



基础 化学实验

JICHU HUAXUE SHIYAN

刘维桥 主编



西南交通大学出版社
[Http://press.swjtu.edu.cn](http://press.swjtu.edu.cn)

基础化学实验

刘维桥 主 编

西南交通大学出版社

· 成 都 ·

内容简介

本教材是在对原有无机化学实验、有机化学实验和分析化学实验的部分内容进行了重新编排融合的基础之上编写的。全书共分 12 章,包括绪论、基础化学实验的基本知识、实验数据处理、常用仪器和装置、基础化学实验的基本操作、有机化合物的分离和提纯、化合物的物理性质及常数测定实验、化学反应原理实验、元素化合物的性质实验、定性分析和定量分析实验等。书后附有常用试剂的配制、常用缓冲溶液的配制、常用指示剂的配制以及实验需用参考数据等。

图书在版编目(CIP)数据

基础化学实验 / 刘维桥主编. —成都: 西南交通大学出版社, 2008.4

ISBN 978-7-81104-832-2

I. 基… 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 (2008) 第 047820 号

基础化学实验

刘维桥 主编

*

责任编辑 万 方

特邀编辑 李芳芳

封面设计 本格设计

西南交通大学出版社出版发行

(成都二环路北一段 111 号 邮政编码: 610031 发行部电话: 028-87600564)

<http://press.swjtu.edu.cn>

四川森林印务有限责任公司印刷

*

成品尺寸: 185 mm × 260 mm 印张: 15.875

字数: 397 千字

2008 年 4 月第 1 版 2008 年 4 月第 1 次印刷

ISBN 978-7-81104-832-2

定价: 32.00 元

图书如有印装质量问题 本社负责退换

版权所有 盗版必究 举报电话: 028-87600562

前 言

过去我们的化学实验类课程全部依附于同名理论课程,各实验课程过于强调二级学科的特点和系统性,而忽视了各二级学科之间的交叉渗透特点,将化学实验局限在传统的二级学科范围内,割断了二级学科内在的联系。难以适应学科综合发展对人才思维方式综合化、多样化培养的要求,难以从学科发展的总趋势,以及教学改革必须满足相关人才培养体系的总要求做通盘考虑。造成了不同实验教学课程体系以各理论课程为主线设置,各自形成细而全的小系统,实验课程的技能训练在低层次上重复过多,要求不一致等问题。科学技术日新月异的发展,促进了各学科之间的相互渗透,学科间的界限也将变得越来越模糊。原来的化学实验教材已经不适用于新的实验教学体系,必须编写出符合新的实验教学体系、符合我校培养目标的化学实验教材。为了更好地实现人才的培养目标,我们以突出基础、能力、素质为指导思想构建了新实验课程体系,对原来的五大实验(无机化学实验、有机化学实验、化学分析实验、物理化学实验、仪器分析实验)进行了整合,编写了《基础化学实验》、《综合化学实验》、《中级化学实验》三部教材。

《基础化学实验》在注重基本操作能力培养的基础上,对原有无机化学实验、有机化学实验和分析化学实验的部分内容,进行了重新编排融合。这次实验体系的重新整合,不是实验内容的简单拼盘,而是经过了有关老师的充分讨论,为适应新的培养人才目标而进行的一次大的实验教学体系的改革。本教材在内容编写上绝不是现有几门教材的简单拼凑,而是一种全新的教学理念的有机融合。

本书主要包括:基础化学实验的基本知识,实验数据处理,常用仪器使用说明,基础化学实验的基本操作,有机化合物的分离和提纯,化合物的物理性质及常数测定,化学反应原理实验,元素化合物的性质实验,定性分析和定量分析实验等。

本书由刘维桥主编并负责全书的统稿。周全法教授全程指导参与了这次实验教学体系的改革,并根据新的指导思想拟订了《基础化学实验》写作提纲,审阅了全稿。

参加本教材编写工作的还有(以姓氏笔画为序):王雅珍、王琪、庄严、匡华、连宁、张国华、赵德建、唐江宏、黄红缨。

在编写过程中,得到了江苏技术师范学院教务处的的大力支持,参考了不少国内外化学实验教材和化学文献资料。在此向所有提供帮助的领导、作者表示衷心的感谢!

由于编写时间仓促及编者水平所限,难免有错误与不足之处,恳请专家和读者批评指正。

编 者

2007年3月

目 录

第一章 绪 论	1
第一节 基础化学实验的目的	1
第二节 基础化学实验的基本要求	1
第二章 基础化学实验的基本知识	4
第一节 实验室用水	4
第二节 化学试剂的使用和保管	5
第三节 溶液的浓度及溶液的配制	6
第四节 基础化学实验室安全知识	9
第三章 实验数据处理	14
第一节 测量误差	14
第二节 有效数字及其运算规则	17
第三节 基础化学实验中的数据处理	19
第四章 常用仪器和装置	22
第一节 化学实验中的常用仪器	22
第二节 称量仪器	31
第三节 pH 计	40
第四节 分光光度计	45
第五节 电导率仪	47
第六节 阿贝 (Abbe) 折射仪	50
第七节 有机化学实验常用装置	53
第八节 电学仪器及小型机电设备	58
第五章 基础化学实验的基本操作	60
第一节 常用仪器的洗涤和干燥	60
第二节 加热的方法	61
第三节 试剂及其取用	65
第四节 溶解和结晶	68
第五节 沉淀的分离	70
第六节 气体的发生、净化、干燥和收集	73

第七节 萃取	77
第八节 薄层色谱	80
第九节 分析天平的基本操作	89
第十节 滴定分析的基本操作	91
第十一节 重量分析基本操作	99
第十二节 低温制冷	101
第六章 有机化合物的分离和提纯	103
第一节 重结晶及过滤	103
第二节 常压蒸馏	107
第三节 简单分馏	113
第四节 水蒸气蒸馏	115
第五节 减压蒸馏	120
第六节 升华	125
第七节 色谱法	127
第八节 干燥和干燥剂的使用	133
第七章 化合物的物理性质及常数测定实验	138
实验一 沸点及其测定	138
实验二 熔点的测定及温度计校正	139
实验三 化学反应速率与活化能的测定	144
实验四 电导法测定醋酸解离常数(含微型实验)	147
实验五 气体常数的测定	149
第八章 化学反应原理实验	152
实验一 离解平衡	152
实验二 配合物与沉淀-溶解平衡	154
实验三 氧化还原反应	157
第九章 元素化合物的性质实验	160
实验一 若干 s 区元素化合物的性质和反应	160
实验二 p 区非金属元素化合物的性质和反应(一)	162
实验三 p 区非金属元素化合物的性质和反应(二)	166
实验四 p 区金属元素化合物的性质和反应	171
实验五 过渡族元素若干重要化合物的性质	174
第十章 定性分析实验	177
实验一 烷、烯、炔的鉴定	178
实验二 卤代烃的鉴定	179

实验三	醇的鉴定	180
实验四	酚的鉴定	182
实验五	醛和酮的鉴定	183
实验六	羧酸的鉴定	186
实验七	羧酸衍生物的鉴定	187
实验八	硝基化合物的鉴定	188
实验九	胺的鉴定	188
实验十	糖的鉴定	190
实验十一	常见阳离子的分离和鉴定	193
实验十二	常见阴离子的分离和鉴定	201
第十一章	定量分析实验	208
实验一	NaOH 和 HCl 标准溶液浓度标定	208
实验二	铵盐中氮含量的测定 (甲醛法)	209
实验三	混合碱的分析 (双指示剂法)	210
实验四	EDTA 标准溶液的配制及标定	212
实验五	水总硬度的测定	213
实验六	铅、铋混合液中铅、铋含量的连续测定	215
实验七	高锰酸钾标准溶液的配制和标定	216
实验八	高锰酸钾法测定过氧化氢的含量	217
实验九	SnCl ₂ -TiCl ₃ -K ₂ Cr ₂ O ₇ 法测定铁矿石中铁的含量 (无汞法)	218
实验十	I ₂ 和Na ₂ S ₂ O ₃ 标准溶液的配制及标定	219
实验十一	间接碘量法测定铜盐中的铜	221
实验十二	碘量法测定葡萄糖的含量	222
实验十三	氯化钡中钡含量的测定 (重量法)	223
实验十四	硝酸镍中镍含量的测定 (丁二酮肟重量法)	225
实验十五	可溶性氯化物中氯含量的测定 (摩尔法)	226
实验十六	氧化银中银的测定	227
实验十七	硅酸盐水泥中 SiO ₂ , Fe ₂ O ₃ , Al ₂ O ₃ , CaO 和 MgO 含量的测定	228
附 录		232
参考文献		246

第一章 绪 论

第一节 基础化学实验的目的

化学是一门以实验为基础的科学。基础化学实验是化学课程的重要组成部分，也是学习化学的一个重要环节，是高等院校化学工程与工艺、应用化学、环境工程、生物工程、制药工程及冶金、地质、轻工、食品等专业一年级学生必修的基础课程之一。它的主要目的是：通过实验，巩固并加深对化学基本概念和基本理论的理解；掌握化学实验的基本操作和技能，学会正确地使用基本仪器测量实验数据，正确地处理数据和表达实验结果；掌握一些无机物和有机物的制备、提纯和检验方法；学会常用的分析方法；培养学生独立思考、分析问题、解决问题的能力和创新的能力；培养学生实事求是、严谨认真的科学态度，整洁、卫生的良好习惯，为学生学好后继课程及今后参加实际工作和开展科学研究打下良好的基础。

第二节 基础化学实验的基本要求

为了保证实验的顺利进行和获得准确的分析结果，必须了解和掌握有关基础化学实验的基本要求和基础知识。

一、基础化学实验室工作要求

应该具有严肃认真的工作态度，科学严谨、精密细致、实事求是的工作作风，整齐、清洁的良好实验习惯。为此应做到：

1. 实验前要做好充分的准备

一次成功的实验，开始于实验前的充分准备。实验前的准备工作包括：

- (1) 认真钻研实验教材和教科书中的有关内容。
- (2) 明确实验目的，弄懂实验原理。
- (3) 熟悉实验内容、步骤、基本操作、仪器使用和实验注意事项。
- (4) 认真思考实验前应准备的问题。
- (5) 写出预习报告（包括实验目的、实验原理、实验步骤、实验注意事项及有关的安全问题等）。

2. 养成良好的实验习惯及严谨细致的科学作风

实验的成败和工作效率的高低，同实验者的科学习惯与操作技术水平紧密相关。因此，

在实验中应做到：

(1) 清洁整齐、有条不紊。所用的仪器、药品放置要合理、有序；实验台面要清洁、整齐；实验告一段落后要及时整理；实验完毕后所用的仪器、药品、用具等都要放回原处。

(2) 正确操作、细致观察、深入思考。实验中一定要遵守操作规程，认真细致地观察实验现象，遇到问题要深入思考，及时找出原因并采取有效措施解决问题。

(3) 尊重客观事实、认真做好实验记录。实验记录应记在专用的记录本上，记录时要如实反映实验中的客观事实，数据记录应注意及时、真实、齐全、清楚、整洁和规范化，应该用钢笔或圆珠笔记录。如有记错，应在错的数据上划一条水平线，并将正确的数据写在上边，不得涂改、刀刮或补贴。

(4) 注意卫生。实验前后都应洗手，保持清洁，否则可能沾污仪器、试剂和样品，从而引起实验误差。也可能将有毒物质带出，甚至误入口中而引起中毒。

3. 做好实验结束工作

实验结束后应清洗仪器，整理药品，将仪器、药品放回指定的位置。实验台要擦拭干净，清扫实验室。认真检查水、电、煤气开关，关好门窗。及时认真地完成实验报告。

二、实验数据的记录和实验报告

在化学实验中，为了得到准确的测量结果，不仅要准确地测量各种数据，而且还要正确地记录和计算。实验结果不仅表示试样中待测组分的含量多少，而且还反映测定结果的准确程度。因此，及时地记录实验数据和实验现象，正确认真地写出实验报告，是化学实验中很重要的一项任务，也是化学工作者应具备的基本能力。为此，应注意以下问题：

1. 实验数据的记录

实验数据的记录应注意以下几点：

(1) 使用专门的实验记录本，其篇页都应编号，不得撕去任何一页。严禁将数据记录在小纸片上或随意记录在其他地方。

(2) 实验数据的记录必须做到及时、准确、清楚。坚持实事求是的科学态度，严禁随意拼凑和伪造数据。

(3) 实验记录上的每一个数据都是测量的结果，应检查记录的数据与测定结果是否完全相同。

(4) 记录数据时，一切数据的准确度都应做到与分析的准确度相适应（即注意有效数字的位数）。

(5) 记录内容力求简明，如能用列表法记录的则尽可能采用列表法记录。可参照“实验记录示例”所示。

(6) 当数据记录有误时，应将数据用一横线划去，并在其上方写上正确的数字。

2. 实验数据的处理

参见第三章相关内容。

3. 实验报告

实验报告是每次实验的记录、概括和总结，也是对实验者综合能力的考核，每个学生在做完实验后都必须及时、独立、认真地完成实验报告，交给指导教师批阅。一份合格的实验

报告应包括以下内容：

- (1) 实验名称通常作为实验题目出现。
 - (2) 实验目的简述该实验所要达到的目的要求。
 - (3) 实验原理简要介绍实验的基本原理和主要反应方程式。
 - (4) 实验所用的仪器、药品及装置要写明所用仪器的型号、数量、规格，药品的名称、规格，装置示意图。
 - (5) 实验内容、步骤要求简明扼要，尽量用表格、框图、符号表示，不要全盘抄书。
 - (6) 实验现象和数据的记录在仔细观察的基础上如实记录，依据所用仪器的精密度，保留正确的有效数字。
 - (7) 解释、结论和数据处理。化学现象的解释最好用化学反应方程式，如还不完整应另加文字简要叙述；结论要精炼、完整、正确；数据处理要有依据，计算要正确。
 - (8) 对实验中遇到的疑难问题提出自己的见解。分析产生误差的原因，对实验方法、教学方法、实验内容、实验装置等提出意见或建议。
- 实验报告要做到文字工整、图表清晰、形式规范。

第二章 基础化学实验的基本知识

第一节 实验室用水

在化学实验中，器皿的洗涤、溶液的配制、分析操作过程的进行等各个环节需要用到不同要求的“水”，有时将实验室用水看做是最廉价和最重要的材料。如果实验室用水不合格，不论所用的其他试剂的级别有多高，也不论实验操作过程多么细心，所得实验结果的可靠性将极大地受到影响。天然水或自来水中含有大量的无机或有机杂质，在实验室中除了用于初步洗涤玻璃仪器和器具外，配制溶液和反应用水都不能直接使用。将天然水或自来水中除了氢离子和氢氧根离子以外的其他离子去除的过程叫做水的纯化，经过纯化的水叫做纯水。

需要注意的是，目前市场上有各种“净水器”、“纯水机”及各种作为饮用水的“纯水”、“纯净水”出售，但都不能作为制备分析化学实验所用的纯水装置和纯水。因为上述“净水器”、“纯水机”等装置对水纯化的目的是除去对人体有害的物质如重金属元素、有机物、细菌和病毒等，保留对人体有益的物质，如微量元素和矿物质。化学实验室用水是针对除去水中干扰物质的目的设计的。一般的化学分析用水，要求除去的杂质是氢离子和氢氧根离子以外的阳离子和阴离子，不对细菌和病毒等有过高的限制。因此民用“纯水”和实验用纯水不能相互替代使用，即作为饮用水的“纯净水”不能用于分析实验过程，同样不能将实验室用水作为饮用水。

一、实验室用水的规格与贮存

按标准要求，实验室用水的外观应无色透明的液体，分为一级、二级和三级共三个质量等级，有 pH 值、电导率、可氧化物质、吸光度、蒸发残渣和可溶性硅含量等六个检验项目。根据纯化方法的不同，有时将分析实验室用纯水称为“蒸馏水”或“离子交换水”等。

三级水是以饮用水或比较纯净的水为原料，用蒸馏或离子交换、电渗析等方法制取。贮存于密闭的、专用的聚乙烯容器中，也可使用密闭的、专用的玻璃容器贮存。三级水用于一般化学分析工作。

二级水是以三级水为原料，用金属蒸馏装置蒸馏而制得，也可用电渗析或离子交换法来制备。贮存于密闭的专用聚乙烯容器中。它主要用于无机痕量杂质分析，如原子吸收光谱分析用水。

一级水是以二级水为原料经石英蒸馏装置蒸馏而制得，或者经离子交换混合床处理后，

再经 0.2 μm 过滤膜过滤而制得。不可贮存，使用前制备。一级水主要用于有严格要求的分析试验，包括对颗粒有要求的试验。

二、实验室用水的一般检验方法

实验用水的标准检验方法很严格，也很准确，但费时较多。对于一般化验用的纯水可用测定电导率法和化学方法检验。

离子交换法制得的纯水可以用电导率仪监测水的电导率，根据电导率确定何时需再生交换柱。取水样后要立即测定，注意避免空气中的二氧化碳溶于水中使水的电导率增大。

也可以用化学方法检验，具体步骤如下：

1. 阳离子的检验

取水样 10 mL 于试管中，加入 2~3 滴氨性缓冲溶液 ($\text{pH} = 10$)、2~3 滴铬黑 T 指示剂，如呈现蓝色，表明无金属阳离子（含有阳离子的水呈现紫红色）。

2. 氯离子的检验

取水样 10 mL 于试管中，加入数滴硝酸银水溶液（将 1.7 g 硝酸银溶于水中，加浓硝酸 4 mL，用水稀释至 100 mL），摇匀，在黑色背景下看溶液是否变白色混浊，如无氯离子应为无色透明。

3. 指示剂法检验 pH 值

取水样 10 mL，加甲基红 pH 指示剂 2 滴，应该不显红色。另取水样 10 mL，加溴麝香草酚蓝 pH 指示剂 5 滴，不显蓝色即符合要求。

用于测定微量硅、磷等的纯水，应该先对水进行空白试验，才可应用于配制试剂。

第二节 化学试剂的使用和保管

化学试剂使用不当或保管不善，极易发生变质或被污染，将会影响分析结果的准确度，甚至造成实验的失败。因此，必须按要求使用和保管化学试剂。

(1) 使用试剂前要认清标签，取用时不可将瓶盖随意乱放，应将瓶盖反放在干净的地方，取用后应立即盖好，以防试剂被其他物质沾污。

(2) 固体试剂应用洁净干燥的牛角勺取用；液体试剂应用干净的量筒或烧杯倒取，倒取时标签朝向手心，多余的试剂不准放回原试剂瓶中，以防污染试剂。

(3) 易氧化的试剂（如氯化亚锡、亚铁盐等）、易风化或潮解的试剂（如 AlCl_3 ， NaOH 等），使用后应重新用石蜡密封瓶口；易受光分解的试剂（如 KMnO_4 ， AgNO_3 等），应保存在暗处；易受热分解的试剂和易挥发的试剂应保存在阴凉处。

(4) 受光、热、空气、水或撞击等外界因素的影响，可能引起燃烧、爆炸的试剂（如金属钠、乙醇等），或具有强腐蚀性的试剂（如浓 H_2SO_4 等）、剧毒性的试剂（如 NaCN ， As_2O_3 ， HgCl_2 等）必须安全使用，妥善保管。

第三节 溶液的浓度及溶液的配制

一、溶液浓度的表示方法

在进行分析测试时，需要各种各样的溶液，因此在测定之前，首先要根据需要配制各种溶液。由于实验不同，所需溶液也不同，经常会遇到各种不同方式浓度的溶液。从分析工作实际出发，通常把溶液分成两类。一类是具有已知准确浓度的溶液，统称为标准溶液；另一类是用于控制试验条件的溶液，如一般的酸碱、缓冲溶液、掩蔽剂、沉淀剂、指示剂等，它们的浓度一般都不十分准确，这种溶液通常称为试验溶液或非标准溶液。溶液浓度的表示一律使用法定计量单位。

1. B 的质量分数

B 的质量分数定义：物质 B 的质量 m_B 与溶液的质量 m 之比。国际符号为 w_B 。量方程为

$$w_B = \frac{m_B}{m}$$

式中质量分数是量纲为 1 的（无量纲的）量。其比值因数可用 10^n 或 10^{-n} 表示。

2. B 的体积分数

B 的体积分数定义：纯物质 B 的体积 V_B 与溶液的体积 V 之比。国际符号为 φ_B 。量方程为

$$\varphi_B = \frac{V_B}{V}$$

式中体积分数是量纲为 1 的量。其比值因数可用 10^n 或 10^{-n} 表示。

体积分数常用于溶质为液体的溶液，如乙醇、醋酸乙烯等有机试剂。

3. B 的质量浓度

B 的质量浓度定义：物质 B 的质量 m_B 除以溶液的体积 V 。国际符号为 ρ_B 。量方程为

$$\rho_B = \frac{m_B}{V}$$

质量浓度 ρ_B 的 SI 单位为 $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ ，即千克每立方米。也常用 $\text{g} \cdot \text{dm}^{-3}$ ，即克每立方分米，或 $\text{kg} \cdot \text{L}^{-1}$ ， $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ， $\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ ， $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 等表示。

质量浓度常应用于一些辅助试剂、沉淀剂、指示剂等溶液。在微量分析中用来表示元素的离子标准溶液及基准溶液。因配制、计算、使用方便，应用很广泛。

4. B 的物质的量浓度

B 的物质的量浓度，简称物质 B 的浓度。其定义为：B 的物质的量 n_B 除以溶液的体积 V ，其国际符号是 c_B ，即

$$c_B = \frac{n_B}{V}$$

如 n_B 的单位是 mol ， V 的单位是 m^3 ， c_B 的单位则为 $\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$ 。这个单位太小，使用不便，实用的单位是 $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3}$ 或 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

用物质的量浓度进行计算时，往往还要知道有关物质 B 的质量 m_B 和摩尔质量 M_B 。故 B 的物质的量 n_B 可由下式求得

$$n_B = \frac{m_B}{M_B}$$

或

$$n_B = c_B \times V$$

式中， m_B 常用的单位为 g； M_B 常用的单位为 $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ 。

事实上利用已知的相对原子质量及相对分子质量，便可知道有关物质的摩尔质量。因为任何元素原子的摩尔质量（单位 $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ，下同）在数值上等于它的相对原子质量。任何单质或化合物的摩尔质量在数值上等于它们的相对分子质量或式量。例如，S 的相对原子质量是 32.066，其 $M_S = 32.066 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ；NaOH 的相对分子质量是 40.00，故其 $M_{\text{NaOH}} = 40.00 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ 。

由上两式，可得到溶质的质量 m_B 与物质的量浓度 c_B 、溶液的体积 V 和摩尔质量 M_B 之间的关系式为

$$c_B = \frac{m_B}{M_B \cdot V}$$

或

$$m_B = c_B \times V_B \times M_B$$

5. 滴定度

在生产部门的例行分析中，为了计算上的方便，常用滴定度表示标准溶液（滴定剂）的浓度。

滴定度的定义：是指与每毫升标准溶液相当的被测物质的质量（单位： $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ ）。如已知 $c_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ 可计算出 H_2SO_4 滴定 NaOH 的滴定度。

由 $\text{H}_2\text{SO}_4 + 2\text{NaOH} = \text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$ 得

$$c_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times V_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times 10^{-3} = \frac{1}{2} \times \frac{m_{\text{NaOH}}}{M_{\text{NaOH}}}$$

进而得到

$$\frac{m_{\text{NaOH}}}{V_{\text{H}_2\text{SO}_4}} = 2 \times c_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times 10^{-3} \times M_{\text{NaOH}}$$

此即为滴定度的定义式

$$T_{\text{H}_2\text{SO}_4 / \text{NaOH}} = \frac{m_{\text{NaOH}}}{V_{\text{H}_2\text{SO}_4}} = 2 \times c_{\text{H}_2\text{SO}_4} \times 10^{-3} \times M_{\text{NaOH}}$$

若已知 H_2SO_4 溶液对 NaOH 的滴定度 $T_{\text{H}_2\text{SO}_4 / \text{NaOH}}$ 和滴定 NaOH 时用去的 H_2SO_4 体积为 $V_{\text{H}_2\text{SO}_4}$ (mL)，则被测物 NaOH 的质量分数为

$$w_{\text{NaOH}} = \frac{m_{\text{NaOH}}}{m_S} = \frac{T_{\text{H}_2\text{SO}_4 / \text{NaOH}} \cdot V_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{m_S}$$

这样就使计算过程变得简便了。在实际应用中滴定度还有另外一种表示方法，如固定试样称量，滴定度可直接表示每毫升标准溶液相当于被测物质的质量分数（或百分含量，%）。

如用 $K_2Cr_2O_7$ 法测定铁时每次固定称量试样 3.000 g, 滴定度 $T_{K_2Cr_2O_7/Fe} = 1.00 \% \cdot mL^{-1}$, 某次滴定用去标准溶液 37.92 mL, 则 $Fe\% = 37.92\%$ 。

因此引入滴定度, 可使计算大大简便:

(1) 由滴定用去的标准溶液体积, 求出被测物的质量(分数)。

(2) 当固定称样量时, 根据滴定液体积, 可直接求出被测物质的百分含量。

若以 A 滴定 B 的反应: $aA + bB = cC + dD$, 则 B 对 A 的滴定度的计算通式为

$$T_{A/B} = \frac{m_B}{V_A} = \frac{b}{a} \times c_A \times 10^{-3} \times M_B \quad (g/mL)$$

二、溶液的配制

在台秤或分析天平上称出所需量固体试剂, 于烧杯中先用适量水溶解, 再稀释至所需的体积。试剂溶解时若有放热现象, 或以加热促使溶解, 应待冷却后, 再转入试剂瓶中或定量转入容量瓶中。配好的溶液, 应马上贴好标签, 注明溶液的名称、浓度和配制日期。

有一些易水解的盐, 配制溶液时, 需加入适量酸, 再用水或稀酸稀释。有些易被氧化或还原的试剂, 常在使用前临时配制, 或采取措施, 防止氧化或还原。

易侵蚀或腐蚀玻璃的溶液, 不能盛放在玻璃瓶内, 如氟化物应存在聚乙烯瓶中, 装苛性碱的玻璃瓶应换成橡皮塞, 最好也盛于聚乙烯瓶中。

配制指示剂溶液时, 需称取的指示剂量往往很少, 这时可用分析天平称量, 但只要读取两位有效数字即可。要根据指示剂的性质, 采用合适的溶剂, 必要时还要加入适当的稳定剂, 并注意其保存期。配好的指示剂一般贮存于棕色瓶中。

配制溶液时, 要合理选择试剂的级别, 不许超规格使用试剂, 以免造成浪费。

经常并大量使用的溶液, 可先配制成浓度约大 10 倍的储备液, 需要用时取储备液稀释 10 倍即可。

标准溶液通常有两种配制方法。

1. 直接法

用分析天平准确称取一定量的基准物质, 溶于适量的水中, 再定量转移到容量瓶中, 用蒸馏水稀释到刻度。根据称取物质的质量和容量瓶的体积, 计算其准确浓度。

基准物质是纯度很高的、组成一定的、性质稳定的试剂, 它相当于或高于优级纯试剂的纯度。基准物质可用于直接配制标准溶液或用于标定溶液浓度的物质。作为基准物质应具备下列条件:

(1) 物质的组成与其化学式完全相符。

(2) 试剂的纯度应足够高, 一般要求纯度在 99.9% 以上, 而杂质的含量应少到不致于影响分析的准确度。

(3) 试剂在通常条件下应该稳定。

(4) 试剂参加反应时, 应按反应方程式定量进行而没有副反应。

常用的基准物质见附录 3。

2. 标定法

实际上只有少数试剂符合基准试剂的要求。很多试剂不宜用直接法配制成标准溶液, 而

要用间接的方法，即标定法。在这种情况下，先配成接近所需浓度的溶液，然后用基准物质或另一种已知准确浓度的标准溶液来标定其准确浓度。

在实际工作中，特别是在工厂实验室，还常采用“标准试样”来标定标准溶液的浓度。“标准试样”含量是已知的，它的组成与被测物质相近。这样标定标准溶液浓度与测定被测物质的条件相同，分析过程中的系统误差可以抵消，结果准确度较高。

贮存的标准溶液，由于水分蒸发，水珠凝于瓶壁，使用前应将溶液摇匀。如果溶液浓度有改变，则必须重新标定。对于不稳定的溶液应定期标定。

必须指出，使用不同温度下配制的标准溶液，若从玻璃的膨胀系数考虑，即使温度相差 30°C ，造成的误差也不大。但是，水的膨胀系数约为玻璃的10倍，当使用温度与标定温度相差 10°C 以上时，应注意这个问题。

第四节 基础化学实验室安全知识

一、安全守则

(1) 熟悉实验室水、电闸的位置。

(2) 使用易挥发和易燃物质时应尽可能远离明火。能产生有刺激性或有毒气体的实验必须在通风橱内进行。

(3) 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）不得入口或接触伤口。实验后的残液应倒入废液缸，不得随便倒入下水道，以免污染环境。但要注意的是，不得将强氧化性物质（如浓硫酸等）倒入有机废液中。使用过有毒药品的器皿要及时洗净，未用完的有毒药品应交给老师处理。

(4) 浓酸浓碱具有强腐蚀性，切勿溅在衣服或皮肤上，更应注意防护眼睛（必要时要戴防护眼镜）。稀释浓硫酸时，必须将浓硫酸慢慢倒入水中，切忌将水倒入浓硫酸中，以免迸溅伤人。

(5) 加热试管时，不得将试管口朝向别人或自己，也不要俯视正在加热的液体，以防液体迸出伤人。用完酒精灯、电炉等加热设备，应立即关闭、拔插销。使用电器设备时，不要用湿手接触插销，以防触电。

(6) 不允许用手直接取用固体药品。嗅闻气体时应用手将少量气体轻轻煽向鼻孔，千万不要把鼻孔凑到容器口去嗅。

(7) 看清标签取用药品，禁止将取用多出的药品倒回试剂瓶。

(8) 不允许做实验内容以外而又未得到允许的实验。

(9) 实验室中不允许穿凉鞋，更不允许穿拖鞋，要穿能盖住脚背的鞋子，以防止化学试剂对人体的侵害。

(10) 绝对不允许擅自混合各种化学药品，以免发生意外事故。

(11) 严禁在实验室内饮食吸烟或带进餐具。

(12) 实验完毕，将仪器洗净，把实验桌面整理好。洗净手后，离开实验室。

(13) 值日生负责实验室的清理工作，离开实验室时检查水闸、电闸是否关好。

二、易燃、具腐蚀性药品及毒品的使用规则

- (1) 浓酸和浓碱等具有强腐蚀性的药品，不要洒在皮肤或衣物上。
- (2) 不允许在不了解化学药品性质时，将药品任意混合，以免发生意外事故。
- (3) 使用易燃、易爆化学品，如氢气、强氧化剂（如氯酸钾）时，要首先了解它们的性质，使用中应注意安全。
- (4) 有机溶剂（如苯、丙酮、乙醚）易燃，使用时要远离火焰。
- (5) 制备有刺激性的、恶臭的、有毒的气体（如 H_2S ， Cl_2 ， CO ， SO_2 等），加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸时，应该在通风橱内进行。
- (6) 氰化物、砷盐、铋盐、可溶性汞盐、铬的化合物、镉的化合物等都有毒，不得进入口内或接触伤口。

三、实验室事故的预防

1. 火灾的预防

- (1) 在操作易燃的溶剂时要特别注意：
 - ① 应远离火源。
 - ② 勿将易燃液体放在敞口容器中（如烧杯）直接加热。
 - ③ 加热必须在水浴中进行，切勿使容器密闭，否则会发生爆炸。当附近有露置的易燃溶剂时，切勿点火。
 - (2) 在进行易燃物质实验时，应养成将酒精一类易燃的物质搬开的习惯。
 - (3) 蒸馏装置不能漏气，如发现漏气，应立即停止加热，检查原因。若因塞子被腐蚀时，则待冷却后，才能换掉塞子。接受瓶不宜用敞口容器如广口瓶、烧杯等，而应用窄口容器如三角烧瓶等。从蒸馏装置接受瓶出来的尾气的出口应远离火源，最好用橡皮管引入下水道或室外。
 - (4) 回流或蒸馏低沸点易燃液体时应注意：
 - ① 应放数粒沸石或素烧瓷片或一端封口的毛细管，以防止暴沸。若在加热后才发现未放这类物质时，决不能急躁，不能立即揭开瓶塞补放，而应停止加热，待被蒸馏的液体冷却后才能加入。否则，会因暴沸发生事故。
 - ② 严禁直接加热。
 - ③ 瓶内液量不能超过瓶容积的 $2/3$ 。
 - ④ 加热速度宜慢，不能快，避免局部过热。
- 总之，蒸馏和回流易燃低沸点液体时，一定要谨慎从事，不能粗心大意。
- (5) 用油浴加热蒸馏或回流时，必须十分注意避免由于冷凝用水溅入热油浴中致使油外溅到热源上而引起火灾的危险。通常发生危险的原因，主要是由于橡皮管套进冷凝管上不紧密，开水阀过快，水流过猛把橡皮管冲出来，或者由于套不紧漏水。所以要求橡皮管套入侧管时要紧密，开水阀时也要慢动作，使水流慢慢通入冷凝管内。
 - (6) 当处理大量的可燃性液体时，应在通风橱中或在指定的地方进行，室内应无火源。
 - (7) 不得把燃着或者带有火星的火柴梗或纸条等乱抛乱扔，也不得丢入废液缸内。否则，会发生危险。