



高职高专“十一五”规划教材

化学基础实验实训

朱权 毛云飞 / 主编 陈锁金 / 主审

>>>>>>>> HUAXUE JICHU SHIYAN SHIXUN



化学工业出版社

高职高专“十一五”规划教材

化学基础实验实训

朱 权 毛云飞 主 编
陈锁金 主 审



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是《化学基础》的配套实验实训教材,分为化学实验基本要求、基本教学实验、综合训练实验、设计性实验、化学实验基本知识与基本技能问答五部分。内容包括基础化学基本操作,实验室的一般知识及主要设备、仪器的使用,物质的合成、分析、提纯、制备等。

本书可作为化学、化工、医药、橡胶、高分子等专业的基础化学实验实训教材,同时也可作为其他专业的化学实验参考书。

图书在版编目(CIP)数据

化学基础实验实训/朱权,毛云飞主编. —北京:化学工业出版社,2009.5
高职高专“十一五”规划教材
ISBN 978-7-122-04981-0

I. 化… II. ①朱…②毛… III. 化学实验-高等学校:技术学院-教材 IV. O6-3

中国版本图书馆CIP数据核字(2009)第031357号

责任编辑: 窦 臻
责任校对: 李 林

文字编辑: 糜家铃
装帧设计: 张 辉

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: 化学工业出版社印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张9½ 字数227千字 2009年5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。

定 价: 18.00 元

版权所有 违者必究

前 言

《化学基础实验实训》教材是根据高职高专教学改革的需要,遵循以理论够用为度,以加强实验教学为原则,并配合朱权主编《化学基础》教材编写而成,目的是加强化学基础的实验教学,并为在职业技术学院逐步建立完整的实践性教学体系提供必要条件。通过化学基础实验的教学,使学生正确掌握化学实验的基本操作,熟悉化学实验室主要设备、仪器、试剂的使用和保管;培养学生理论联系实际、分析问题和解决问题的能力,以及实事求是和严谨的工作作风,为后继相关课程的学习打下较好的实验基础。

本教材包括化学实验基本要求、基本教学实验、综合训练实验、设计性实验、化学实验基本知识与基本技能问答五部分内容。第一部分主要是化学实验要求;第二部分主要是化学实验的基本操作、配合课堂教学验证基本理论和元素及其化合物的性质实验以及对化学分析的综合提高,本部分的标准溶液的配制和标定均采用了国家标准;第三部分对基础化学的综合操作进行训练;第四部分在教学结束后结合所学内容进行综合设计;第五部分设置了204个学生在化学实验中常见的问题并进行解答。在本教材编写过程中,着重注意理论和实验的结合,侧重对学生实际操作能力的培养以及对学生已有知识的进一步巩固、拓宽和深化。

化学基础实验是其他化学实验的基础,其基础操作名目繁多。第二部分到第四部分内容虽有明确分工,但有些基本操作又不得不穿插编排。为了使学习有步骤、有目的地学习并保持对某一类型基本操作叙述的系统性和完整性,同时考虑到必须避免不必要的重复,编写时,将仪器的洗涤、加热、试剂的取用和称量等最基本的操作编入第一部分,其余则分散到各有关实验中。第四部分在老师做一定提示的前提下由学生独立完成。为了便于学习和参考,在第五部分编有对学生常见问题的解答。

各实验中的“试剂”项内,除已指明特定的状态(如固体)、浓度(如百分比浓度、比例浓度等)外,各试剂均为溶液形式,其后面括号内的数字均表示物质的量浓度,单位为 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$;各实验中的“仪器”项内所列的是除已成套配给学生的仪器以外的仪器。成套配给学生的仪器通常包括试管、烧杯、量筒、表面皿、洗瓶、玻璃棒、酒精灯、三脚架、铁圈、铁架台、石棉网、试管刷、试管架、试管夹、胶帽滴管、镊子、药勺、漏斗等。

实验中所需的材料(如滤纸等)列入仪器项,试纸等列入试剂项。

有些实验的项目可能较多,内容偏深,各校可根据专业需要,参照大纲的课时分配情况,进行适当删选。

本教材在实验内容选择和实验教学方法的设计中,充分注意结合化学实验的特点和实验学时限制,既能对学生进行具体的实验指导,又能启发他们积极思维创新。

本书凝聚了历年来从事无机化学、有机化学、分析化学、物理化学实验教学的老师和实验技术人员的辛勤劳动,以及历届学生的教学实践给我们很多有益的启示,谨致谢意。

本书由扬州工业职业技术学院朱权、毛云飞策划并组织编写,由陈锁金审阅。同时,在本书的编写过程中得到了张杰教授和化学教研室老师的大力帮助,并提出了大量的参考意见,在此表示衷心的感谢。

因编写者水平有限,书中如有不确切之处,请广大读者不吝指正。

编者

2009年1月

目 录

第一部分 化学实验基本要求	1
第一章 化学实验室基本知识	2
第二章 一般化学实验基本操作	5
第二部分 基本教学实验	16
实验一 s 区元素化合物的性质	16
实验二 p 区元素化合物的性质	17
实验三 过渡元素(铜、银、锌、汞)的性质	19
实验四 铬、锰、铁、钴、镍及其重要化合物的性质	21
实验五 离子的鉴定和未知物的鉴别	23
实验六 过氧化氢催化分解反应速率常数的测定	25
实验七 电离平衡和缓冲溶液	26
实验八 配位化合物的生成和性质	28
实验九 沉淀反应	30
实验十 氧化还原反应与电化学	32
实验十一 分析天平基本操作技术	35
实验十二 滴定分析的仪器和基本操作	39
实验十三 盐酸标准溶液的标定及溶液总碱度的测定	43
实验十四 氢氧化钠标准溶液的标定和食醋中总酸度的测定	45
实验十五 EDTA 溶液的标定和自来水中总硬度的测定	48
实验十六 高锰酸钾标准溶液的配制和标定及过氧化氢含量的测定	50
实验十七 $K_2Cr_2O_7$ 法测定溶液中的亚铁含量	53
实验十八 硫代硫酸钠标准溶液的制备和胆矾中 $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ 含量的测定	54
实验十九 碘标准溶液的制备和维生素 C 含量的测定	57
实验二十 熔点的测定	60
实验二十一 有机化合物沸点的测定	63
实验二十二 常压蒸馏	64
实验二十三 减压蒸馏	66
实验二十四 水蒸气蒸馏	69
实验二十五 重结晶	72
实验二十六 升华	74
实验二十七 萃取	76
实验二十八 简单分馏	79
第三部分 综合训练实验	82
实验二十九 从废电池中回收锌皮制取 $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$	82
实验三十 正丁醚的制备(醇分子间脱水)	83

实验三十一	正溴丁烷的制备	85
实验三十二	乙酸乙酯的制备	87
实验三十三	乙酰乙酸乙酯的合成	89
实验三十四	4-苯基-2-丁酮的合成	91
实验三十五	三苯甲醇的制备	92
实验三十六	硝基苯的制备	94
实验三十七	苯胺的制备(还原反应)	95
实验三十八	乙酰苯胺的制备(<i>N</i> -酰化反应)	96
实验三十九	对氨基苯磺酰胺的制备	97
实验四十	对硝基苯甲醚的制备	99
实验四十一	苯甲酸的制备	100
实验四十二	苯甲酸乙酯的制备	101
实验四十三	石灰中总钙的测定——酸碱中和法	102
实验四十四	石灰中总钙的测定——配位滴定法	104
第四部分	设计性实验	107
实验四十五	从冲洗胶卷的废液中回收单质银或硝酸银	107
实验四十六	由虾、蟹壳制取氨基葡萄糖盐酸盐	108
实验四十七	由氯苯制备对氯乙酰苯胺	109
实验四十八	高锰酸钾法测定石灰石中钙的含量	110
实验四十九	铁矿石中全铁含量的测定($K_2Cr_2O_7$)	111
第五部分	化学实验基本知识与基本技能问答	113
1.	如何保持实验室整洁?	113
2.	实验室安全守则的主要内容是什么?	113
3.	实验室如何预防火灾?	113
4.	实验室如何预防爆炸?	113
5.	实验室如何预防中毒?	113
6.	实验室万一发生火灾,应如何处理?	113
7.	实验室发生玻璃割伤、试剂灼伤、烫伤和中毒等事故时,应如何处理?	113
8.	实验室常用标准磨口玻璃仪器上的数字代表什么含义?	113
9.	使用标准磨口仪器的注意事项有哪些?	114
10.	仪器的装配有哪些原则?	114
11.	有机玻璃仪器的洗涤有哪些方法?	114
12.	有机玻璃仪器的干燥有哪些方法?	114
13.	温度计的保养要注意什么问题?	114
14.	分液漏斗的保养要注意什么问题?	114
15.	化学试剂按其用途分为哪几种?	114
16.	作为基准物应具备哪些条件?	114
17.	一般溶液的浓度表示方法有哪几种?	114
18.	长期用玻璃瓶储存的溶液会发生什么变化?	114
19.	提高分析准确度的方法有哪些?	114
20.	什么是偶然误差(随机误差)?	114
21.	偶然误差的特点及消除方法?	114

22. 什么是系统误差?	115
23. 系统误差的特点及消除方法?	115
24. 准确度与精密度两者之间的关系?	115
25. 滴定分析法的分类?	115
26. 进行滴定分析, 必须具备几个条件?	115
27. 什么是例行分析?	115
28. 什么是仲裁分析(也称裁判分析)?	115
29. 砂芯玻璃滤器的洗涤方法?	115
30. 带磨口塞的分析仪器应如何保管?	115
31. 样品采集(采样)的重要性?	116
32. 样品采集的注意事项?	116
33. 分解试样的一般要求?	116
34. 有效数字中“0”的意义?	116
35. 分析工作分哪两个步骤进行?	116
36. 按操作方法不同, 化学分析法又分为哪几类?	116
37. 配位滴定的反应必须符合什么条件?	116
38. 适合于作为滴定用的沉淀反应必须满足什么要求?	116
39. 分析结果对可疑值应做如何判断?	116
40. 选择缓冲溶液应考虑什么原则?	116
41. 原始记录有什么要求?	116
42. 数字修约规则?	117
43. 试样的溶解方法有几种? 各是什么?	117
44. 什么是天平的最大称量?	117
45. 什么是天平的感量(分度值)?	117
46. 减量法适于称量哪些物品?	117
47. 温度、湿度和振动对天平有何影响?	117
48. 如果发现称量质量有问题, 应从几个方面找原因?	117
49. 加减砝码、圈码和称量物时, 为什么必须关闭天平?	117
50. 分析天平的灵敏度越高, 是否称量的准确度就越高?	117
51. 递减称量法称量过程中能否用小勺取样, 为什么?	117
52. 在称量过程中, 从投影屏上观察到标线已移至 100 分度的右边, 此时说明左盘重还是 右盘重?	118
53. 酸式滴定管涂油的方法是什么?	118
54. 酸式滴定管如何试漏?	118
55. 碱式滴定管如何试漏?	118
56. 酸式滴定管如何装溶液?	118
57. 碱式滴定管如何赶气泡?	118
58. 滴定的正确方法?	118
59. 滴定管读数应遵守什么规则?	118
60. 滴定管使用的注意事项?	119
61. 移液管和吸量管的洗涤方法?	119
62. 用洗液洗移液管或吸量管的方法是什么?	119
63. 用吸量管吸取溶液的方法?	119
64. 使用吸量管和滴定管的注意事项?	119

65. 容量瓶的试漏方法?	119
66. 使用容量瓶的注意事项?	119
67. 滴定管的种类?	119
68. 移液管或吸量管应如何调节液面?	119
69. 如何放出移液管或吸量管中的溶液?	120
70. 如何将溶液转移到容量瓶中?	120
71. 如何用容量瓶稀释溶液?	120
72. 容量瓶如何摇匀?	120
73. 容量瓶的校正方法?	120
74. 滴定管有油脂堵塞, 如何处理?	120
75. 分析用溶液配制的注意事项?	120
76. HCl 和 NaOH 标准溶液能否用直接配制法配制? 为什么?	120
77. 配制酸碱标准溶液时, 为什么用量筒量取 HCl, 用台秤称取 NaOH(s), 而不用吸量管和 分析天平?	120
78. 标准溶液装入滴定管之前, 为什么要用该溶液润洗滴定管 2~3 次? 而锥形瓶是否也需用 该溶液润洗或烘干, 为什么?	121
79. 滴定至临近终点时加入半滴的操作是怎样进行的?	121
80. 以基准物标定标准滴定溶液时, 应称取的基准物的质量如何估算?	121
81. 溶解基准物质时加入 20~30mL 水, 是用量筒量取还是用移液管移取? 为什么?	121
82. 如果基准物未烘干, 将使标准溶液浓度的标定结果偏高还是偏低?	121
83. 用 NaOH 标准溶液标定 HCl 溶液浓度时, 以酚酞做指示剂, 若 NaOH 溶液因储存不当吸 收了 CO ₂ , 对测定结果有何影响?	121
84. 配位滴定中为什么加入缓冲溶液?	121
85. 用 Na ₂ CO ₃ 为基准物, 以钙指示剂为指示剂标定 EDTA 浓度时, 应控制溶液的酸度为多大? 为什么? 如何控制?	121
86. 以二甲酚橙为指示剂, 用 Zn ²⁺ 标定 EDTA 浓度的实验中, 溶液的 pH 值为多少?	121
87. 配位滴定法与酸碱滴定法相比, 有哪些不同点? 操作中应注意哪些问题?	121
88. 为什么滴定 Ca ²⁺ 、Mg ²⁺ 总量时要控制 pH ≈ 10, 而滴定 Ca ²⁺ 分量时要控制 pH 值为 12~13? 若 pH > 13 时, 测 Ca ²⁺ 对结果有何影响?	122
89. 如果只有铬黑 T 指示剂, 能否测定 Ca ²⁺ 的含量? 如何测定?	122
90. 配制 KMnO ₄ 标准溶液时, 为什么要将 KMnO ₄ 溶液煮沸一定时间并放置数天? 配好的 KMnO ₄ 溶液为什么要过滤后才能保存? 过滤时是否可以用滤纸?	122
91. 配制好的 KMnO ₄ 溶液为什么要盛放在棕色瓶中保护? 如果没有棕色瓶怎么办?	122
92. 在滴定时, KMnO ₄ 溶液为什么要放在酸式滴定管中?	122
93. 用 Na ₂ C ₂ O ₄ 标定 KMnO ₄ 时, 为什么必须在 H ₂ SO ₄ 介质中进行? 酸度过高或过低有何 影响? 可以用 HNO ₃ 或 HCl 调节酸度吗? 为什么终点前要加热到 70~80℃? 溶液温度过高 或过低有何影响?	122
94. 标定 KMnO ₄ 溶液时, 为什么第一滴 KMnO ₄ 加入后溶液的红色褪去很慢, 而以后红色 褪去的速度越来越快?	123
95. 盛放 KMnO ₄ 溶液的烧杯或锥形瓶等容器放置较久后, 其壁上常有的棕色沉淀物是什么? 此棕色沉淀物用通常方法不容易洗净, 应怎样洗涤才能除去此沉淀?	123
96. 用高锰酸钾法测定 H ₂ O ₂ 时, 能否用 HNO ₃ 或 HCl 来控制酸度?	123
97. 用高锰酸钾法测定 H ₂ O ₂ 时, 为何不能通过加热来加速反应?	123
98. 配制好的 AgNO ₃ 溶液要保存于棕色瓶中, 并置于暗处, 为什么?	123

99. 做空白测定有何意义? $K_2Cr_2O_7$ 溶液的浓度或用量对测定结果有何影响?	123
100. 能否用莫尔法以 $NaCl$ 标准溶液直接滴定 Ag^+ ? 为什么?	123
101. 常用的冷凝管有多少种? 如何使用和保管?	123
102. 实验报告的基本内容有哪些?	123
103. 实验室用的加热方式有几种?	123
104. 采用空气浴加热的液体的沸点一般为多少?	123
105. 什么情况下不能用空气浴加热?	124
106. 电热套主要用于什么情况下的加热?	124
107. 采用水浴加热的温度不超过多少?	124
108. 当用到何种金属的操作时, 决不能在水浴上进行?	124
109. 如果要加热温度稍高于 $100^\circ C$, 可选用哪些无机盐的饱和水溶液做热溶液?	124
110. 油浴的加热温度范围是多少?	124
111. 哪些物质可作为油浴的溶液?	124
112. 使用油浴时, 尤其应该注意的是什么?	124
113. 酸浴的加热温度范围是多少?	124
114. 在什么情况下要采用冷却?	124
115. 常用的冷却剂有哪些? 它们分别可以冷却的温度为多少?	124
116. 有机物的干燥方法有几种? 化学干燥剂的干燥原理有哪两类?	124
117. 液体有机化合物的干燥如何选择干燥剂? 什么是干燥剂的吸水容量和干燥效能?	124
118. 液体有机化合物干燥时, 干燥剂的用量如何确定和判断? 为什么干燥剂实际用量要比理论 用量大许多? 液体被干燥好的基本标志是什么?	124
119. 常用的液体有机化合物干燥剂有哪些? 干燥醇类物质可选用哪些干燥剂?	125
120. 固体有机化合物应如何干燥?	125
121. 搅拌的方法有哪些?	125
122. 机械搅拌和电磁搅拌一般用于何种情况?	125
123. 机械搅拌主要包括哪三部分?	125
124. 有机化学实验室常用的塞子有哪些? 有何特点?	125
125. 塞子如何选择?	125
126. 钻孔器如何选择?	125
127. 塞子钻孔要注意什么问题?	125
128. 玻璃管截断要注意什么问题?	125
129. 玻璃管弯曲有何技巧?	126
130. 玻璃管(温度计)插入塞子要注意什么问题?	126
131. 什么是熔点距?	126
132. 如果没有把样品研磨得很细, 对装样有何影响? 对测定的熔点数据可靠否?	126
133. 在熔点测定时, 接近熔点时升温的速度为什么不能太快?	126
134. 为什么不能用测过一次熔点的有机物再做第二次测定?	126
135. 如何鉴定两种熔点相同的晶体物质是否为同一物质?	126
136. 什么叫蒸馏? 利用蒸馏可将沸点相差多少的物质分开?	126
137. 在蒸馏过程中为何要加入素烧瓷片? 如加热后发觉未加素烧瓷片应如何补加? 为什么?	126
138. 蒸馏操作在有机实验中常用于哪四个方面?	126
139. 蒸馏装置由哪三个部分组成?	127
140. 冷凝管有哪几种类型? 分别适合在哪些条件下使用?	127
141. 蒸馏装置中温度计水银球的位置应在何处?	127

142. 将待蒸馏液倾入蒸馏烧瓶时, 不使用漏斗行吗? 如不使用漏斗应怎样操作?	127
143. 向冷凝管通水是由下而上, 反过来效果怎样? 把橡皮管套进冷凝管时, 怎样才能防止折断 其侧管?	127
144. 如果加热过猛, 测定出来的沸点会不会偏高? 为什么?	127
145. 在进行蒸馏操作时应注意哪些问题 (从安全和效果两方面来考虑)?	127
146. 用微量法测沸点时, 把最后一个气泡刚欲缩回至内管的瞬间温度作为该化合物的沸点, 为什么?	127
147. 什么叫沸点? 液体的沸点和大气压有什么关系? 文献里记载的某物质的沸点是否即为我们 这里的沸点温度?	127
148. 用分馏柱提纯液体时, 为了取得较好的分离效果, 分馏柱必须保持回流液, 为什么?	128
149. 分馏的原理是什么? 分馏与蒸馏有什么不同?	128
150. 什么是恒沸物? 恒沸物能否用分馏法分离?	128
151. 什么是分馏柱的理论塔板数? 理论塔板数与分离效率有何关系?	128
152. 分馏装置由哪几个部分组成? 分馏柱有几种? 为什么有的有刺?	128
153. 为什么制备乙酰苯胺需要使用韦氏分馏柱?	128
154. 减压蒸馏的原理是什么?	128
155. 减压蒸馏装置由哪几部分组成?	128
156. 减压蒸馏时, 为什么要在蒸馏烧瓶内插入一根末端拉成毛细管的玻璃管? 如何调节毛细 管的进气量?	128
157. 水泵的减压效率如何?	129
158. 使用油泵时要注意哪些事项?	129
159. 在减压蒸馏系统中为什么要有吸收装置? 吸收装置各有什么作用?	129
160. 在进行减压蒸馏时, 为什么必须用热浴加热, 而不能用直接火加热?	129
161. 为什么进行减压蒸馏时必须先抽气才能加热?	129
162. 测压计如何读数?	129
163. 在用油泵减压蒸馏高沸点化合物前, 为什么要先用水泵或水浴加热, 蒸去绝大部分低沸点 物质 (如乙酸乙酯)?	129
164. 在什么情况下可采用水蒸气蒸馏?	129
165. 水蒸气蒸馏装置中的 T 形管有什么作用?	129
166. 进行水蒸气蒸馏, 被提纯物质必须具备哪三个条件?	130
167. 什么叫水蒸气蒸馏?	130
168. 进行水蒸气蒸馏时, 蒸汽导入管末端为什么要插入到接近于容器的底部?	130
169. 水蒸气蒸馏装置由哪四部分组成?	130
170. 在水蒸气蒸馏过程中, 经常要检查什么事项? 若安全管中水位上升很高, 说明什么问题, 如何处理才能解决呢?	130
171. 简述简易水蒸气蒸馏。它曾用于哪些合成反应中?	130
172. 萃取的原则是什么?	130
173. 在有机化学实验中, 分液漏斗的主要用途是什么?	130
174. 使用分液漏斗前必须做好哪些检查?	130
175. 使用分液漏斗时应注意什么?	130
176. 分液漏斗使用后应该怎样处理?	131
177. 如何判断哪一层是有机物? 哪一层是水层?	131
178. 折射率有何意义? 如何测定?	131
179. 重结晶的原理是什么? 重结晶提纯法的一般过程如何?	131

180. 用于进行重结晶的溶剂要符合哪些条件?	131
181. 重结晶的溶解过程一般在什么容器中进行? 为什么? 如果是采用低沸点易燃物做溶剂, 要采用何种方式溶解样品?	131
182. 若重结晶样品加热溶解过程中所需温度高于 130℃, 应采用何种回流冷凝管?	132
183. 重结晶样品若要脱色, 应在什么时候加入活性炭?	132
184. 热水过滤对玻璃漏斗和滤纸有什么要求? 为什么?	132
185. 抽滤(减压过滤)装置包括哪三个部分?	132
186. 抽滤装置中的布氏漏斗下端的斜口在抽滤瓶中应处于什么位置?	132
187. 抽滤法过滤应注意什么?	132
188. 在重结晶的抽滤中应如何洗涤晶体?	132
189. 如果热滤的溶剂是挥发可燃性液体, 操作有何不同?	132
190. 如果热滤后的溶液不结晶, 可采用什么方法加速结晶?	132
191. 用有机溶剂重结晶时, 有些操作容易着火, 应该怎样避免?	132
192. 如何证明经重结晶纯化的产物是纯净的?	132
193. 升华的原理是什么?	132
194. 升华是否可以作为提纯物质的方法?	133
195. 常压升华法采用怎样的加热方法? 减压升华采用何种加热方法?	133
196. 旋光仪的工作原理是什么?	133
197. 什么物质才具有旋光性?	133
198. 为什么测定旋光度前, 需要进行零点的校正?	133
199. 反应容器容积大小的选择依据是什么?	133
200. 实验装置的装配顺序应遵循什么原则? 拆卸的原则又是什么?	133
201. 有机实验中, 什么情况下利用回流反应装置?	133
202. 怎样操作回流反应装置?	133
203. 常用的有机化学实验文献有哪些?	134
204. CA 起源于哪一年? 有何价值?	134
附录	135
附录一 相对原子质量表	135
附录二 常用化合物的相对分子质量表	138
附录三 化学试剂等级对照表	141
附录四 常用酸碱试剂的密度、含量和近似浓度	141
参考文献	142

第一部分 化学实验基本要求

化学是一门实践性很强的学科。化学基础实验与化学理论教学紧密结合，是化学、化工、环境、生物、医药等专业的基础课程之一。

学生通过本课程的学习，可以加深对化学基本概念和基本理论的理解；正确和较熟练地掌握化学实验基本操作，学习化学实验的基本知识，掌握典型的实验操作，找出实验中影响实验结果的关键环节，在实验中做到心中有数、统筹安排，学会正确合理地选择实验条件和实验仪器，正确处理实验数据，以保证实验结果准确可靠；培养良好的实验习惯，实事求是的科学态度、严谨细致的工作作风和坚韧不拔的科学品质；提高观察、分析和解决问题的能力，为学习后续课程和将来参加工作打下良好的基础。

为了达到上述目的，对化学基础实验课提出以下基本要求：

(1) 认真预习 每次实验前必须明确实验目的和要求，了解实验步骤和注意事项，写好预习报告，做到心中有数。

(2) 仔细实验，如实记录，积极思考 实验过程中，要认真地学习有关实验的基本操作技术，在教师的指导下正确使用仪器，要严格按照规范进行操作。细心观察实验现象，及时将实验条件和现象以及分析测试的原始数据记录在实验记录本上，不得随意涂改；同时要勤于思考，培养良好的实验习惯和科学作风。

(3) 认真写好实验报告 根据实验记录进行认真整理、分析、归纳、计算，并及时写好实验报告。实验报告一般包括实验名称、实验日期、实验原理、主要试剂和仪器及其工作条件、实验步骤、实验数据及其分析处理、实验结果和讨论。实验报告应简明扼要，图表清晰。

(4) 严格遵守实验室规则，注意安全 保持实验室内安静、整洁。实验台面保持清洁，仪器和试剂按照规定摆放整齐有序。爱护实验仪器设备，实验中如发现仪器工作不正常，应及时报告教师处理。实验中要注意节约。安全使用电、水和有毒或腐蚀性的试剂。每次实验结束后，应将所用的试剂及仪器复原，清洗好用过的器皿，整理好实验室。

(5) 实验报告 无论初学者还是熟练的分析工作者都必须认真做好实验记录，写好实验报告，以备需要时查阅。特别对于初学者更是如此，以便总结经验，接受教训，不断提高分析技术并养成良好的实验作风。

实验报告要求如下：

- (1) 目的
- (2) 原理
- (3) 仪器与试剂
- (4) 操作步骤及现象
- (5) 数据处理
- (6) 习题及讨论

要求每次实验前做好预习，做到实验时心中有数。

第一章 化学实验室基本知识

一、实验室规则

- (1) 课前应认真预习,明确实验目的和要求,了解实验的内容、方法和基本原理。
- (2) 实验时应遵守操作规则,注意安全,爱护仪器,节约试剂。
- (3) 遵守纪律,不迟到,不早退,保持室内安静,不要大声谈笑。
- (4) 实验中要认真操作,仔细观察各种现象,将实验中的现象和数据如实记在报告本上。根据原始记录,认真地分析问题、处理数据,写出实验报告。
- (5) 实验过程中,随时注意保持工作地区的整洁。火柴、纸张和废品只能丢入废物缸内,不能丢入水槽,以免水槽堵塞。
- (6) 实验完毕后,将玻璃容器洗净,公用设备放回原处,把实验台和试剂架整理干净,清扫实验室。最后检查门、窗、水、电、煤气是否关好。

二、实验室的安全操作

化学基础实验中,经常使用水、电、大量易破损的玻璃仪器和一些具有腐蚀甚至易燃、易爆或有毒的化学试剂。为确保人身和实验室的安全且不污染环境,实验中必须严格遵守实验室的安全规则。主要包括:

- (1) 禁止将食物和饮料带进实验室,实验中注意不用手摸脸、眼等部位。一切化学试剂严禁入口,实验完毕后必须洗手。
- (2) 使用浓酸、浓碱以及其他腐蚀性试剂时,切勿溅在皮肤和衣物上。涉及浓硝酸、盐酸、硫酸、高氯酸、氨水等的操作,均应在通风橱内进行。夏天开启浓氨水、盐酸时一定要先用自来水将其冲冷却,再打开瓶盖。使用剧毒品时,要实行登记制度,取用时特别小心,切勿泼洒在实验台面和地面上,用过的废物、废液切不可乱扔,应分别回收,集中处理。实验中的其他废物、废液也要按照环保的要求妥善处理。
- (3) 注意防火。实验室严禁吸烟。万一发生火灾,要保持镇静,应立即切断电源或燃气源,并采取针对性的灭火措施。一般的小火用湿布、防火布或沙子覆盖燃烧物灭火。不溶于水的有机溶剂以及能与水起反应的物质如金属钠,一旦着火,绝不能用水浇,应用沙土压或用二氧化碳灭火器灭火。如电器起火,不可用水冲,应当用四氯化碳灭火器灭火。情况紧急应立即报警。
- (4) 使用各种仪器时,要在教师讲解或自己仔细阅读并理解操作规程后,方可动手操作。除试管等少数玻璃仪器外,一般都不能直接用火加热。锥形瓶不耐压,不能作减压用。厚壁玻璃器皿(如抽滤瓶)不耐热,不能加热。广口容器(如烧杯)不能存放易挥发的有机溶剂。带活塞的玻璃器皿用过洗净后,在活塞与磨口间应垫上纸片,以防粘住。如已粘住可在磨口四周涂上润滑剂或有机溶剂后用电吹风吹,或用水煮后再用木块轻敲塞子,使之松开。此外,不能用温度计作搅拌棒用,也不能用来测量超过刻度范围的温度。温度计用后要缓慢冷却,不可立即用冷水冲洗以免爆裂。
- (5) 安全使用水、电。离开实验室时,应仔细检查水、电、气、门窗是否关好。
- (6) 如发生烫伤和割伤应及时处理,严重者应立即送医院治疗。

三、灭火常识

- (1) 一般有机物,特别是有机溶剂,大都容易着火,它们的蒸气或其他可燃性气体、固

体粉末等与空气按一定比例混合后，当有火花时就会引起燃烧或猛烈爆炸。

(2) 由于某些化学反应放热而引起燃烧，如金属钠、钾等遇水燃烧甚至爆炸。

万一发生着火，要沉着快速处理，首先要切断热源、电源，把附近的可燃物品移走，再针对燃烧物的性质采取适当的灭火措施。但不可将燃烧物抱着往外跑，因为跑时空气更流通，会烧得更猛。常用的灭火措施有以下几种，使用时要根据火灾的轻重，燃烧物的性质，周围环境和现有条件进行选择。

① 石棉布：适用于小火。用石棉布盖上以隔绝空气，就能灭火。如果火很小，用湿抹布或石棉板盖上即可。

② 干沙土：一般装于沙箱或沙袋内，只要抛洒在着火物体上就可灭火。适用于不能用水扑救的燃烧，但对火势很猛、面积很大的火焰欠佳。沙土应该用干的。

③ 水：是常用的救火物质。它能使燃烧物的温度下降，但一般有机物着火不适用，因溶剂与水不相溶，又比水轻，水浇上去后，溶剂还漂在水面上，扩散开来继续燃烧。但若燃烧物与水互溶时，或用水没有其他危险时可用用水灭火。在溶剂着火时，先用泡沫灭火器把火扑灭，再用水降温是有效的救火方法。

④ 泡沫灭火器：是实验室常用的灭火器材，使用时，把灭火器倒过来，往火场喷，由于它生成二氧化碳及泡沫，使燃烧物与空气隔绝而灭火，效果较好，适用于除电流起火外的灭火。

⑤ 二氧化碳灭火器：在小钢瓶中装入液态二氧化碳，救火时打开阀们，把喇叭口对准火场喷射出二氧化碳灭火，在工厂实验室都很适用，它不损坏仪器，不留残渣，对于通电的仪器也可以使用，但金属镁燃烧不可使用它来灭火。

⑥ 四氯化碳灭火器：四氯化碳沸点较低，喷出来后形成沉重而惰性的蒸气掩盖在燃烧物体周围，使它与空气隔绝而灭火。它不导电，适于扑灭由带电物体引起的火灾。但它在高温时分解出有毒气体，故在不通风的地方最好不用。另外，在有钠、钾等金属存在时不能使用，因为有引起爆炸的危险。

除了以上几种常用的灭火器外，近年来生产了多种新型的高效能的灭火器。如 1211 灭火器，它在钢瓶内装有一种药剂——二氟一氯一溴甲烷，灭火效率高。又如干粉灭火器是将二氧化碳和一种干粉剂配合起来使用，灭火速度很快。

四、实验室用水

在化学实验室中，根据任务和要求的不同，对水的纯度也有不同的要求。对于一般性实验任务，采用蒸馏水或去离子水，就可满足实验要求，但对超纯物质的分析，则需要用纯度较高的“高纯水”。目前，实验室用水一般执行 GB 6682—92 国家标准。该标准规定了实验室用水的技术指标、制备方法及检验方法。

1. 实验室用水的规格

实验室用水的级别及重要指标如表 1 所示。

2. 实验室用水的制备

(1) 一级水的制备 一级水基本不含有溶解或胶态离子及有机物。可用二级水经过蒸馏、离子交换混合床和 $0.2\mu\text{m}$ 过滤膜的方法制得，或用石英装置进一步蒸馏制得。

(2) 二级水的制备 二级水可含有微量的无机、有机或胶态杂质。可采用蒸馏或离子交换后再进行蒸馏制备，也可用三级水进行蒸馏制备。

(3) 三级水的制备 三级水适合一般实验室的实验工作。一般以食用水或无污染较纯净

的天然水为原料经过蒸馏、离子交换或电渗析等方法制备。

表 1 实验室用水的级别及重要指标

指 标 名 称	一 级 水	二 级 水	三 级 水
外观	无 色 透 明 液 体		
pH 值范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电 导 率(25℃)/mS·m ⁻¹	≤ 0.01	0.10	0.50
吸光度(254nm,1cm 光程)	< 0.001	0.01	—
可氧化物[以(O)计]/mg·L ⁻¹	≤ —	0.08	0.40
蒸发残渣(105℃±2℃)/mg·L ⁻¹	≤ —	1.0	2.0
可溶性硅[以(SiO ₂)计]/mg·L ⁻¹	< 0.01	0.02	—

3. 实验室用水的一般性检验方法

实验室用水一般通过测定电导率或化学方法进行检验。离子交换法制得的纯水，可通过电导率仪监测水的电导率来确定是否更换离子交换柱。注意取样后要立即测定，以免空气中二氧化碳溶于水而导致电导率增大，也可采用表 2 的化学方法检验。

表 2 实验室用水的化学检验方法

测定项目	检 验 方 法 及 条 件	指示剂	现 象	结 论
金属离子	量水样 10mL 于小烧杯中,加入氨缓冲溶液使 pH=10	2~3 滴铬黑 T	蓝色	无 Ca ²⁺ 、Mg ²⁺ 等阳离子
			紫红色	有阳离子
氯离子	量水样 10mL 于小烧杯中,加入稀硝酸酸化后,加入硝酸银		无色透明	无氯离子
			白色浑浊	有氯离子
pH 值	量水样 10mL 于小烧杯中	2~3 滴甲基红	不显红色	符合要求

4. 国家标准检验方法简介

- (1) pH 值 量取水样 100mL，用 pH 计测定 pH 值。
- (2) 电导率 用电导率仪测定的电导率。一、二级水测定时，配备电极常数为 0.01~0.1cm⁻¹的“在线”电导池，使用温度补偿。三级水测定时，配备电极常数为 0.1~1cm⁻¹的电导池。
- (3) 吸光度 将水样分别注入 1cm 和 2cm 的吸收池中，在紫外-可见分光光度计 254nm 处，以 1cm 吸收池中的水为参比，测定 2cm 吸收池中水的吸光度。
- (4) 可氧化物 量取二级水 100mL(三级水 200mL)置于烧杯中，加入 20%的硫酸 5.0mL(三级水 1.0mL)，混匀，加入 0.005mol·mL⁻¹高锰酸钾标准溶液 1.00mL，盖上表面皿，加热至沸并保持 5min，溶液粉红色不应完全褪去。
- (5) 蒸发残渣 量取二级水 1000mL(三级水 500mL)，分批加入旋转蒸发器的 500mL 蒸馏瓶中，在水浴上减压蒸发至约 50mL 时，转移到已恒重的玻璃蒸发皿中，用少量水样冲洗蒸馏瓶，洗液合于蒸发皿中，继续在水浴上蒸干后，移入恒温在 (105±2)℃ 温度的烘箱中，干燥至质量恒定。
- (6) 可溶性硅 可溶性硅测定方法比较烦琐，一、二级水可按 GB 6682—92 标准中的方法检验。三级水一般测定水样中的硅酸盐。方法为：取 30mL 的水样于一小烧杯中，加入 4mol·mL⁻¹硝酸 5.0mL，5%的钼酸铵溶液 5.0mL，室温下放置 5min 后，加入 10%的亚硫酸溶液 5.0mL，应不呈蓝色。

5. 合理选用水的规格

实验室用的纯水一般要保持纯净,防止污染。使用时根据不同的情况选用不同级别的纯水。定量分析一般用三级水,有时需将三级水加热煮沸后使用,特殊情况可使用二级水。仪器分析实验中,一般用二级水,有些实验可用三级水,有些实验则必须用一级水。实验室工作时要注意节约用水。

第二章 一般化学实验基本操作

一、常用玻璃器皿的洗涤和干燥

1. 容器的洗涤

化学实验室经常使用玻璃容器和瓷器,用不干净的容器进行实验时,往往由于污物和杂质的存在而得不到准确的结果,所以容器应该保证干净。

洗涤容器的方法很多,应根据实验的要求、污物的性质和沾污的程度加以选择。

一般来说,附着在仪器上的污物有尘土和其他不溶性物质、可溶性物质、有机物质及油污等。针对这些情况,可采用下列方法。

① 用自来水和毛刷刷洗容器上附着的尘土和水溶物。

② 用去污粉(或洗涤剂)和毛刷刷洗容器上附着的油污和有机物质。若仍洗不干净,可用热碱液洗。容量仪器不能用去污粉和毛刷刷洗,以免磨损器壁,使体积发生变化。

③ 一般情况下遵循酸用碱洗,碱用酸洗,氧化剂用还原剂洗,还原剂用氧化剂洗的原则。

④ 有些实验要确保仪器尽可能干净,可用洗液清洗仪器。洗液是重铬酸钾在浓硫酸中的饱和溶液(5g粗重铬酸钾溶于10mL热水中,稍冷,在搅拌下慢慢加入100mL浓硫酸中就得到铬酸洗液,简称洗液)。

使用洗液时要注意以下几点。

① 使用洗液前最好先用水或去污粉将容器洗一下。

② 使用洗液前应尽量把容器内的水去掉,以免将洗液稀释。

③ 洗液用后应倒入原瓶内,可重复使用。

④ 不要用洗液去洗涤具有还原性的污物(如某些有机物),这些物质能把洗液中的重铬酸钾还原为硫酸铬(洗液的颜色则由原来的深棕色变为绿色)。已变为绿色的洗液不能继续使用。

⑤ 洗液具有很强的腐蚀性,会灼伤皮肤和破坏衣物。如果不慎将洗液洒在皮肤、衣物和实验桌上,应立即用水冲洗。

⑥ 因重铬酸钾严重污染环境,应尽量少用洗液。用上述方法洗涤后的容器还要用水洗去洗涤剂,并用蒸馏水再洗涤三次。

洗涤容器时应符合少量(每次用少量的洗涤剂)多次的原则。既节约,又提高了效率。用布或纸擦拭已洗净的容器非但不能使容器变得干净,反而会将纤维留在器壁上,沾污了容器。

已洗净的容器壁上不应附着不溶物或油污,这样的器壁可以被水完全润湿。检查是否洗净时,将容器倒转过来,水即顺着器壁流下,器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜,而不应有水珠。

2. 容器的干燥

(1) 晾干法 洗净的容器可倒置于干净的实验柜内或容器架上(倒置后不稳定的容器如量筒则不宜这样做),让仪器上残存的水分自然挥发。

(2) 快干法 一般只在实验中临时使用。将仪器洗净后倒置控水,注入少量(3~5mL)能与水互溶且挥发性较大的有机溶剂(常用无水乙醇、丙酮或乙醚等),将仪器转动使溶剂在内壁流动,待内壁全部浸湿倾出溶剂(应回收),并擦干仪器外壁,再用电吹风机的热风迅速将内壁残留的易挥发物赶出,达到快干的目的。

(3) 烘干法 洗净的一般容器可以放入恒温箱内烘干,放置容器时应注意平放或使容器口朝下。

(4) 烤干法 加热使水分迅速蒸发而使仪器干燥。此法常用于可加热(或耐高温)的仪器,如试管、烧杯、烧瓶等。加热前先将仪器外壁擦干,然后用小火烤。加热时应用试管夹或坩埚钳将仪器夹住,并转动使仪器受热均匀。

二、试剂的保管与使用

1. 一般试剂的保管

无机物按单质(金属和非金属)、氧化物(碱性氧化物、酸性氧化物和两性氧化物)、碱、酸和盐进行分类。

2. 易变质试剂的保管

(1) 易挥发的试剂

特性:易挥发。

实例:浓盐酸、浓氨水、低沸点有机物(如四氯化碳、氯仿、甲醛溶液等)。

保管与使用的注意事项:严密盖紧瓶盖并保存在阴凉通风处,取用后要立即盖紧瓶盖。

(2) 易潮解或易水解的试剂

特性:易吸收环境中的水分(水蒸气)而潮解或水解。

实例:氯化钙、氯化锌、氯化钴、氯化亚锡、氯化亚铁、氯化铁、硝酸铵、硝酸钠、硫化钠、五氧化二磷、三氯化磷、五氯化磷、无水氯化铝等。

保管与使用的注意事项:严密盖紧瓶盖并刷石蜡密封,保存在阴凉干燥处,启封取用后要及时重新盖紧封好。

(3) 见光或环境温度高时易分解变质的试剂

特性:受光照或环境温度高时易分解或变质。

实例:硝酸银、浓双氧水、碘化钾、溴化钾、氯化亚汞、亚硝酸盐、漂白粉、氯水、溴水、在光照下易被氧化的物质(如 H_2S 溶液、亚铁盐、金属的较低价盐类等)、在光照下易被还原的物质(如高锰酸盐、铬酸盐、三氧化铬等)。

保管与使用的注意事项:用棕色、黄棕色、黑色等有色玻璃瓶盛装,若用无色玻璃瓶盛装时瓶外要套黑纸套,并保存于阴凉处,使用时也要注意避光。

有些化学试剂易挥发和吸湿而潮解,有些试剂见光易分解,应按试剂性质妥善保管。

易挥发的试剂如浓盐酸、浓氨水等应严密盖紧,放在阴凉处。

易潮解的试剂如氯化钙、硝酸钠等应严密盖紧,还可加蜡密封。

见光易分解的试剂如浓硝酸、硝酸银等应用棕色瓶盛装,放在阴凉避光处。

3. 危险试剂的保管

凡是能发生燃烧、爆炸、中毒与灼烧等灾害的化学试剂都属于化学危险品,保存要严格