

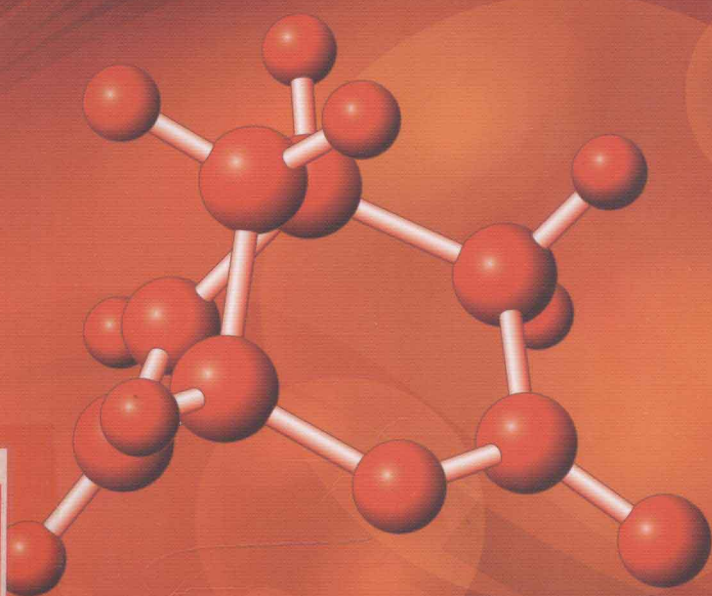


高等学校“十二五”规划教材

GAODENG XUEXIAO
SHIERWU GUIHUA JIAOCAI

基础化学实验

周迎春 张启俭 主编



化学工业出版社

高等学校“十二五”规划教材

基础化学实验

周迎春 张启俭 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书涵盖了所有基础化学实验教学的内容，包括无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验、物理化学实验、普通化学实验等。全书共 7 章 83 个实验，主要有基础实验的一般知识，实验基本操作，基本原理实验，物质的性质实验，物质的制备及表征，物质的分析实验和综合性、设计性实验，并提供必要的基本参数和背景知识。

本书可作为高等院校化学工程与工艺、环境工程、环境科学、石油化工、材料科学与工程、医学、药学、农学等近化学专业的实验教材，也可供相关专业的研究人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

基础化学实验/周迎春, 张启俭主编. —北京: 化学工业出版社, 2013.1
高等学校“十二五”规划教材
ISBN 978-7-122-15878-9

I. ①基… II. ①周…②张… 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 282401 号

责任编辑: 陈有华 高 钰	文字编辑: 刘志茹
责任校对: 徐贞珍	装帧设计: 尹琳琳

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)
印 装: 大厂聚鑫印刷有限责任公司
787mm×1092mm 1/16 印张 13 3/4 字数 340 千字 2013 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899
网 址: <http://www.cip.com.cn>
凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

前 言

化学是一门以实验为基础的学科，实验教学在整个化学教学环节中占有重要的、特殊的地位，不仅要使学生加深对化学基本理论和概念的理解，更重要的是强化实践能力和创新精神的培养。《基础化学实验》涵盖了化学工程与工艺、环境工程、环境科学、材料科学与工程、石油化工、医学、药学、农学等专业基础化学实验教学所需的内容，涉及以往的无机化学实验、有机化学实验、分析化学实验、物理化学实验、普通化学实验等诸多化学实验，并与无机化学、有机化学、分析化学、物理化学、普通化学等多门基础化学主干课程相衔接。内容包括需要了解的实验的一般知识、需要掌握的实验基本操作、需要学会的各种实验方法，并提供必要的基本参数和背景知识。

《基础化学实验》教材是按照“基础—提高—创新”的顺序编写的。“基础”层面强调基本实验操作与技能的训练，培养学生良好的实验习惯与实验素质。“提高”层面则强调综合性实验教学，培养学生良好的全局观与整体视野。“创新”层面突出实验设计的培养，提高学生实验自主性与创新意识。第1章介绍了基础实验的一般知识；第2章介绍了实验基本操作，希望通过这两章内容能让学生了解化学实验室的安全常识和常用药品、仪器的使用，掌握化学实验的基本操作，有助于提高学生的实验技能；第3章编写了基本原理实验，让学生明确一些化学原理的应用；第4章至第6章分别编写了物质的性质实验、物质的制备及表征实验和物质的分析实验，意在使学生熟悉了物质的性质后，能够熟练地进行制备和表征，并能正确地进行分析，循序渐进；第7章编写了综合性、设计性实验，培养学生自己动手动脑去设计和完成实验的能力，增强创新意识，有助于学生深化化学实验的内涵，领会基础化学实验的联系。

本书由周迎春、张启俭任主编，参加编写的有蔺岩、陈国伟和高杰，全书由周迎春拟订编写大纲，并完成统稿和定稿。本书在编写过程中，得到辽宁工业大学教材出版基金的资助，并提供了很多建设性的意见，在此深表感谢。

由于编者水平有限，且时间仓促，书中难免有不妥之处，敬请同行和广大读者批评、指正，在此谨表真诚的谢意。

编者

2012年11月

目 录

第1章 基础实验的一般知识	1
1.1 实验室安全规则及注意事项	1
1.1.1 实验室规则	1
1.1.2 实验室的安全	1
1.1.3 实验室注意事项	4
1.2 化学试剂的一般知识	5
1.2.1 试剂的一般知识	5
1.2.2 试剂的保管	5
1.2.3 分析用纯水	6
1.3 常用实验仪器及其使用	7
1.3.1 无机化学实验常用仪器	7
1.3.2 有机化学实验常用仪器和设备	11
1.3.3 定量分析化学常用的玻璃仪器	15
1.3.4 玻璃器皿的洗涤与干燥	16
1.3.5 塞子的配置和钻孔	18
1.3.6 有机化学实验常用装置及其装配与拆卸	18
1.4 灯的使用和玻璃的简单加工	19
1.4.1 酒精灯的使用	19
1.4.2 煤气灯的使用	20
1.4.3 酒精喷灯的使用	21
1.4.4 玻璃管的简单加工	22
1.5 实验的预习、记录、数据处理和实验报告	23
1.5.1 实验预习	23
1.5.2 实验记录	23
1.5.3 实验报告	23
第2章 实验基本操作	26
2.1 天平、量器的使用和校准	26
2.1.1 分析天平和称量	26
2.1.2 玻璃量器及其使用	32
2.2 加热、冷却和干燥方法	38
2.2.1 加热方法	38
2.2.2 冷却方法	40
2.2.3 干燥方法	40
2.3 沉淀的过滤、洗涤、烘干和灼烧	43
2.3.1 沉淀进行的条件	43
2.3.2 沉淀的过滤	43
2.3.3 沉淀的洗涤	45
2.3.4 沉淀的烘干和灼烧	46
2.4 结晶和重结晶	47
2.4.1 结晶	47
2.4.2 重结晶	47
2.5 蒸馏、萃取和升华	49
2.5.1 蒸馏	49

2.5.2 萃取	55
2.5.3 升华	57
2.6 常用实验仪器简介	58
2.6.1 酸度计及其使用方法	58
2.6.2 分光光度计及其使用方法	60
2.6.3 减压设备及其使用	61
实验1 分析天平的称量练习	62
实验2 滴定管、容量瓶和移液管的使用和校准练习	63
实验3 乙酰苯胺重结晶	65
第3章 基本原理实验	67
实验4 摩尔气体常数的测定	67
实验5 醋酸解离常数的测定(缓冲溶液法)	69
实验6 碘酸铜溶度积的测定	70
实验7 化学反应速率、反应级数和活化能的测定	71
实验8 氧化还原反应	74
实验9 配合物与沉淀-溶解平衡	76
实验10 银氨配离子配位数的测定	79
实验11 硫酸铜结晶水的测定	81
实验12 碳酸钙分解反应热的测定	82
实验13 燃烧热的测定	84
实验14 溶解热的测定	87
实验15 液体饱和蒸气压的测定	89
实验16 热分析法绘制铅-锡相图	91
实验17 液体黏度和密度的测定	92
实验18 化学反应平衡常数和分配系数的测定	94
实验19 电动势的测定实验	96
实验20 电势-pH曲线的测定	97
实验21 离子迁移数的测定	100
实验22 乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	102
实验23 过氧化氢催化分解反应速率常数的测定	104
实验24 固体在溶液中的吸附	106
实验25 溶液表面张力的测定	107
第4章 物质的性质实验	110
实验26 碱金属和碱土金属	110
实验27 卤素	113
实验28 硫及其化合物	116
实验29 硼 碳 硅 氮 磷	118
实验30 铬 锰 铁 钴 镍	121
实验31 氧和硫	125
实验32 铜 银	126
实验33 锌 镉 汞	128
实验34 常见阳离子的分离与鉴定	129
实验35 常见阴离子的分离与鉴定	131
实验36 烷、烯、炔的鉴定	133
实验37 卤代烃的鉴定	134
实验38 醇的鉴定	135
实验39 酚的鉴定	137
实验40 醛和酮的鉴别	139
实验41 胺的鉴定	141

实验 42	羧酸的鉴定	143
实验 43	酯的鉴定	144
实验 44	糖的鉴定	145
第 5 章 物质的制备及表征		149
实验 45	硫酸亚铁铵的制备及组成分析	149
实验 46	由胆矾精制五水硫酸铜	150
实验 47	由废铜屑制备硫酸铜	150
实验 48	甲酸铜的制备	152
实验 49	由碳酸氢铵和食盐制备碳酸钠	153
实验 50	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及草酸根含量的测定	154
实验 51	环己烯的制备	156
实验 52	溴乙烷的制备	157
实验 53	乙醚的制备	159
实验 54	乙酸乙酯的制备	161
实验 55	乙酰水杨酸的制备	162
实验 56	己二酸的制备	164
实验 57	甲基橙的制备	165
实验 58	乙酰苯胺的制备	167
实验 59	三苯甲醇的制备	168
实验 60	2-甲基-2-丁醇的制备	170
第 6 章 物质的分析实验		173
实验 61	酸碱标准溶液的配制和浓度的标定	173
实验 62	碱液中 NaOH 及 Na ₂ CO ₃ 含量的测定	175
实验 63	铵盐中含氮量的测定(甲醛-酸碱滴定法)	175
实验 64	EDTA 标准溶液的配制和标定	177
实验 65	氯化物中氯含量的测定(银量法)	179
实验 66	高锰酸钾标准溶液的配制与标定	180
实验 67	过氧化氢含量的测定(KMnO ₄ 法)	181
实验 68	硫酸铜中铜含量的测定	182
实验 69	碱灰中总碱度的测定	184
第 7 章 综合性、设计性实验		186
实验 70	由钛白粉生产副产物硫酸亚铁制备氧化铁颜料	186
实验 71	由软锰矿制取高锰酸钾	188
实验 72	三氯化六氨合钴(Ⅲ)的制备和组成测定	189
实验 73	碘仿的电化学合成	191
实验 74	乙醇的生物合成	192
实验 75	从茶叶中提取咖啡因	194
实验 76	从烟叶中提取烟碱	196
实验 77	黄连中黄连素的提取	198
实验 78	对氨基苯磺酰胺	199
实验 79	果胶的提取	200
实验 80	食品增稠剂、保型剂乙酯淀粉的制备	202
实验 81	可溶性硫酸盐中硫的测定(重量法)	202
实验 82	维生素 C 片剂中维生素 C 含量的测定	204
实验 83	水的硬度测定(配位滴定法)	205
附录		208
参考文献		213

第 1 章 基础实验的一般知识

1.1 实验室安全规则及注意事项

1.1.1 实验室规则

为了保证化学实验课正常、有效、安全地进行，保证实验的教学质量，学生必须遵守下列规则。

(1) 在进入化学实验室之前，必须认真阅读本章内容，了解进入实验室后应注意的事项及有关规定。

(2) 不得穿拖鞋、背心等暴露过多的服装进入实验室，实验室内不得吸烟和吃喝东西。

(3) 每次做实验之前，认真预习有关实验的内容及相关的参考资料，了解所用药品的性质及应该注意的安全问题，写好实验预习报告，经指导教师检查合格后方可进行实验。没有达到预习要求者，不得进行实验。

(4) 实验开始后，先将仪器检查、搭设准备好，经指导老师检查合格后，方可进行下一步操作。在每一步操作前，想好操作的目的、意义，实验中的关键步骤、难点及易导致实验失败的注意事项。实验中严格按操作规程操作，如要改变，必须经指导老师同意。

(5) 实验中要认真、仔细观察实验现象，如实记录，由指导老师登记实验结果。课后，按时写出符合要求的实验报告。如有产品，放置到指定地点，统一回收保管，不得随意弃置。

(6) 在实验过程中，不得大声喧哗，不得擅自离开实验室。注意保持实验室的环境卫生。

(7) 液体样品一般在通风橱中量取，固体样品一般在称量台上称取。公用仪器用完后，放回原处，并恢复原样；药品取完后，及时将盖子盖好，保持药品台清洁。废液应倒在废液桶内（易燃液体除外），固体废物（如沸石、棉花等）应倒在垃圾桶内，千万不要倒在水池中，以免堵塞或腐蚀管路。

(8) 实验结束后，将个人实验台面打扫干净，仪器洗、挂、放好，拔掉电源插头。请指导老师检查、在实验记录上签字后方可离开实验室。值日生待做完值日后，再请指导老师检查、签字。离开实验室前应检查水、电、气是否关闭。

(9) 仪器损坏应如实填写破损单，并按规定酌情赔偿。

1.1.2 实验室的安全

在化学实验中经常使用的有机试剂和溶剂大多易燃、易爆，而且具有一定的毒性。虽然在选择实验时，尽量选用低毒性的溶剂和试剂，但是大量使用时，仍然会对人体造成一定的伤害，因此，防火、防爆、防中毒是化学实验中尤其需要注意的问题。同时，还应注意安全用电，也要防止割伤和灼伤事故的发生。

1.1.2.1 防火

引起着火的原因很多,如用敞口的容器加热低沸点的溶剂,加热方法不正确等,均可引起着火。为了防止着火,实验中应注意以下几点。

(1) 不能用敞口容器加热和放置易燃、易挥发的化学药品。应根据实验要求和物质的特性,选择正确的加热方法。如对于沸点低于 80°C 的液体,在蒸馏时,应采用水浴,不用直接加热。

(2) 尽量防止或减少易燃物气体的外逸。处理和使用易燃物时,应远离明火,注意室内的通风,及时将蒸汽排出。

(3) 易燃、易挥发的废物,不得倒入废液缸和垃圾桶中。量大时,应专门回收处理;量小时,可倒入水池用水冲走,但与水发生猛烈反应者除外。

(4) 实验室不得存放大量的易燃、易挥发性物质。

(5) 有煤气的实验室,应经常检查管道和阀门是否漏气。

(6) 一旦着火,应沉着冷静地及时采取正确措施,控制事故的扩大。首先,立即切断电源,移走易燃物。然后,根据易燃物的性质和火势采取适当的方法进行扑救。有机物着火通常不用水进行扑救(因为一般有机物不溶于水或遇水可发生更强烈的反应而引起更大的事故),小火可用湿布或石棉布盖熄;火势较大时,应用灭火器扑救。地面或桌面着火时,还可以用砂子扑救,但容器内着火不宜使用砂子扑救。

身上着火时,应就近在地上打滚(速度不要太快),将火焰扑灭。千万不要在实验室内乱跑,以免造成更大的火灾。

附:化学实验室灭火器及其使用方法

一般常用灭火器有二氧化碳、四氯化碳、干粉及泡沫灭火器。虽然四氯化碳和泡沫灭火器都具有较好的灭火性能,但四氯化碳在高温下能生成剧毒的光气,而且与金属钠接触会发生爆炸。而泡沫灭火器会喷出大量的泡沫而造成严重污染,给后处理带来麻烦。因此,这两种灭火器一般不用于化学实验室。

目前,化学实验室中常用的是干粉灭火器。使用时,拔出销钉,将出口对准着火点,将手柄压下,干粉即可喷出。灭火时,从火的周围开始向中心扑灭。

二氧化碳灭火器也是有机化学实验室常用的灭火器。灭火器内存放着压缩的二氧化碳气体,适用于油脂、电机及较贵重的仪器着火时使用。

1.1.2.2 防爆

在有机化学实验中,发生爆炸事故一般有两种情况:

① 某些化合物容易发生爆炸,如过氧化物、芳香族多硝基化合物等,在受热或受到碰撞时,均会发生爆炸。含有过氧化物的乙醚在蒸馏时,也有爆炸的危险。乙醇和浓硝酸混合在一起,会引起极强烈的爆炸。

② 仪器安装不正确或操作不当时,也可引起爆炸。如蒸馏或反应时实验装置被堵塞,减压蒸馏时使用不耐压的仪器等。

为了防止爆炸事故的发生,应注意以下几点:

(1) 使用易燃易爆物品时,应严格按操作规程操作,要特别小心。

(2) 反应过于强烈时,应适当控制加料速度和反应温度,必要时采取冷却措施。

(3) 在用玻璃仪器组装实验装置之前,首先检查玻璃仪器是否有破损。

(4) 常压操作时,不能在密闭体系内进行加热或反应,要经常检查反应装置是否被堵

塞。如发现堵塞应停止加热或反应，将堵塞排除后再继续加热或反应。

(5) 减压蒸馏时，不能用平底烧瓶、锥形瓶、薄壁试管等不耐压容器作为接收瓶或反应瓶。

(6) 无论是常压蒸馏还是减压蒸馏，均不能将液体蒸干，以免局部过热或产生过氧化物而发生爆炸。

1.1.2.3 防中毒

大多数化学药品都具有一定的毒性。中毒主要是通过呼吸道和皮肤接触有毒物品而对人体造成危害。因此预防中毒应做到如下几点：

(1) 称量药品时要使用工具，不得直接用手接触，尤其是毒品。做完实验后，要先洗手然后再吃东西。任何药品不能用嘴尝。

(2) 使用和处理有毒或腐蚀性物质时，应在通风橱中进行或加气体吸收装置，并戴好防护用品。尽可能避免蒸汽外逸，以防造成污染。

(3) 如发生中毒现象，应让中毒者及时离开现场，到通风好的地方，严重者应及时送往医院。

1.1.2.4 防灼伤

皮肤接触了高温、低温或腐蚀性物质后均可能被灼伤。为避免灼伤，在接触这些物质时，最好戴橡胶手套和防护眼镜。发生灼伤时应按下列要求处理：

(1) 被碱灼伤时，先用大量的水冲洗，再用1%~2%的乙酸或硼酸溶液冲洗，然后再用水冲洗，最后涂上烫伤膏。

(2) 被酸灼伤时，先用大量的水冲洗，然后用1%的碳酸氢钠溶液清洗，最后涂上烫伤膏。

(3) 被溴灼伤时，应立即用大量的水冲洗，再用酒精擦洗或用2%的硫代硫酸钠溶液洗至灼伤处呈白色，然后涂上甘油或鱼肝油软膏加以按摩。

(4) 被热水烫伤一般在患处涂上红花油，然后擦烫伤膏。

以上这些物质一旦溅入眼睛中，应立即用大量的水冲洗，并及时去医院治疗。

1.1.2.5 防割伤

有机实验中主要使用玻璃仪器，使用时，最基本的原则是：不能对玻璃仪器的任何部位施加过度的压力。

(1) 需要用玻璃管和塞子连接装置时，用力处不要离塞子太远，如图1.1中(a)和(c)所示。图1.1中(b)和(d)的操作是不正确的。尤其是插入温度计时，要特别小心。

(2) 新割断的玻璃管断口处特别锋利，使用时，要将断口处用火烧至熔化，使其成圆滑状。

发生割伤后，应将伤口处的玻璃碎片取出，再用生理盐水将伤口洗净，涂上红药水，用纱布包好伤口。若割破静(动)脉血管，流血不止时，应先止血。具体方法：在伤口上方5~10cm处用绷带扎紧或用双手掐住，然后再进行处理或送往医院。

实验室应备有急救药品，如生理盐水、医用酒精、红药水、烫伤膏、1%~2%的乙酸或

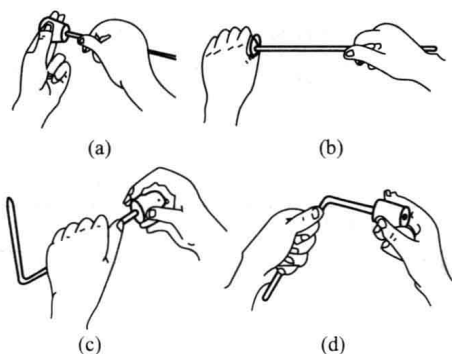


图1.1 玻璃管与塞子连接时的操作方法

硼酸溶液、1%的碳酸氢钠溶液、2%的硫代硫酸钠溶液、甘油、止血粉、龙胆紫、凡士林等。还应备有镊子、剪刀、纱布、药棉、绷带等急救用具。

1.1.2.6 用电安全

进入实验室后,首先应了解水、电、气的开关位置在何处,而且要掌握它们的使用方法。在实验中,应先将电器设备上的插头与插座连接好后,再打开开关。不能用湿手或手握湿物去插或拔插头。使用电器前,应检查线路连接是否正确,电器内外要保持干燥,不能有水或其他溶剂。实验做完后,应先关掉电源,再拔插头。

1.1.3 实验室注意事项

- (1) 遵守实验室的各项规章制度。
- (2) 经常保持实验室的整洁和安静,注意维持桌面和仪器的整洁。
- (3) 保持水槽的清洁和通畅,切勿将固体物品投入水相中。废纸和废屑应投入废纸箱内,废液应小心倒入废液缸中集中收集和处理,切勿随意倒入水槽中,以免腐蚀下水道及污染环境。
- (4) 爱护仪器,节约试剂和水电等。
- (5) 每个实验人员都必须知道实验室内电闸、水阀和煤气阀的位置,实验完毕离开实验室时应将这些阀、闸关闭。
- (6) 实验室内禁止饮食、吸烟,切勿以实验器皿代替水杯、餐具等使用,防止化学试剂入口。实验结束后要洗手,如曾使用过有毒药品,还应漱口。
- (7) 使用浓酸、浓碱等强腐蚀性试剂时要注意,以免溅在皮肤、衣服和鞋袜上,一旦溅上应立即用水冲洗后再擦净。使用 HF 、 $\text{H}\sim\text{Cl}$ 、 HNO_3 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等试剂溶解样品时,应在通风橱中进行操作。
- (8) 使用汞盐、氰化物、砷盐等有毒试剂时应特别小心,用过的废物不可乱扔、乱倒,应及时回收或进行特殊处理。严禁在酸性介质中加入氰化物。少量洒到实验台上的汞应及时用硫黄粉覆盖,收集后集中处理。
- (9) 使用 CCl_4 、乙醚、苯等有毒或易燃有机溶剂时要远离火源和热源,敞口操作应在通风橱中进行。试剂用后及时加盖,置于阴凉处存放。低沸点、低闪点的有机溶剂不得在明火或电炉上加热,应在水浴、油浴或可调压电热套中加热。用过的溶剂不可倒入水槽中排故,应倒入回收瓶中集中处理。
- (10) 使用高压气体钢瓶时要严格按操作规程进行操作。高压钢瓶的种类可根据其颜色加以辨认,见表 1.1。

表 1.1 常用气体钢瓶颜色和字样标记

气体名称	瓶体颜色	字样	字样颜色	横条颜色
氧气	天蓝	氧	黑色	棕色
氢气	深绿	氢	红色	
氮气	黑	氮	黄色	
一氧化碳	银灰	一氧化碳	大红色	
二氧化碳	黑	二氧化碳	黄色	
压缩空气	黑	压缩空气	白色	红色 黄色
硫化氢	白	硫化氢	红色	
二氧化硫	黑	二氧化硫	白色	
石油气	灰	石油气体	红色	
氟气	灰	纯氟	绿色	

(11) 如果在实验过程中发生着火，应尽快切断电源和燃气源，并选择合适的灭火器材扑灭。如果着火面积较大，在尽力扑救的同时应及时报警。

1.2 化学试剂的一般知识

1.2.1 试剂的一般知识

1.2.1.1 常用试剂的规格

化学试剂的种类很多，世界各国对化学试剂的分类和分级的标准不尽一致，国际纯粹与应用化学联合会（IUPAC）将化学标准物质依次分为 A~E 的五级，其中 C 级和 D 级为滴定分析标准试剂 [含量分别为 $(100 \pm 0.02)\%$ 和 $(100 \pm 0.05)\%$]，E 级为一般试剂。我国的化学试剂一般可分为四个等级，其规格和适用范围见表 1.2。

此外，还有一些特殊用途的高纯试剂，如色谱纯试剂，表示其在仪器最高灵敏度 (10^{-10} g) 条件下进样分析无杂质峰出现；光谱纯试剂则以光谱分析时出现的干扰谱线的数目和强度大小来衡量，要注意的是光谱纯的试剂不一定是化学分析的基准试剂，基准试剂的纯度要相当于或高于标准试剂，主要用作滴定分析的基准物或直接配制标准溶液。

表 1.2 化学试剂等级、规格和适用范围

等级	中文名称	英文缩写	标签颜色	用 途
一级品	优级纯(保证试剂)	G. R.	绿色	纯度很高,适用于精密分析工作和科研工作
二级品	分析纯(分析试剂)	A. R.	红色	纯度仅次于 G. R. 级,适用于多数分析工作和科研工作
三级品	化学纯	C. R.	蓝色	适用于一般分析工作
四级品	实验试剂	L. R.	棕色或其他色	纯度较低,适用于实验辅助试剂
	生化试剂	B. R.	咖啡色	生化实验

在分析工作中所选试剂的级别并非越高越好，而是要和所用的方法、实验用水、操作器皿的等级相适应。在通常情况下，分析实验中所用的一般溶液可选用 A. R. 级试剂并用蒸馏水或去离子水配制。在某些要求较高的工作（如痕量分析）中，若试剂选用 G. R. 级，则不宜使用普通蒸馏水或去离子水，而应选用二次重蒸水，所用器皿在使用过程中也不应有物质溶出。在特殊情况下，当市售试剂纯度不能满足要求时，可考虑自己动手精制。

1.2.1.2 取用试剂应注意的事项

(1) 取用试剂时应注意保持清洁。瓶塞不许任意放置，用后应立即盖好，以防试剂被其他物质沾污或变质。

(2) 固体试剂应用洁净、干燥的小勺取用。取用强碱性试剂后的小勺应立即洗净，以免腐蚀。

(3) 用吸管吸取试剂溶液时，绝不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中吸取试剂。

(4) 所有盛装试剂的瓶上都应贴有明晰的标签，写明试剂的名称、规格及配制日期。千万不能在试剂瓶中装入不是标签上所写的试剂。没有标签标明名称和规格的试剂，在未查明前不能随便使用。书写标签最好用绘图墨汁，以免日久褪色。

1.2.2 试剂的保管

试剂的保管在实验室中也是一项十分重要的工作。有的试剂因保管不好而变质失效，这

不仅是一种浪费,而且还会使分析工作失败,甚至会引起事故。一般的化学试剂应保存在通风良好、干净、干燥的房子里,防止水分、灰尘和其他物质沾污。同时,根据试剂性质应有不同的保管方法。

(1) 容易侵蚀玻璃而影响试剂纯度的,如氢氟酸、氟化物(氟化钾、氟化钠、氟化铵)、苛性碱(氢氧化钾、氢氧化钠)等,应保存在塑料瓶或涂有石蜡的玻璃瓶中。

(2) 见光会逐渐分解的试剂如过氧化氢(双氧水)、硝酸银、焦性没食子酸、高锰酸钾、草酸、铋酸钠等,与空气接触易逐渐被氧化的试剂如氯化亚锡、硫酸亚铁、亚硫酸钠等,以及易挥发的试剂如溴、氨水及乙醇等,应放在棕色瓶内,置冷暗处。

(3) 吸水性强的试剂,如无水碳酸盐、苛性钠、过氧化钠等应严格密封(蜡封)。

(4) 易发生相互作用的试剂,如挥发性的酸与氨,氧化剂与还原剂,应分开存放。易燃的试剂如乙醇、乙醚、苯、丙酮与易爆炸的试剂如高氯酸、过氧化氢、硝基化合物,应分开贮存在阴凉通风、不受阳光直接照射的地方。最好使用带通风设施的试剂柜,并定时通风,以防止挥发出的溶剂蒸气聚集而发生危险。

(5) 剧毒试剂如氰化钾、氰化钠、氢氟酸、氯化汞、三氧化二砷(砒霜)等,应特别要妥善保管,经一定手续取用,以免发生事故。

1.2.3 分析用纯水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤用水,根据分析任务和要求的不同,对水的要求也有所不同。一般的实验可用蒸馏水或去离子水,离子选择性电极法、配位滴定法和银量法用水的纯度要求较高。

纯水通常用以下几种方法制备得到。

(1) 蒸馏法 蒸馏法能除去水中的非挥发性杂质,但不能除去易溶于水的气体,也会残留少量的 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等。该法制得水的纯度因所选蒸馏器的材质不同而不同。通常使用玻璃、铜和石英等材料制成的蒸馏器。

经一次蒸馏的蒸馏水往往不能满足一些特殊实验的较高要求,需要采用“重蒸水”。有专门的装置来制备重蒸水。

(2) 离子交换法 这是应用离子交换树脂除去水中杂质离子的方法。用此法制得的水又称“去离子水”。此法的优点是容易以较低成本制得大量纯度高的水。其缺点是制备的水可能含有微生物和少量有机物,以及一些非离子型杂质。

(3) 电渗析法 这是一种在外加电场的作用下,利用阴、阳离子交换膜对溶液中离子的选择性透过而使杂质离子从水中分离出来的方法。

另外,二级反渗透装置制备的纯水已经能满足大多数实验的要求。对一些特殊要求的实验,可在二级反渗透装置后再接一级离子交换装置。

对于所制备水的质量可通过检验而确定。

(1) 电阻率 25°C 时电阻率为 $(1.0 \sim 10) \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为纯水, $> 10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ 的水为超纯水。

(2) 酸碱度 要求 pH 为 6~7。取 2 支试管,各加被检测的水 10mL,一管加甲基红指示剂 2 滴,不得显红色,另一管加 0.1% 溴麝香草酚蓝(溴百里酚蓝)指示剂 5 滴,不得显蓝色。

在空气中放置较久的纯水,因溶解有 CO_2 , pH 可降至 5.6 左右。

(3) 钙镁离子 取 10mL 被检测的水,加氨水-氯化铵缓冲溶液 (pH ≈ 10), 调节溶液

pH 至 10 左右, 加入铬黑 T 指示剂 1 滴, 不得显红色。

(4) 氯离子 取 10mL 被检测的水, 用 HNO_3 酸化, 加 1% AgNO_3 溶液 2 滴, 摇匀后不得有浑浊现象。

我国已颁布了“分析实验室用水规格和试验方法”的国家标准 (GB 6682—2008), 该标准参照采用了国际标准 (ISO 3696—1987)。国家标准中规定了分析实验室用水的级别、技术指标、制备方法及检验方法。表 1.3 列出了相应级别水的技术指标, 可满足通常的各种分析实验的要求。

表 1.3 分析实验室用水的规格 (引自 GB 6682—2008)

名 称	一级	二级	三级
pH 范围	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/(mS/m)	≤ 0.01	≤ 0.10	≤ 0.50
可氧化物质含量(以 O 计)/(mg/L)	—	≤ 0.08	≤ 0.40
吸光度(254nm, 1cm 光程)	≤ 0.001	≤ 0.01	—
蒸发残渣(105℃ $\pm$ 2℃)	—	≤ 1.0	≤ 2.0
可溶性硅(以 SiO_2 计)含量/(mg/L)	≤ 0.01	≤ 0.02	—

注: 1. 由于在一级水、二级水的纯度下, 难以测定其真实的 pH, 因此对一级水、二级水的 pH 范围不做规定。

2. 由于在一级水的纯度下, 难以测定可氧化物质和蒸发残渣, 对其限量不做规定, 可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

分析用的纯水必须严格保持纯净, 防止污染, 在储运过程中可选用聚乙烯容器。一级水一般应在使用时临时制取。

1.3 常用实验仪器及其使用

1.3.1 无机化学实验常用仪器

无机化学实验中常用的仪器包括试管 (硬质试管和离心试管)、烧杯、烧瓶、试剂瓶、滴瓶、集气瓶、量筒、移液管、容量瓶、漏斗、分液漏斗、研钵、蒸发皿、表面皿、试管夹、试管架、石棉网、药匙、燃烧匙、三脚架、坩埚钳、酒精灯、铁架台 (包括铁夹和铁圈)、试管刷、滴定管、点滴板和螺旋夹等十几种仪器和器具 (见图 1.2), 正确使用这些仪器和器具是十分重要的, 部分仪器的主要用途及使用方法和注意事项如下。

1.3.1.1 试管

(1) 主要用途 ①盛少量试剂; ②作少量试剂反应的容器; ③制取和收集少量气体; ④检验气体产物, 也可接到装置中用。

(2) 使用方法和注意事项 ①反应液体不超过试管容积的 $1/2$, 加热时不要超过 $1/3$; ②加热前试管外面要擦干, 加热时要用试管夹; ③加热后的试管不能聚冷, 否则容易破裂; ④离心试管只能用水浴加热; ⑤加热固体时, 管口应略向下倾斜, 避免管口冷凝水回流。

1.3.1.2 烧杯

(1) 主要用途 ①常温或加热条件下作大量物质反应的容器; ②配制溶液用; ③接收滤液或代替水槽用。

(2) 使用方法和注意事项 ①反应液体不超过容量的 $2/3$, 以免搅动时液体溅出或沸腾时溢出; ②加热前要将烧杯外壁擦干, 加热时烧杯底要垫石棉网, 以免受热不均匀而破裂。

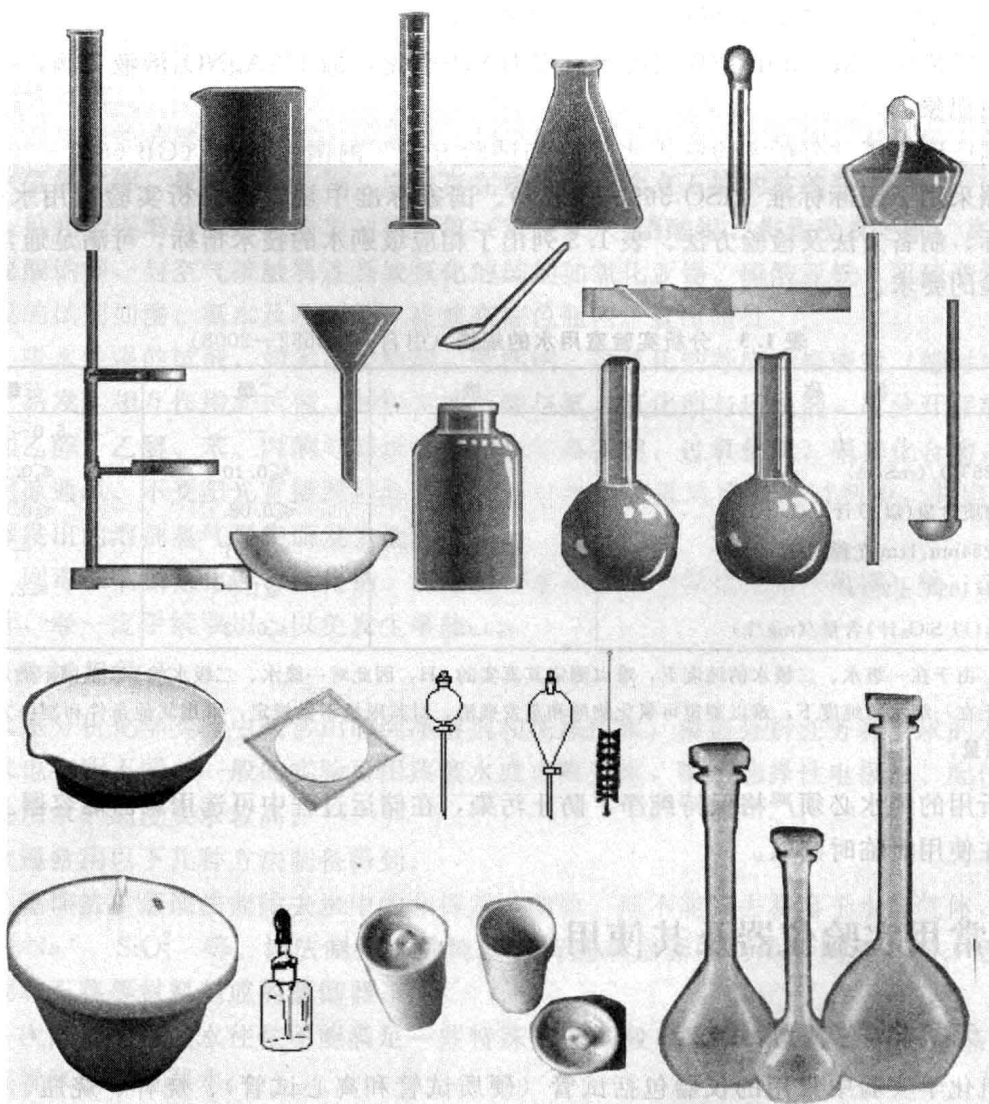


图 1.2 无机化学实验常用仪器

1.3.1.3 烧瓶

(1) 主要用途 ①圆底烧瓶可供试剂量较大的物质在常温或加热条件下反应，优点是受热面积大而且耐压；②平底烧瓶可配制溶液或加热用，因平底放置平稳。

(2) 使用方法和注意事项 ①盛放液体的量不超过烧瓶容量的 $\frac{2}{3}$ ，也不能太少，避免加热时喷溅或破裂；②固定在铁架台上，下垫石棉网再加热，不能直接加热，加热前外壁要擦干，避免受热不均而破裂。③放在桌面上，下面要垫木环或石棉环，防止滚动。

1.3.1.4 试剂瓶

(1) 主要用途 ①细口试剂瓶用于储存溶液和液体药品；②广口试剂瓶用于存放固体试剂；③可兼用于收集气体（但要用毛玻璃片盖住瓶口）。

(2) 使用方法和注意事项 ①不能直接加热，防止破裂；②瓶塞不能弄脏，弄乱，防止沾污试剂；③盛放碱液应使用橡皮塞；④不能作反应容器；⑤不用时应洗净并在磨口塞与瓶颈间垫上纸条。

1.3.1.5 滴瓶

(1) 主要用途 盛放少量液体试剂或溶液，便于取用。

(2) 使用方法和注意事项 ①棕色瓶盛放见光易分解或不太稳定的物质,防止分解变质;②滴管不能吸得太满,也不能倒置,防止试剂侵蚀橡皮胶头;③滴管专用,不得弄乱,弄脏,以免污染试剂。

1.3.1.6 量筒、量杯

(1) 主要用途 用于粗略地量取一定体积的液体。

(2) 使用方法和注意事项 ①不可加热,不可做实验容器(如溶解、稀释等),防止破裂;②不可量热溶液或热液体(在标明的温度范围内使用),否则容积不准确;③应竖直放在桌面上,读数时,视线应和液面水平,读取与弯月面底相切的刻度,理由是读数准确。

1.3.1.7 吸量管

(1) 主要用途 用于精确移取一定体积的液体。

(2) 使用方法和注意事项 ①取洁净的吸量管,用少量移取液淋洗1~2次,确保所取液浓度或纯度不变;②将液体吸入,液面超过刻度,再用食指按住管口,轻轻转动放气,使液面降至刻度后,用食指按住管口,移至指定容器中,放开食指,使液体沿容器壁自动流下,确保量取准确;③未标明“吹”字的吸管,残留的最后一滴液体,不用吹出。

1.3.1.8 容量瓶

(1) 主要用途 用于配制准确浓度的溶液。

(2) 使用方法和注意事项 ①溶质先在烧杯内全部溶解,然后移入容量瓶中,这样配制准确;②不能加热,不能代替试剂瓶用来存放溶液,避免影响容量瓶容积的精确度;③磨口瓶塞是配套的,不能互换。

1.3.1.9 漏斗

(1) 主要用途 ①过滤液体;②倾注液体;③长颈漏斗常用于装配气体发生器时加液用。

(2) 使用方法和注意事项 ①不可直接加热,防止破裂;②过滤时,滤纸角对漏斗角,滤纸边缘低于漏斗边缘,液体液面低于滤纸边缘,杯靠棒,棒靠滤纸,漏斗颈尖端必须紧靠承接滤液的容器内壁(即一角,二低,三紧靠),防止滤液溅失(出);③长颈漏斗作加液时斗颈应插入液面内,防止气体自漏斗泄出。

1.3.1.10 分液漏斗

(1) 主要用途 ①用于互不相溶的液-液分离;②气体发生装置中加液时用。

(2) 使用方法和注意事项 ①不能加热,防止玻璃破裂;②在塞上涂一层凡士林油,旋塞处不能漏液,且旋转灵活;③分液时,下层液体从漏斗管流出,上层液从上口倒出,防止分离不清;④作气体发生器时漏斗颈应插入液面内,防止气体自漏斗管喷出。

1.3.1.11 蒸发皿

(1) 主要用途 ①用于溶液的蒸发,浓缩;②焙干物质。

(2) 使用方法和注意事项 ①盛液量不得超过容积的2/3;②直接加热,耐高温但不宜骤冷;③加热过程中应不断搅拌,以促使溶剂蒸发,口大底浅易于蒸发;④临近蒸干时,降低温度或停止加热,利用余热蒸干。

1.3.1.12 表面皿

(1) 主要用途 ①盖在烧杯或蒸发皿上;②作点滴反应器皿或气室用;③盛放干净物品;

(2) 使用方法和注意事项 ①不能直接用火加热,防止破裂;②不能当蒸发皿用。

1.3.1.13 酒精灯

(1) 主要用途 ①常用热源之一；②进行焰色反应。

(2) 使用方法和注意事项 ①使用前应检查灯芯和酒精量（不少于容积的 $1/5$ ，不超过容积的 $2/3$ ）；②用火柴点火，禁止用燃着的酒精灯去点另一盏酒精灯；③不用时应立即用灯帽盖灭，轻提后再盖紧，防止下次打不开及酒精挥发。

1.3.1.14 铁架台

(1) 主要用途 ①固定或放置反应容器；②铁圈可代替漏斗架，用于过滤。

(2) 使用方法和注意事项 ①先调节好铁圈、铁夹的距离和高度，注意重心，防止站立不稳；②用铁夹夹持仪器时，应以仪器不能转动为宜，不能过紧过松，过紧夹破，过松脱落；③加热后的铁圈不能撞击或摔落在地，避免断裂。

1.3.1.15 试管刷

(1) 主要用途 洗涤试管等玻璃仪器。

(2) 使用方法和注意事项 ①小心试管刷顶部的铁丝撞破试管底；②洗涤时手持刷子的部位要合适，要注意毛刷顶部竖毛的完整程度，避免洗不到仪器顶端或因刷顶撞破仪器；③不同的玻璃仪器要选择对应的试管刷。

1.3.1.16 滴定管

(1) 主要用途 滴定时用，或用于量取较准确测量溶液的体积时。

(2) 使用方法和注意事项 ①酸的滴定用酸式滴定管，碱的滴定用碱式滴定管，不可对调混用，因为酸液腐蚀橡皮，碱液腐蚀玻璃；②使用前应检查旋塞是否漏液，转动是否灵活，酸管旋塞应擦凡士林油，碱管下端橡皮管不能用洗液洗，因为洗液腐蚀橡皮；③酸式滴定管滴定时，用左手开启旋塞，防止拉出或喷漏，碱式滴定管滴定时，用左手捏橡皮管内玻璃珠，溶液即可放出，在碱管使用时，要注意赶尽气泡，这样读数才准确。

1.3.1.17 点滴板

(1) 主要用途 用于产生颜色或生成有色沉淀的点滴反应。

(2) 使用方法和注意事项 ①常用白色点滴板；②有白色沉淀的用黑色点滴板；③试剂常用量为 $1\sim 2$ 滴。

1.3.1.18 研钵

(1) 主要用途 ①研碎固体物质；②混匀固体物质；③按固体的性质和硬度选用不同的研钵。

(2) 使用方法和注意事项 ①不能加热或作反应容器用；②不能将易爆物质混合研磨，防止爆炸；③盛固体物质的量不宜超过研钵容积的 $1/3$ ，避免物质甩出；④只能研磨，挤压，勿敲击，大块物质只能压碎，不能舂碎，防止击碎研钵和杵或物体飞溅。

1.3.1.19 试管夹

(1) 主要用途 加热试管时夹试管用。

(2) 使用方法和注意事项 ①加热时，夹住距离管口约 $1/3$ 处（上端），避免烧焦夹子和锈蚀，也便于摇动试管；②不要把拇指按在夹的活动部位，避免试管脱落；一定要从试管底部套上或取下试管夹，要求操作规范化。

1.3.1.20 石棉网

(1) 主要用途 ①使受热物体均匀受热；②石棉是一种不良导体，它能使受热物体均匀受热，不致造成局部高温。