(第二章 2.8~2.11、2.15~2.17,第三章 3.1~3.4,第四章 4.6~4.13,第六章 6.12~6.27,附录 30、31),李武客(第三章 3.10~3.19,第五章 5.16~5.31,附录 9~29),许汉英(第三章 3.5~3.7,第四章 4.3,附录 7、8)。

本教材的编写工作得到了华中师范大学各级领导和化学实验教学中心实验课程团队的大力支持,编者在此一并表示感谢,对于本书中所列参考文献的作者,以及或由于疏忽而未列出的文献作者表示衷心的感谢。

由于编者水平有限,实践经验不足,书中错误和疏漏在所难免,敬请读者批评指正。

编 者
2012年6月

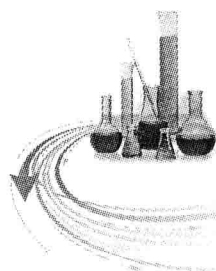
目 录

第 1 章 实验室基本知识	1
1.1 基础化学实验教学的目的、任务和要求	1
1.2 实验室工作知识	2
1.3 实验室安全规则	2
1.4 实验室意外事故的处理	3
1.5 实验室的“三废”处理和环境保护措施	3
1.6 实验误差分析	4
1.7 实验数据处理	6
第 2 章 基础化学实验基本操作	8
2.1 玻璃仪器的洗涤与干燥	8
2.2 加热和冷却的方法	11
2.3 物质的干燥方法	13
2.4 无水无氧操作技术	16
2.5 试剂的取用	18
2.6 溶液的配制	19
2.7 滴定基本操作	21
2.8 化合物熔点的测定及温度计校正	26
2.9 化合物的沸点及其测定	29
2.10 液体折光率的测定	30
2.11 化合物的分离和提纯	31
2.12 沉淀重量法	39
2.13 重结晶	43
2.14 升华	45
2.15 柱色谱	46
2.16 薄层色谱	48
2.17 纸色谱	50
第 3 章 实验室基本仪器的使用	52
3.1 实验室常用的普通玻璃仪器	52
3.2 常用玻璃仪器的保养	53
3.3 化学实验常用的装置	54
3.4 仪器的选用与装配技术	56
3.5 托盘天平	56
3.6 电子台秤	57
3.7 电子分析天平	57
3.8 酸度计	58

3.9	电导率仪	60
3.10	检流计	62
3.11	直流电位差计	70
3.12	标准电池	76
3.13	分光光度计	78
3.14	阿贝折光仪	93
3.15	旋光仪	94
3.16	显微熔点测定仪	101
3.17	恒温槽	103
3.18	气体钢瓶	104
3.19	真空泵	107
第4章	基本操作实验	109
4.1	玻璃仪器的认领、洗涤和干燥	109
4.2	溶液的配制	112
4.3	分析天平基本称量训练	114
4.4	滴定分析基本操作训练	115
4.5	沉淀重量法基本操作训练——钡盐中钡含量的测定	116
4.6	重结晶法提纯乙酰苯胺	117
4.7	乙酰苯胺熔点的测定	119
4.8	工业乙醇的蒸馏及微量法测定乙醇的沸点	120
4.9	无水乙醇的制备	122
4.10	环己醇的减压蒸馏	123
4.11	乙酸乙酯的纯化及折光率的测定	124
4.12	薄层色谱法对药片 APC 各组分的分析	125
4.13	柱色谱法分离甲基橙和亚甲基蓝	126
第5章	测定实验	128
5.1	pH 法测定醋酸的解离常数	128
5.2	$I_3^- = I_2 + I^-$ 平衡常数的测定	129
5.3	化学反应速率与活化能	131
5.4	NaOH 标准溶液浓度的标定	133
5.5	铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	134
5.6	HCl 标准溶液浓度的标定及混合碱的测定	135
5.7	EDTA 标准溶液的配制与标定	137
5.8	水的总硬度的测定	138
5.9	铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	139
5.10	KMnO ₄ 标准溶液的配制与标定及双氧水含量的测定	140
5.11	SnCl ₂ -TiCl ₃ -K ₂ Cr ₂ O ₇ 法测定铁矿石中铁的含量(无汞法)	141
5.12	Na ₂ S ₂ O ₃ 标准溶液的配制与标定	142
5.13	间接碘量法测定铜盐中的铜含量	143
5.14	葡萄糖含量的测定(碘量法)	144
5.15	果蔬中维生素 C 的提取及定量测定(2,6-二氯酚靛酚滴定法)	145
5.16	液体饱和蒸气压的测定	146

5.17	双液系 $T \sim x$ 图的绘制	151
5.18	燃烧热实验	157
5.19	凝固点降低法测相对分子质量	162
5.20	甲基红的酸离解平衡常数的测定	165
5.21	离子迁移数的测定	170
5.22	电动势的测定及其应用	173
5.23	电导的测定及其应用	179
5.24	蔗糖水解反应速率常数的测定	181
5.25	乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	186
5.26	丙酮碘化反应速率常数的测定	190
5.27	溶液表面吸附的测定——最大气泡压力法	196
5.28	电渗法测定 ζ 电势	204
5.29	黏度法测定高聚物相对分子质量	207
5.30	磁化率的测定	213
5.31	偶极矩的测定	220
第 6 章	化合物的制备实验	224
6.1	由海盐制备试剂级氯化钠	224
6.2	硫代硫酸钠的制备	226
6.3	硫酸亚铁铵的制备	227
6.4	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备和组成测定	228
6.5	过氧化钙的制备及含量测定	230
6.6	从孔雀石矿粉制备五水硫酸铜	232
6.7	四碘化锡的制备	233
6.8	高锰酸钾的制备——固体碱熔氧化法	234
6.9	碘酸铜的制备及其溶度积的测定	236
6.10	无水二氯化锡的制备	237
6.11	碱式碳酸铜的制备——设计实验	238
6.12	环己烯的制备	239
6.13	1-溴丁烷的制备	240
6.14	乙醚的制备	241
6.15	正丁醚的制备	243
6.16	2-甲基-2-丁醇的制备	244
6.17	环己酮的制备	245
6.18	己二酸的制备	246
6.19	肉桂酸的制备	247
6.20	乙酸乙酯的制备	248
6.21	苯甲酸乙酯的制备	249
6.22	乙酰苯胺的制备	250
6.23	乙酰水杨酸(阿司匹林)的制备	251
6.24	甲基橙的制备	252
6.25	呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	253
6.26	生物碱的提取(从茶叶中提取咖啡因)	254

6.27 乙酰乙酸乙酯的制备	256
第7章 元素及化合物的性质实验	258
7.1 配位化合物的生成和性质	258
7.2 氧化还原反应和电化学	260
7.3 P区非金属元素:卤素、氧、硫、氮、磷、硅、硼	263
7.4 主族金属(碱金属、碱土金属、铝、锡、铅、铋、铊)	266
7.5 ds区金属:铜、银、锌、镉、汞	270
7.6 第一过渡系元素(钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍)	273
附录	278
附录1 元素国际相对原子质量表($^{12}\text{C}=12.00$)	278
附录2 常用化合物的相对分子质量	279
附录3 常用酸、碱溶液的浓度和密度	281
附录4 某些试剂溶液的配制	281
附录5 标准电极电势表	283
附录6 微溶化合物的溶度积常数(温度 $18^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$)	290
附录7 常用指示剂的配制	293
附录8 常用缓冲溶液的配制	295
附录9 一些基本的物理常数	295
附录10 SI词头	296
附录11 SI基本单位	296
附录12 SI辅助单位	297
附录13 有专用名称的国际单位制导出单位	297
附录14 力单位换算	297
附录15 压力单位换算	298
附录16 能量单位换算	298
附录17 汞在不同温度下的蒸气压	299
附录18 KCl溶液的电导率	301
附录19 不同温度下水和乙醇的折射率	302
附录20 水的密度、黏度、表面张力、黏度、介电常数和离子积常数	302
附录21 水的饱和蒸气压	303
附录22 一些物质的蒸气压	304
附录23 液体的分子偶极矩 μ 、介电常数 ϵ 与极化度 $P_{\infty}(\text{cm}^3 \cdot \text{mol}^{-1})$	305
附录24 几种化合物的磁化率	305
附录25 几种胶体的 ζ 电位	306
附录26 几种溶剂的冰点下降常数	306
附录27 常压下共沸物的沸点和组成	307
附录28 无限稀释离子的摩尔电导率和温度系数	307
附录29 高聚物溶剂体系的 $[\eta]-M$ 关系式	307
附录30 无机化合物的脱水温度	308
附录31 有机化合物的密度	308
参考文献	309
基础化学实验报告	311



第 1 章

实验室基本知识

世界是由物质组成的。化学是研究物质的组成、结构、性质以及变化规律的科学，是人类用以认识和改造物质世界的主要方法和手段之一。化学历史悠久而又富有活力，与人类进步和社会发展的关系非常密切，化学的成就是社会文明的重要标志。化学如同物理皆为自然科学中的基础科学。很多人称化学为“中心科学”。

化学学科的研究对象与内容决定了化学是一门实验科学。一方面，化学知识来源于实验，化学的许多重大发现和研究成果都是建立在实验成果之上的；另一方面，化学学科发展的终极目的是发展生产力，只有通过直接的实践活动化学才能为社会服务。通过化学实验活动，可以说，人们不但认识和利用世界，还创造了新的世界。在过去的 100 多年里化学作为一门核心、实用、创造性科学，已经为人类认识物质世界和人类的文明进步作出了巨大的贡献。目前，人类拥有的化学物质种类已达到了 2 000 多万种，并以每年近百万多种的速度递增着，它们中的多数是自然界中不存在的而是由化学工作者通过实验“创造”出来的。化学创立了研究物质结构和形态的理论、方法和实验手段，认识了物质的结构与性能之间的关系和规律，为设计具有各种特殊功能的化学品提供了有效的方法和手段。所以，学习化学、从事化学方面工作，理论和实验知识具有同等的重要性。

1.1 基础化学实验教学的目的、任务和要求

基础化学实验是大学化学实验的第一门课程，是实行全面化学教育的最有效教学课程。通过该课程的学习，学生可以全面了解化学实验的一般知识和技能，增强安全、规范、环保的意识，培养研究能力和创新能力。

1.1.1 基础化学实验教学的目的、任务

基础化学实验教学的目的是学习化学实验的基本知识、基本操作、基本技能，包括安全知识，环保知识，仪器的使用知识，物质的制备、分离、提纯、分析与鉴定方法，基本测试方法等，具体内容包括：

1. 培养严格遵守实验室各项规章制度的良好习惯，增强安全、规范、环保的意识，学习实验室中“三废”的处理、安全防火、安全自救等技能。

2. 培养科学的认识能力和研究能力，即实验操作能力，细致观察和记录、归纳、综合、正确处理数据的能力，简明扼要地、正确地表达实验结果的能力等。

3. 培养良好的实验习惯，包括实事求是与严肃认真的科学态度、严谨细致的工作作风和坚忍不拔的科学品质。

4. 培养分析归纳的能力、创新精神和独立工作能力，提高分析问题、解决问题的能力。

5. 培养团队精神以及与同学之间团结协作的精神。

1.1.2 基础化学实验教学的基本要求

进行化学实验是十分严肃的事情，必须严格遵守实验室各项规章制度，增强安全、规范、环保的意识，养成身穿实验服，眼睛佩戴安全防护眼镜进行化学实验的良好习惯。学习基础化学实验课程，需要主动学习，进行研究型学习，需要注意实验前预习、实验室学习和实验后书写实验报告三个基本环节。

预习是进行化学实验的第一环节。预习就是通过实验前的学习研究，明确实验目的，学习相关实验基本知识、基本操作、基本技能，熟悉实验原理、内容，尽可能预知实验结果，注意安全事项，合理安排具体实验。以上各方面以预习报告的形式呈现，从而能够有准备地、有目的地并高效地在规定的时间内进行实验。

实验室学习是课程学习的关键部分。实验室学习是在教师的指导下，根据预习报告，应用相关实验基本知识、基本操作、基本技能完成相应实验内容。在实验过程中应严格注意安全事项，规范实验操作，动手动脑，细致观察与感知，及时记录实验现象与结果，勇于探索事物真谛。

实验后书写实验报告是课程学习的重要环节。根据记录的实验现象与结果，结合预习报告，通过总结提高，书写实验报告，达到实验目的。总结、解释和讨论是实验报告的基本形式，也是同学们运用知识提出自己见解的园地。实验报告应及时完成，这是课程学习的总结提高过程。

1.2 实验室工作知识

化学实验中常常使用水、电、煤气、化学试剂和各种仪器，化学试剂中很多是易燃、易爆、有毒或有腐蚀性的，存在着许多不安全因素。为确保实验能安全顺利进行，必须严格遵守各项安全规则。

化学实验室规则包括：实验室安全规则，实验室意外事故的处理方法，“三废”处理和环境保护措施等。学习这些知识是极其重要的基本技能训练。

1.3 实验室安全规则

1. 在进入实验室前必须阅读《大学化学基础实验安全知识》，并严格遵守有关规定。
2. 进入实验室后必须了解实验室的主要设施及布局，主要仪器设备以及通风实验柜的位置、开关和安全使用方法。熟悉实验室水、电、气(煤气)总开关的位置，了解消防器材(消火栓、灭火器等)、紧急急救箱、紧急淋洗器、洗眼装置等的位置和正确使用方法以及安全通道。
3. 做化学实验期间必须穿实验服(过膝、长袖)，戴防护镜(包括戴隐形眼镜者)或自己的近视眼镜。长发(过衣领)必须扎短或藏于帽内，不得穿拖鞋。
4. 实验开始前，应检查仪器是否完整无损，装置是否正确。
5. 实验进行时，不得离岗串岗。水、电、煤气、酒精灯等一经用完立即关闭。实验结束后，值日生和最后离开实验室的人员应再一次检查它们是否被关好。
6. 一切有毒或有刺激性气体的实验都应在通风橱内进行。
7. 极易挥发和引燃的有机溶剂(如乙醚、乙醇、丙酮、苯等)，使用时必须远离明火，用后要立即塞紧瓶塞，放在阴凉避光处。
8. 绝对不允许随意混合各种化学试剂，以免发生意外事故。若的确有需要计划外实验内容，必须有详细实验方案，并请指导教师审查后在教师的指导下进行相关实验。
9. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性，切勿溅在皮肤或衣服上，眼睛更应注意。稀释它们时(特别是浓硫

酸), 应将其沿着烧杯壁慢慢倒入水中, 并搅拌冷却, 而不能进行顺序相反的操作, 以避免迸溅。

10. 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。剩余的废液不得随便倒入下水道, 应倒入废液缸中回收, 防止污染环境, 时刻保持和提升环境保护意识。

11. 加热试管时, 不要将管口对着任何人, 更不能俯视正在加热的液体, 以免液体溅出而烫伤。

12. 实验室电器设备的功率不得超过电源负载能力。电器设备使用前应检查是否漏电, 常用仪器外壳应接地。使用电器时, 人体与电器导电部分不能直接接触, 也不能用湿手接触电器插头。

13. 严禁在实验室内吃喝、吸烟。实验结束后必须洗净双手方可离开实验室。

14. 实验室所有试剂不得携带出室外。用剩的试剂应交还给教师。

1.4 实验室意外事故的处理

1. 烫伤: 可先用稀 KMnO_4 或苦味酸溶液冲洗灼伤处, 再在伤口处抹上黄色的苦味酸溶液、烫伤膏或万花油。

2. 起火: 必须根据火源性质立即采取适当措施。若遇酒精、苯或乙醚等着火时, 应立即用湿抹布、石棉布或沙子覆盖燃烧物。火势大时可用泡沫灭火器。若遇电器设备引起的火灾, 应先切断电源, 用二氧化碳灭火器或干粉灭火器或四氯化碳灭火器灭火, 不能用泡沫灭火器, 以免触电。火势较大, 则应立即报警。

3. 酸碱蚀伤: 若强酸或强碱溅在眼睛或皮肤上, 应立刻用饱和碳酸氢钠(或稀氨水)或硼酸溶液冲洗, 然后再用大量水冲洗。

4. 溴腐蚀致伤: 用苯或甘油清洗伤口, 再用水洗。

5. 磷烧伤: 用1%硝酸银溶液、5%硫酸铜溶液或浓高锰酸钾清洗伤口, 然后包扎。

6. 吸入刺激性有毒气体: 若吸入氯气、氯化氢等气体, 应立刻吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气解毒; 若吸入硫化氢而感到不适或头晕时, 应立即到室外呼吸新鲜空气。

7. 有毒物进入口中: 若毒物还没吞下, 应立即吐出来, 并用水冲洗口腔; 如已咽下, 应设法促使呕吐, 并根据毒物的性质服用解毒剂。

8. 割伤: 先取出伤口内的异物, 然后在伤口处抹上红汞药水或撒上消炎粉后用纱布包扎。

9. 触电: 遇触电事故时, 应首先切断电源, 必要时进行人工呼吸。

10. 若伤势较重, 则应立即送往医院。

1.5 实验室的“三废”处理和环境保护措施

化学实验室经常会产生某些有毒的气体、液体或废渣需要处理(或者交由专门具有资质的公司处理), 特别是某些剧毒物质, 如果直接排出就可能污染周围的空气和水源, 造成环境污染, 损害人体健康。因此, 对废液、废气和废渣要经过一定的处理后才能排弃。严禁将浓酸、浓碱废液和不能溶解的固体物质倒入水池, 以防腐蚀和堵塞水管。化学实验室的“三废”排放应做到以下几点:

1. 实验中的“三废”处理, 是保护环境和人身财产安全的需要, 是实验教学中的一个重要环节, 是基本技能训练和素质培养的重要内容之一。

2. 实验中的“三废”处理和转移要有记录。

3. 学生在实验中, 要求有实验项目中的“三废”处理技术、方法和结果的内容。

4. 废气: 产生少量有毒气体的实验应在通风柜中进行, 通过排风设备将少量毒气排到室外。产

生毒气量较大的实验必须有吸收或处理装置。如 NO_2 、 SO_2 、 H_2S 、 HF 等可用导管通入碱溶液中，以使其大部分被吸收后排出， CO 可点燃使其生成 CO_2 。

5. 废渣：少量有毒的废渣，应安排指定地点并深埋于地下(或者交由专门具有资质的公司处理)。

6. 废液：废液的处理与其性质有关，不同的废液处理方法不同。如废酸液可先用废碱液和碱液中和，调至 pH 6~8，然后从下水道排出。含酚、氰、汞、铬、砷的废液经以下处理才能排放，具体办法如下：

酚：高浓度的酚可用己酸丁酯萃取，重蒸馏回收。低浓度的酚废液可加入次氯酸钠或漂白粉使酚氧化为二氧化碳和水。

氰化物：含有氰化物的废液不得直接倒入实验室水池内，应加入氢氧化钠使其呈碱性后再倒入硫酸亚铁溶液中(按质量计算：1份硫酸亚铁对1份氢氧化钠)，生成无毒的亚铁氰化钠再排入下水管道。

汞：若不小心将金属汞散落在实验室内，必须立即用吸管、毛笔或硝酸汞溶液浸过的薄铜片将所有的汞滴拣起，收集于适当的瓶中，用水覆盖起来。散落过汞的地面应撒上硫磺粉，将散落区覆盖一段时间，使其生成硫化汞，再设法扫净，也可喷洒 20% 的三氯化铁溶液，让其自行干燥后再清扫干净。含汞盐的废液，可先调节至 pH 8~10，加入过量硫化钠，使其生成硫化汞沉淀，再加入硫酸亚铁作为沉淀剂，清液可以排放，残渣可以用焙烧法回收汞，或再制成汞盐。

铬：铬酸洗液如失效变绿，可浓缩冷却后加高锰酸钾粉末氧化，用砂心漏斗滤去二氧化锰后再用。失效的废洗液可用废铁屑还原残留的六价铬，再用废碱液或石灰中和使其生成低毒的氢氧化铬沉淀。

镉：用石灰将废液调节至 pH 8~10，使废液中铅、镉生成氢氧化物沉淀。加入硫酸亚铁，作为共沉淀剂。

混合废水的处理：实验室的混合废液可用铁粉法处理，此法操作简单，没有相互干扰，效果好，处理方法是先用酸调节废水至 pH 3~4，加入铁粉，搅拌 0.5 h，用碱再调至 pH 9 左右，继续搅拌 10 min，再加入高分子混凝剂，进行混凝后沉淀，清液可排放，沉淀物以废渣处理。

1.6 实验误差分析

1.6.1 误差产生的原因

化学是一门实验科学，在实验过程中要进行许多定量的测定，由于受实验方法、测量仪器、所用的试样和实验工作者主观条件等方面的限制，测量值与真实值之间总存在一定的差值，这个差值就是误差。误差出现在测定过程的每一步骤中，从而影响实验结果的准确性。因此，我们应了解误差产生的原因及其规律性，采取减小误差的有效措施，正确运用误差理论对测量结果进行评价和处理，将误差减至最小，提高测定结果的准确度和精密度。

1.6.2 误差的性质与减小

根据误差产生的原因及其性质的差异，可以分为系统误差和随机误差两类。

1. 系统误差

系统误差是实验误差的主要来源，它是由实验过程中某些确定的、经常性的因素引起的，因此对测定值的影响比较恒定。系统误差的产生主要有以下几方面的原因：

(1) 方法误差

方法误差来源于实验方法本身不够完善或有缺陷。

(2) 仪器和试剂误差

仪器不够精确，未经校准或没有按规定条件使用，从而引起仪器误差。而试剂不纯和蒸馏水中的微量杂质则可能带来试剂误差。

(3) 操作误差

实验者的实际操作与正确的操作规程有所出入而引起操作误差，操作误差的大小可能因人而异，但对于同一操作者则往往是恒定的。

系统误差是影响实验结果准确度的主要原因，可以根据误差的性质通过对照实验、空白实验、改进实验方法、校正仪器、提纯试剂等方法予以检验和消除。

2. 随机误差

随机误差是由一些随机因素引起的，例如，测定时周围环境的温度、湿度、气压和外电路电压的微小变化，尘埃的影响，测量仪器自身的变动性，处理各份试样时的微小差别以及读数的不确定性等。这些偶然因素综合作用的结果，造成测定结果的波动，也使得测定值与真实值发生偏离。随机误差的特点是其大小和正负都难以预测，且不可被校正，故随机误差又称为偶然误差或不可测误差。

随机误差服从统计规律，并且可以通过适当增加平行测定的次数予以减小。一般平行测定3~5次即可。

除此以外，在实验过程中还存在着因操作者的过失而引起的误差。例如试液溅失、加错试剂、记录或者计算错误等，过失并不具备上述误差所具有的性质。实验工作者应加强责任感，培养严谨细致的工作作风，严格按照操作规程进行操作，那么过失是可以避免的。

若在测定值中出现了误差很大的数据，就应该分析其产生的原因，如确定是过失所引起的则应将其弃去，以保证测定结果准确可靠。

1.6.3 测定值的准确度与精密度

在实际工作中，常根据准确度和精密度评价测定结果的好坏。

1. 准确度与误差

准确度表示实验测定值与真实值接近的程度，真值是试样中某组分客观存在的真实含量，测定值 x 与真值 T 愈接近，其误差愈小，测定结果的准确度愈高。因此误差的大小是衡量准确度高低的尺度，其表示方法如下：

$$\text{绝对误差} \quad E_a = x - T \quad (1-6-1)$$

$$\text{相对误差} \quad E_r = E_a / T \times 100\% \quad (1-6-2)$$

式中 x 为单次测定值。如果平行测定多次，则 x 为全部测定结果的算术平均值。

2. 精密度与偏差

精密度表示各次测定结果之间相互接近的程度，反映了测定值的重现性。精密度的高低取决于随机误差的大小，通常用偏差来量度。偏差是指个别测定值(或测定平均值)与多次测定值的平均值之差。若测定数据彼此接近，则偏差小，测定的精密度高；相反，如数据分散，则偏差大，精密度低，说明随机误差的影响较大。偏差的表示形式有绝对偏差、平均偏差、相对平均偏差、标准偏差和相对标准偏差：

$$\text{平均值:} \quad \bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \cdots + x_n}{n} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (1-6-3)$$

$$\text{绝对偏差:} \quad d_i = x_i - \bar{x} \quad (1-6-4)$$

$$\text{平均偏差: } \bar{d} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |d_i| = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}| \quad (1-6-5)$$

$$\text{相对平均偏差: } \bar{d}_r = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1-6-6)$$

$$\text{标准偏差: } s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n d_i^2}{n-1}} \quad (1-6-7)$$

$$\text{相对标准偏差: } s_r = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\% = \frac{\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1-6-8)$$

系统误差影响测定结果的准确度，随机误差影响测定结果的精密度，准确度和精密度的概念既有区别，又有联系。精密度高，准确度不一定好，只有校正系统误差，减少随机误差，才能获得精密度和准确度良好的测定结果。

1.7 实验数据处理

1.7.1 有效数字及其运算规则

在科学实验中，准确地测定每一个实验数据、正确地记录和计算并进行科学的处理是十分重要的。记录实验数据和计算测定结果究竟应该保留几位数字，应该根据实验方法和测量仪器的准确度来确定，人为地增减数字的位数是错误的。

所谓有效数字是指在实验过程中实际能测量到的数字。

有效数字与数学上的数有着不同的含义。数学上的数只表示大小，而有效数字不仅表示量的大小，而且还能反映所用仪器能达到的精度。有效数字是由全部准确数字和最后一位(只能是一位)不确定数字组成，它们共同决定了有效数字的位数。

有效数字位数的多少反映了测量的准确度，数据中有效数字的位数越多，表明测定的准确度越高。但是，超过测量准确度范围的过多位数是毫无意义的。数字之间与数字之后的“0”是有效数字，因为它们是由测量所得到的，体现了一定的测量准确度，因而不可任意取舍。而数字前面的“0”是起定位作用的，它的个数与所取的单位有关而与测量的准确度无关，因而不是有效数字。

1. 有效数字修约规则

在实验测试过程中，可能使用数种准确度不同的仪器或量器，所得数据的有效数字位数也不尽相同。在进行具体的计算之前，必须按照统一的规则确定一致的位数，再舍去某些数据后面多余的数字(称尾数)，这个过程称为“数字修约”，它遵循的原则是“四舍六入五留双”。具体的做法是，当尾数 ≤ 4 时将其舍去；尾数 ≥ 6 时就进一位；如果尾数为5而后面的数为零时则看前方：前为奇数就进位，前为偶数则舍去；当“5”后面还有不是零的任何数时，都须向前进一位，无论前方是奇数还是偶数，“0”则以偶数论。例如将以下数据全部修约为四位有效数字：

$$\begin{array}{ll} 0.56464 \rightarrow 0.5646 & 0.53836 \rightarrow 0.5384 \\ 15.3750 \rightarrow 15.38 & 16.5050 \rightarrow 16.50 \\ 27.1850 \rightarrow 27.18 & 18.06501 \rightarrow 18.07 \end{array}$$

进行数字修约时必须一次修约到指定的位数，否则会得出错误的结果。例如将15.4565修约成两位有效数字时，应一步到位：15.4565 \rightarrow 15。如果按下述方式进行是错误的：15.4565 \rightarrow 15.456 \rightarrow

15.46→15.5→16。

使用计算器进行计算时，只需对最后的结果进行修约，使其符合事先所确定的位数即可。

2. 有效数字的运算规则

(1) 加减法

几个数据相加或相减，它们的和或差保留几位有效数字，应以小数点后位数最少的数为依据。

(2) 乘除法

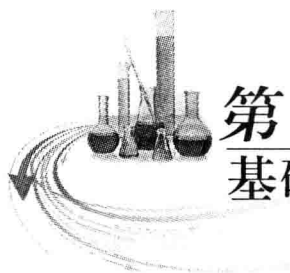
对几个数据进行乘除运算时，它们的积或商的有效数字位数，应以其中有效数字位数最少的那个数为依据。

(3) 对数运算

在十进制对数运算中，对数值的首数部分是10的幂级数，不是有效数字，其尾数才是有效数字，因此对数值的有效数字由尾数部分的位数决定。 $[\text{H}^+] = 0.0020 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ，也可写成 $2.0 \times 10^{-3} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ，或 $\text{pH} = 2.70$ ，其有效数字均为两位。

1.7.2 实验结果的表达

为了正确地表示实验结果，不仅要表明其数值的大小，还应该反映出测定准确度、精密度以及为此进行的测定次数。欲通过一组测定数据(随机)来反映该样本所代表的总体时，样本平均值 \bar{x} 、样本标准偏差 s 和测定次数 n 这三项数据是必不可少的。在测定次数比较少(3~5次)的情况下，一般要求以样本平均值、相对平均偏差和测定次数来报告分析结果，最后还应正确表示实验结果的有效数字，其位数要与测定方法和仪器相一致。



第 2 章

基础化学实验基本操作

2.1 玻璃仪器的洗涤与干燥

在化学实验工作中，使用大量的玻璃仪器。为了获得正确的和可重复的实验结果，必须将玻璃仪器洗涤干净，时常还需进行必要的干燥。

2.1.1 玻璃仪器的洗涤

在化学实验工作中，洗涤玻璃仪器不仅是一个实验前后的基本工作，也是一个技术性的工作。仪器洗涤是否符合要求，对实验结果的准确性有明显的影响。一般来说，非洁净物既有可溶性的物质，也有灰尘和不溶性物质，还有有机物与油污等。不同污物有不同的洗涤方法，不同化学实验工作也有不同的仪器洗涤要求。下面以一般化学实验的要求为基础介绍玻璃仪器的洗涤方法。

1. 洗涤仪器的一般方法

(1) 用水刷洗 对于普通玻璃仪器，倒净仪器内物质后先振荡水洗，再用水刷洗。刷洗时应使用适于各种仪器的毛刷，如试管刷、瓶刷、烧杯刷等。刷洗方法是用毛刷蘸水刷洗仪器，再用水冲去可溶性物质及刷去表面黏附灰尘。

(2) 用合成洗涤剂刷洗 市售的餐具洗涤剂是以非离子表面活性剂为主要成分的中性洗液，可配制成 1%~2% 的水溶液，也可用 5% 的洗衣粉水溶液，刷洗仪器，它们都有较强的去污能力，必要时可温热或短时间浸泡。

凡是已洗净仪器应该是清洁透明的，将仪器倒置，水流出后，器壁应不挂小水珠。若如此，再用少许蒸馏水润洗仪器三次，洗去自来水带来的杂质，仪器即符合一般使用要求。

2. 各种洗涤液的使用

针对仪器沾污物的性质，采用不同洗涤液能有效地洗净仪器。要注意在使用各种性质不同的洗液时，一定要把上一种洗涤液除去后再用另一种，以免相互作用生成的产物更难洗净。

铬酸洗液因毒性较大尽可能不用，近年来多以合成洗涤剂和有机溶剂来除去油污。几种常用的洗涤液配方及其使用方法如下：

(1) 铬酸洗液

研细的重铬酸钾 25 g 溶于 50 mL 水中(可加热)，慢慢加入 450 mL 浓硫酸，注意要边加边搅拌。铬酸洗液用于去除器壁残留油污，使用时可用少量洗液刷洗仪器或浸泡仪器一夜，将洗液回收后，再用水冲洗仪器。

(2) 工业盐酸(浓或 1:1)

用于洗去碱性物质及大多数无机物残渣。

(3) 碱性洗液

10% 氢氧化钠水溶液或乙醇溶液，一般用于仪器浸洗。水溶液加热(可煮沸)使用，其去油效果较好。需要注意的是，使用水溶液煮的时间太长会腐蚀玻璃，使用碱-乙醇洗液时不要加热。

(4)碱性高锰酸钾洗液

洗液的配制方法是取4 g高锰酸钾溶于水中,加入10 g氢氧化钠,用水稀释至100 mL。用于洗涤油污或其他有机物。洗后容器沾污处有褐色二氧化锰析出,可再用浓盐酸或草酸洗液、硫酸亚铁、亚硫酸钠等还原剂去除。

(5)草酸洗液

配制方法是取5 g~10 g草酸溶于100 mL水中,加入少量浓盐酸。洗涤高锰酸钾洗液用后产生的二氧化锰,必要时可加热使用。

(6)碘-碘化钾洗液

将1 g碘和2 g碘化钾溶于水中,用水稀释至100 mL就得到洗液。主要用于洗涤因使用硝酸银滴定液而留下的黑褐色沾污物,也可用于擦洗沾过硝酸银的白瓷水槽。

(7)有机溶剂苯、乙醚、二氯乙烷等

可洗去油污或可溶于该溶剂的有机物质,使用时要注意其毒性及可燃性。用乙醇配制的指示剂干渣、比色皿,可用盐酸-乙醇(1:2)洗液洗涤。

(8)乙醇-浓硝酸

在容器内加入不多于2 mL的乙醇,加入10 mL浓硝酸,静置即发生激烈反应,放出大量热及二氧化氮,反应停止后再用水冲洗。注意:乙醇与浓硝酸不可事先混合!用一般方法很难洗净的少量残留有机物,可用此方法。操作应在通风橱中进行,不可塞住容器,还应做好必要防护。

3. 度量仪器的洗涤

度量玻璃仪器(如滴定管、移液管、容量瓶等)的洗净程度要求较高,而且有些仪器的形状也特别,不宜用毛刷刷洗。这些仪器可用肥皂、洗衣粉洗涤,但多数情况下是用洗液洗涤。

(1)容量瓶 洗净的容量瓶可直接用自来水冲洗,再用纯水润洗三次后使用。油污较严重的,可用铬酸洗涤液洗涤。洗涤时应使洗液布满容量瓶全部内壁,放置10 min左右,倒出洗涤液,用自来水充分洗涤。或用洗涤剂洗涤,用自来水冲洗干净,再用纯水冲洗三遍后备用。

(2)滴定管 无明显油污或不太脏的滴定管可用自来水冲洗,或用肥皂水、洗涤剂泡洗。若有油污应使用铬酸洗涤液洗涤。洗涤时,应将滴定管内的水尽量放出。酸式滴定管将活塞关闭,碱式滴定管应先拔出橡皮管,并用橡胶乳头封住下管口,倒入10 mL~15 mL铬酸洗液于管内,两手平端滴定管,边转边向管口倾斜,使洗液布满全部管壁,可以反复操作几次。酸式滴定管可将洗液从上下管口放出,碱式滴定管则从上管口将洗液放回原瓶。如滴定管油污严重,可将洗液充满全管,浸泡十几分钟或更长时间。洗液放出后,先用自来水冲洗,再用纯水润洗三遍后备用。

(3)移液管与吸量管:将管尖插入盛铬酸洗液瓶中,吸取管容量1/3左右的洗液,按住管口,取出移液管,横持,并转动移液管,使洗液接触到全部管内壁,并至最高刻线上,等待片刻,放松手指,将洗液放入原瓶内。用自来水冲洗干净,再用纯水润洗三次备用。

4. 特别物质的洗涤

(1)沉淀物的洗涤

根据沉淀物的性质选用合适的试剂洗涤。例如,AgCl沉淀可用1:1氨水或10% Na₂S₂O₃水溶液洗涤;BaSO₄沉淀可用100℃浓硫酸或用EDTA-NH₃水溶液(3% EDTA二钠盐500 mL与浓氨水100 mL混合)加热近沸洗涤;汞渣可用热浓硝酸浸泡洗涤。

(2)有机物质

一般有机物质可用铬酸洗液浸泡或温热洗液抽洗。脂肪则可用四氯化碳或其他适当的有机溶剂洗涤。