

大学基础 化学实验

DAXUE JICHU HUAXUE SHIYAN

武汉工程大学化工与制药学院编



湖北长江出版集团
湖北科学技术出版社

大学基础 化学实验

DAXUE
JICHU
HUAXUE
SHIYAN

武汉工程大学化工与制药学院编

湖北长江出版集团
湖北科学技术出版社

图书在版编目(CIP)数据

大学基础化学实验/武汉工程大学化工与制药学院编.—武汉:湖北科学技术出版社,2005.10
ISBN 7-5352-3304-X

I. 大… II. 武… 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(2005)第123383号

大学基础化学实验

© 武汉工程大学化工与制药学院编

责任编辑:梁 琼

封面设计:王 梅

出版发行:湖北长江出版集团
湖北科学技术出版社

电话:87679468

地 址:武汉市雄楚大街268号湖北出版文化城

邮编:430070

印 刷:华中理工大学印刷厂
督 印:刘春尧

邮编:430074

787mm×1092mm 16开 21.75印张

558千字

2005年10月第1版

2005年10月第1次印刷

印 数:0001-3000

ISBN 7-5352-3304-X/0·50

定价:38.00元

本书如有印装质量问题可找承印厂更换

前 言

本书是按照“湖北省化学基础课实验教学示范中心”建设的要求,结合工科基础化学实验课教学现状,在武汉工程大学编写的《无机化学实验讲义》、《分析化学实验讲义》、《物理化学实验讲义》、《有机化学实验讲义》和《化工原理实验讲义》基础上,并结合武汉工程大学部分教师的科学研究成果编写而成的。

为加强对学生的宽口径培养,提高学生的综合素质,全面掌握化学基本知识和实验技能,本书在编写顺序上进行了改革尝试。全书分为“基本操作与技术”、“基本操作实验”、“化合物的合成”、“物质的基本性质与分析”、“物质的物性常数测定”、“化工参数的测定”、“常用仪器的使用”等七篇,强调实验操作技能的锻炼、单元操作的训练、科研素质的形成和创新思维和能力的培养。同时也兼顾理论知识的巩固和提高。第一篇和第七篇学生可以通过观看录像片初步掌握化学实验的一些基本技能,也可以通过“湖北省化学基础课实验教学示范中心”网站进行学习和咨询。其他各篇学生通过实际操作提高对化学基本知识和操作技能的理解和掌握。学生可以根据自己的能力,选做基本实验、提高型实验和研究创新性实验。

本书的编写工作由武汉工程大学化工与制药学院全体教师完成。绪言由艾军、黄涛编写;第一篇由黄涛(实验 1.1, 1.6, 1.8~1.12)、黄少云(实验 1.2, 1.3.2, 1.7)、冉国芳(实验 1.3.1, 1.4, 1.5)编写;第二篇由黄涛(实验 2.3~2.6)、黄少云(实验 2.1, 2.2)编写;第三篇由黄少云(3.2~3.8, 3.31~3.33)、黄涛(3.9~3.20, 3.34~3.40, 3.43~3.45, 3.50)、冉国芳(实验 3.41, 3.42)、向建敏(实验 3.49)、陈世清(实验 3.56)、张光绪(实验 3.55)、周红(实验 3.6)、李伟伟(实验 3.4, 3.7, 3.8)、张汉平(实验 3.1)、李庆祥(实验 3.3, 3.5, 4.5)、潘志权(实验 3.51)、尹传奇、柏正武(实验 3.48)、奚强(实验 3.52)、徐旺生(实验 3.53)、杨艺虹(实验 3.46, 3.47)、袁军(实验 3.54)、李世荣等编写;第四篇由黄少云(实验 4.2, 4.3, 4.39)、冉国芳(实验 4.7~4.37)、周红(实验 4.1)、张汉平(实验 4.4)、李庆祥(实验 4.5)、李伟伟(实验 4.6)、胡锦涛(实验 4.7, 4.8, 4.38)、邹菁等编写;第五篇由向建敏(实验 5.1~5.3, 5.5~5.13, 5.15~5.17, 5.26, 7.1~7.6, 附表)、孙雯(实验 5.4, 5.14, 5.18~5.25, 5.28, 7.7~7.11)、袁军(实验 5.27)等编写;第六篇由张光旭(实验 6.1, 6.2, 6.4, 6.12~6.14)、唐正娇(实验 6.3, 6.6, 6.8)、方继德(实验 6.5, 6.7, 6.9)等编写;第七篇和附表由向建敏(实验 7.1~7.6, 附表)、孙雯(实验 7.7~7.11)编写。最后由黄少云、向建敏、尹传奇、冉国芳、方继德校对,潘志权统稿。

限于编者的水平,书中可能会存在错误和不妥之处,敬请使用本书的读者批评指正。

编 者

2005年9月13日

目 录

绪言	(1)
----	-----

第一篇 基本操作与技术

1.1 常用玻璃仪器和设备	(9)
1.1.1 常用玻璃仪器	(9)
1.1.2 常用设备	(10)
1.2 玻璃仪器的洗涤与干燥	(14)
1.2.1 玻璃仪器的洗涤	(14)
1.2.2 仪器的干燥	(14)
1.3 液体的量取与溶液的制备	(14)
1.3.1 移液管(吸管)、移液器和容量瓶的使用	(14)
1.3.2 溶液的制备	(15)
1.4 电子天平的使用	(16)
1.5 滴定操作	(17)
1.5.1 滴定管及其使用	(17)
1.5.2 滴定前的准备	(17)
1.5.3 滴定	(18)
1.6 液体混合物的分离与提纯	(18)
1.6.1 萃取与洗涤	(18)
1.6.2 普通蒸馏	(20)
1.6.3 减压蒸馏	(21)
1.6.4 水蒸气蒸馏	(22)
1.6.5 分馏	(24)
1.7 固-液分离	(25)
1.7.1 倾析法	(25)
1.7.2 过滤法	(25)
1.7.3 离心分离法	(27)
1.8 重结晶与过滤	(27)
1.8.1 实验原理	(27)
1.8.2 实验方法	(27)
1.8.3 注意事项	(28)
1.9 加热、致冷和干燥	(28)
1.9.1 加热方法	(28)
1.9.2 致冷方法	(29)
1.9.3 干燥方法	(30)
1.10 温度计的使用	(31)
1.10.1 水银温度计的使用和校正	(31)

1.10.2	接点温度计的使用	(32)
1.11	回流与搅拌	(32)
1.11.1	回流	(32)
1.11.2	搅拌	(34)
1.12	色谱法	(35)

第二篇 基本操作实验

实验 2.1	硫酸铜的提纯	(39)
实验 2.2	氯化钠的提纯	(40)
实验 2.3	有机物的重结晶	(42)
实验 2.4	熔点的测定	(43)
实验 2.5	简单蒸馏和分馏	(45)
实验 2.6	柱色谱分离实验	(46)

第三篇 化合物的合成

基本实验		(51)
实验 3.1	硫酸亚铁铵的制备及其产品纯度的检验	(51)
实验 3.2	高锰酸钾的制备	(52)
实验 3.3	由钛铁矿制备二氧化钛	(54)
实验 3.4	从硼镁泥制取七水硫酸镁	(55)
实验 3.5	由铬铁矿制备重铬酸钾	(57)
实验 3.6	硫代硫酸钠的制备	(58)
实验 3.7	四氯化锡的制备	(61)
实验 3.8	四碘化锡的制备	(62)
实验 3.9	环己烯的制备	(64)
实验 3.10	叔戊醇脱水反应	(65)
实验 3.11	溴乙烷的制备	(65)
实验 3.12	1-溴丁烷的制备	(66)
实验 3.13	2-叔相基对苯二酚(食用抗氧化剂)的合成	(68)
实验 3.14	烟酸(抗糙皮病药物)的合成	(69)
实验 3.15	苯甲酸的制备	(70)
实验 3.16	环己酮的制备	(71)
实验 3.17	2-甲基-2-丁醇的制备	(72)
实验 3.18	正丁醚的制备	(73)
实验 3.19	β -苯乙醚的制备	(74)
实验 3.20	甲基叔丁基醚的制备	(75)
实验 3.21	苯乙酮的制备	(76)
实验 3.22	乙酸丁酯的制备	(77)
实验 3.23	乙酸乙酯的制备	(79)
实验 3.24	邻苯二甲酸二丁酯的制备	(80)

实验 3.25	苯甲酸甲酯的制备	(81)
实验 3.26	乙酰苯胺的制备	(82)
实验 3.27	己内酰胺的制备	(83)
实验 3.28	肉桂酸的制备	(84)
实验 3.29	苯甲醇与苯甲酸的制备	(85)
实验 3.30	甲基橙的制备	(86)
提高型实验 (88)		
实验 3.31	三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的制备及其配阴离子电荷的测定	(88)
实验 3.32	氯化镍铵的制备、组成分析及其物性测定	(89)
实验 3.33	大环配合物 $[\text{Ni}(\text{14})_4, 11\text{-二烯-N}_4]\text{I}_2$ 的合成和特性	(92)
实验 3.34	乙酸异戊酯的制备与分析	(95)
实验 3.35	丁二酸酐的制备与分析	(96)
实验 3.36	乙酰水杨酸的制备与分析	(97)
实验 3.37	(±)-苯乙醇酸的制备	(99)
实验 3.38	对羟基苯甲酸乙酯的制备	(100)
实验 3.39	肉桂酸乙酯的制备	(101)
实验 3.40	水杨酸甲酯的制备	(101)
实验 3.41	纳米 ZnO 的合成、表征及其对罗丹明 B 的光降解反应	(101)
实验 3.42	纳米 ZrO_2 的合成、表征及其对金属离子的吸附行为	(102)
研究创新性实验 (103)		
实验 3.43	微波辐射合成邻苯二甲酰亚胺	(103)
实验 3.44	微波辐射合成乙酰水杨酸	(103)
实验 3.45	超声合成苯氧乙酸	(105)
实验 3.46	抗精神病药物丙戊酸钠的合成	(106)
实验 3.47	解热镇痛药苯乐来的合成	(108)
实验 3.48	硅胶表面的氨基化反应	(110)
实验 3.49	复分解法生产硝酸钾的工艺	(111)
实验 3.50	苯并三唑衍生物的合成	(112)
实验 3.51	四氮大环双核铜配合物的合成	(113)
实验 3.52	反相微乳液制备纳米氯化银粒子	(115)
实验 3.53	纳米碳酸钙的合成	(116)
实验 3.54	乳胶漆成膜助剂丙二醇苯醚的合成	(117)
实验 3.55	反应精馏制备 ϵ -己内酯	(119)
实验 3.56	超声振荡法制备甲壳素及壳聚糖	(119)

第四篇 物质的基本性质与分析

基本实验	(123)
实验 4.1 卤素	(123)

实验 4.2	氧、硫、氮、磷	(126)
实验 4.3	锡、铅、铋、铊	(129)
实验 4.4	d 区元素化合物的性质(一)	(131)
实验 4.5	d 区元素化合物的性质(二)	(134)
实验 4.6	ds 区元素化合物的性质	(137)
实验 4.7	阴离子的分析与鉴定	(140)
实验 4.8	常见阳离子的分离和鉴定	(143)
实验 4.9	酸碱标准溶液的配制与浓度的测定	(148)
实验 4.10	盐酸标准溶液的标定与碱灰中总酸度的测定	(149)
实验 4.11	EDTA 标准溶液的配制与标定	(150)
实验 4.12	自来水总硬度的测定	(153)
实验 4.13	铅、铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 含量的连续测定	(154)
实验 4.14	过氧化氢含量的测定(高锰酸钾法)	(155)
实验 4.15	硫酸铜的提纯及铜含量的测定(碘量法)	(157)
实验 4.16	葡萄糖含量的测定	(159)
实验 4.17	铁红试样中铁含量的测定	(160)
实验 4.18	$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡含量的测定	(161)
实验 4.19	钢铁中镍含量的测定	(163)
实验 4.20	Ni^{2+} 、 Co^{2+} 、 Fe^{3+} 、 Zn^{2+} 离子交换层析分离和测定	(165)
实验 4.21	Determination of the total acidity of Vinegar by acid—base titration	(166)
实验 4.22	气相色谱仿真实验——影响氢焰检测器灵敏度的几个主要因素	(168)
实验 4.23	气相色谱柱的制备	(169)
实验 4.24	内标法分析低度大曲酒中的杂质	(170)
实验 4.25	苯系物的气相色谱分析	(172)
实验 4.26	醇系物的气相色谱分析	(173)
实验 4.27	萘、联苯、菲的高效液相色谱分析	(174)
实验 4.28	醛和酮的红外光谱	(175)
实验 4.29	苯甲酸及塑料薄膜的红外光谱的测绘	(176)
实验 4.30	分光光度法测定水中的总铁	(178)
实验 4.31	PAR 光度法测定痕量钒	(181)
实验 4.32	阿司匹林的含量测定	(182)
实验 4.33	分光光度法同时测定维生素 C 和维生素 E	(184)
实验 4.34	氟离子选择电极测定氟	(185)
实验 4.35	电位滴定法测定弱酸的离解常数	(187)
实验 4.36	阳极溶出伏安测定镉	(189)
实验 4.37	原子吸收测定的干扰及其消除	(190)
提高型实验		(192)
实验 4.38	未知离子的分离与鉴定	(192)

实验 4.39 废锌锰干电池的综合利用研究	(193)
-----------------------------	-------

第五篇 物质的物性常数测定

基本实验	(197)
实验 5.1 恒温槽的调节、性质及液体粘度的测定	(197)
实验 5.2 易挥发物质摩尔质量的测定	(200)
实验 5.3 溶解热的测定	(201)
实验 5.4 燃烧热的测定	(204)
实验 5.5 液体饱和蒸气压的测定	(207)
实验 5.6 凝固点降低法测定溶质的摩尔质量	(210)
实验 5.7 差热分析	(213)
实验 5.8 二组分气液平衡相图的测定	(215)
实验 5.9 二组分金属相图的测定	(218)
实验 5.10 偏摩尔体积的测定	(221)
实验 5.11 氨基甲酸铵的分解平衡	(223)
实验 5.12 电导率的测定及其应用	(225)
实验 5.13 可逆电池电动势的测定	(228)
实验 5.14 极化曲线的测定	(230)
实验 5.15 蔗糖水解速率常数的测定	(235)
实验 5.16 过氧化氢的催化分解	(237)
实验 5.17 乙酸乙酯皂化反应动力学参数的测定	(240)
实验 5.18 甲酸氧化动力学参数的测定	(242)
实验 5.19 脉冲式微型催化反应器评价催化活性	(245)
实验 5.20 溶液表面张力的测定	(248)
实验 5.21 溶胶的制备及 ζ 电势的测定	(252)
实验 5.22 沉降分析	(255)
实验 5.23 接触角的测定	(259)
实验 5.24 粉末润湿性能的测定	(260)
实验 5.25 固体比表面的测定	(262)
提高型实验	(267)
实验 5.26 洗手液的制备及性能测试	(267)
研究创新性实验	(269)
实验 5.27 粉体表面改性及其润湿性能的研究	(269)
实验 5.28 金属腐蚀行为的电化学研究	(270)

第六篇 化工参数的测定

基本实验	(279)
实验 6.1 雷诺实验	(279)

实验 6.2 柏努利方程演示实验	(280)
实验 6.3 干燥实验	(281)
实验 6.4 旋风分离器实验	(284)
实验 6.5 流体流动阻力系数的测定	(285)
实验 6.6 过滤实验	(287)
实验 6.7 传热系数的测定	(290)
实验 6.8 吸收系数的测定	(292)
实验 6.9 精馏塔板效率的测定	(296)
实验 6.10 填料塔流体流动性实验	(300)
实验 6.11 流态化干燥实验	(301)
实验 6.12 超滤膜分离实验	(303)

第七篇 常用仪器的使用

7.1 大气压力计	(307)
7.2 温度控制系统	(310)
7.3 饱和蒸气压减压装置	(312)
7.4 阿贝折光仪	(313)
7.5 精密数字压力计	(316)
7.6 数字式贝克曼温度计	(317)
7.7 DDS-11A 型电导率仪	(318)
7.8 补偿法原理及 UJ-25 型高电势直流电位差计	(320)
7.9 旋光仪的构造原理及使用方法	(323)
7.10 自动平衡记录仪	(325)
7.11 721 型分光光度计	(327)
7.12 旋转粘度计	(329)

附 表

附表 1 国际相对原子质量表	(332)
附表 2 水在不同温度下的密度	(333)
附表 3 水的饱和蒸气压	(334)
附表 4 水的表面张力	(335)
附表 5 水在不同温度下的粘度	(335)
附表 6 乙醇在不同温度下的粘度	(335)
附表 7 甘油水溶液的粘度	(335)
附表 8 几种溶液的饱和蒸气压	(336)
附表 9 醋酸的标准电离平衡常数	(336)
附表 10 不同温度下氯化钾的溶解热	(336)
附表 11 水的折射率	(337)
附表 12 氯化钾水溶液的电导率	(337)
附表 13 25℃无限稀释离子的摩尔电导率及温度系数	(338)

绪 言

一、大学化学实验的目的、任务和要求

化学是一门实验科学，化学中的定律和学说都源于实验，同时又为实验所检验。因此，化学实验在培养未来化学工作者的大学教育中，占有特别重要的地位。大学化学实验是化工、制药、材料等专业学生必修的技术基础课，它既是独立的课程，又与相应的理论课——无机化学、分析化学、有机化学、物理化学以及化工原理密切相关，是理论知识的巩固和实践。

通过实验，学生可以直接获得大量的化学事实，经思维、归纳、总结，从感性认识上升到理性认识，进一步理解无机化学、分析化学、有机化学、物理化学以及化工原理的基本理论、基本知识，并运用它们指导实验。学生经过严格的训练，能规范地掌握基本操作、基本技术；通过基本性实验了解无机化合物、有机化合物的基本制备方法以及基本物理量和参数的测定方法，学会观察和记录实验现象和数据，正确分析和处理实验结果；通过提高型实验，使学生从事综合性实验以及独立设计和完成实验的能力得到全面提高；通过研究型实验，充分发挥学生的创新精神和从事科学研究的能力。

二、大学化学实验的一般知识

化学实验中使用水、电、气和易燃易爆、有毒或腐蚀性的药品，存在着不安全因素，如果使用不当会给国家财产和个人造成危害。凡在实验室操作的人员必须重视安全问题，遵守以下操作规程，严格遵守实验室安全守则，以避免事故的发生。

- (1) 遵守实验室各项制度，尊重教师的指导及实验室工作人员的职权和劳动。
- (2) 经常保持实验室的整洁和安静，注意桌面和仪器的整洁，爱护仪器，节约试剂、水和电等。
- (3) 保持水槽干净，切勿把固体物品投入水槽中。废纸和废屑应投入废纸箱内，废酸和废碱小心倒入废液缸内，切勿倒入水槽，以免腐蚀下水管。
- (4) 酒精灯要用火柴点燃，添加酒精时要先熄灭火焰，待稍冷后再加，熄灭酒精灯应用灯帽罩住。加热、浓缩液体时试管要朝向无人处以免液体冲出容器。
- (5) 产生有刺激性气味和有毒气体的实验要在通风橱中进行，嗅气体的气味时只能用手轻轻地煽动空气，使少量气体进入鼻孔。
- (6) 避免浓酸、浓碱等腐蚀性试剂溅在皮肤、衣服或鞋袜上。用 HNO_3 、 HCl 、 HClO_4 、 H_2SO_4 等试剂时，操作应在通风橱中进行。通常应把浓酸加入水中，而不要把水加入浓酸中。
- (7) 汞盐、氰化物、 As_2O_3 、钡盐、重铬酸盐等试剂有毒，使用时要特别小心。氰化物与酸作用放出剧毒的 HCN ！严禁在酸性介质中加入氰化物。
- (8) 使用 CCl_4 、乙醚、苯、丙酮、三氯甲烷等有毒或易燃的有机溶剂时要远离火源和热源，用过的试剂倒入回收瓶中，不要倒入水槽中。
- (9) 试剂切勿入口。实验器皿切勿用作食具。离开实验室时要仔细洗手，如曾使用过毒物，还应漱口。

(10)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,应把这些阀、闸关闭。

三、化学试剂的一般常识

1. 常用试剂的规格

化学试剂的规格是以其中所含杂质多少来划分的,一般可分为四个等级,其规格和适用范围见表 0.1。此外,还有光谱纯试剂、基准试剂、色谱纯试剂等。

表 0.1 试剂规格和适用范围

等级	名称	英文名称	符号	适用范围	标签标志
一级品	优级纯 (保证试剂)	Guaranteed reagent	G. R.	纯度很高,适用于精密分析工作和科学研究工作	绿色
二级品	分析纯 (分析试剂)	Analytical reagent	A. R.	纯度仅次于一级品,适用于多数分析和科学研究工作	红色
三级品	化学纯	Chemically pure	C. P.	纯度较二级差些,适用于一般分析工作	蓝色
四级品	实验试剂 医用	aboratorial reagent	L. R.	纯度较低,适用作实验辅助试剂	棕色或 其他色
	生物试剂	Biological reagent	B. R. or C. R.		黄色或 其他色

光谱纯试剂(符号 S. P.)的杂质含量用光谱分析法已测不出或者杂质的含量低于某一限度,这种试剂主要用来作为光谱分析中的标准物质。

基准试剂的纯度相当于或高于保证试剂。基准试剂用作为滴定分析中的基准物是非常方便的,也可用于直接配制标准溶液。

在分析工作中,选择试剂的纯度除了要与所用方法相当外,其他如实验用的水、操作器皿也要与之相适应。若试剂都选用 G. R. 则不宜使用普通的蒸馏水或去离子水,而应使用经两次蒸馏制得的重蒸馏水。所用器皿的质地也要求较高,使用过程中不应有物质溶解到溶液中,以免影响测定的准确度。

选用试剂时,要注意节约原则,不要盲目追求纯度高,应根据工作具体要求取用。优级纯和分析纯试剂,虽然是市售试剂中的纯晶,但有时由于包装不慎而混入杂质,或运输过程中可能发生变化,或贮藏日久而变质,所以还应具体情况具体分析。对所用试剂的规格有所怀疑时应该进行鉴定。在有些特殊情况下,市售的试剂纯度不能满足要求时,分析者就应自己动手精制。

2. 取用试剂应注意事项

(1)取用试剂时应注意保持清洁。瓶塞不许任意放置,取用后应立即盖好密封,以防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,决不能用未经洗净的同一吸管插入不同的试剂瓶中取用。

(4)所有盛装试剂的瓶上都应贴有明显的标签,写明试剂的名称、规格。绝对不能在试剂

瓶中装入不是标签所写的试剂,因为这样往往会造成差错。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。

(5)在分析工作中,试剂的浓度及用量应按要求适当使用,过浓或过多,不仅造成浪费,而且还可能产生副反应,甚至得不到正确的结果。

3. 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、含氟盐(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(H_2O_2)、硝酸银、焦性没食子酸、高锰酸钾、草酸、铋酸钠等,与空气接触易逐步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(应该蜡封)。

(4)相互易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。

(5)剧毒试剂如氰化钾、氰化钠、氢氟酸、二氯化汞、三氧化二砷(砒霜)等,应特别妥善保管,经一定手续取用,以免发生事故。

4. 分析实验用纯水

纯水是分析化学实验中最常用的纯净溶剂和洗涤剂。根据分析的任务和要求的不同,对水的纯度要求也有所不同。一般的分析工作,采用蒸馏水或去离子水即可;超纯物质的分析,则需纯度较高的“超纯水”。在一般的分析实验中,离子选择电极法、络合滴定法和银量法用水的纯度又较高些。

纯水常用以下三种方法制备:

(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。同是蒸馏而得的纯水,由于蒸馏器的材料不同,所带的杂质也不同。目前使用的蒸馏器有玻璃、铜和石英等材料制成的。

(2)离子交换法:这是应用离子交换树脂来分离出水中的杂质离子的方法。因此用此法制得的水通常称为“去离子水”。此法的优点是容易制得大量的水(因而成本低),而且纯度高,缺点是设备较复杂。

(3)电渗析法:这是在离子交换技术基础上发展起来的一种方法。它是在外电场的作用下,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自水中分离出来的方法。

纯水并不是绝对不含杂质,只不过是其杂质的含量极微小而已。随制备方法和所用仪器的材料不同,其杂质的种类和含量也有所不同。用玻璃蒸馏器蒸馏所得的水含有较多的(相对而言) Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等离子;用铜蒸馏器制得的则含有较多的 Cu^{2+} 离子等;用离子交换法或电渗析法制备的水则含有微生物和某些有机物等。

纯水的质量可以通过检验来了解。检验的项目很多,现仅结合一般分析实验室的要求简

略介绍主要的检查项目如下:

(1)电阻率:25℃时电阻率为 $(1.0-10) \times 10^6$ 欧姆·厘米的水为纯水, $>10 \times 10^6$ 欧姆·厘米的水为超纯水。

(2)酸碱度:要求 pH 值为 6—7。取 2 支试管,各加被检查的水 10 毫升,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。

(3)钙镁离子:取 10 毫升被检查的水,加氨水—氯化铵缓冲溶液(pH ≈ 10),调节溶液 pH 值至 10 左右,加入铬黑 T 指示剂 1 滴,不得显红色。

(4)氯离子:取 10 毫升被检查的水,用 HNO_3 酸化,加 1% AgNO_3 溶液 2 滴,摇匀后不得有浑浊现象。

分析用的纯水必须严格保持纯净,防止污染,使用时注意以下几点:

(1)装纯水的容器本身(主要是容器内壁,其次是外部)要清洁。

(2)纯水瓶口要随时盖上盖子(无论瓶内是否有水),空气导入管口最好加盖指形管或纸套。

(3)插入瓶内的玻管,长度要合适,要保持清洁,取水一定要专用水管。

(4)要保持洗瓶的洁净。

(5)纯水瓶旁不要放置易挥发的试剂如浓盐酸、氨水等。

四、实验预习与实验报告

1. 实验预习

实验前必须做好充分的准备工作,必须仔细阅读实验教材及有关参考资料,明确实验目的要求,看懂实验原理和方法,了解实验中所使用的仪器以及具体操作步骤,查阅手册或其他参考书,看懂这次实验要做什么,怎样做,为什么这样做,不这样做行不行,还有什么方法等。在此基础之上,写出预习报告(内容包括扼要实验原理和实验方法,实验操作步骤要点,注意事项,数据记录表格,以及预习中出现的疑难点等)。预习报告经指导教师检查合格后才能进行实验。

每个学生都必须准备一个实验记录本,并编上页码,不能用活页本或零星纸张代替,供写预习报告和记录实验数据之用。不准撕下记录的任何一页。如果写错了,可以用笔勾掉,但不得涂抹或用橡皮擦掉。文字要简练明确,书写整齐,字迹清楚。写好实验记录本是从事科学实验的一项重要训练。在实验记录本上做预习笔记、实验记录和总结讨论。实验完成后将实验记录本与产物一同交给教师评阅。

2. 实验报告的基本要求

实验报告是总结实验进行的情况、分析实验中出现的問題、整理归纳实验结果的必不可少的环节,也是把直接的感性认识提高到理性思维阶段的有效措施。因此,必须认真地写好实验报告。

实验报告可参照以下几个部分撰写:①目的要求;②实验原理;③试剂及仪器;④物理常数;⑤仪器装置;⑥实验步骤;⑦实验记录;⑧数据处理;⑨结果与讨论。

其中第①至⑥部分是实验前预习完成的工作,第⑦部分是实验时进行的,第⑧、⑨部分是在实验后完成的。现将实验报告各部分的具体内容和作用分别介绍如下。

(1)目的要求。只有明确实验的目的和具体要求,才能更好地理解实验操作及其依据,做

到胸中有数,有的放矢,达到预期的实验效果。

(2)实验原理。合成实验通常以反应方程式表示主反应和副反应,必要时写出反应机理。这样可以帮助我们判断反应进行情况,选择合适的反应条件和仪器装置,掌握操作中的关键环节。分析及物性常数测定等实验可扼要介绍所用实验技术的基本原理。

(3)试剂及仪器。写明试剂名称、规格及用量等,以及所用仪器的名称和型号规格。

(4)物理常数。以表格形式从理化常数手册中查出原料、中间产物、产物和副产物的物理常数,通过这些数据可以确定仪器装置,控制反应条件,选择分离和提纯产品的方法,鉴定物质的纯度和计算产率。

(5)仪器装置。根据反应原理、物理常数和原料用量等选择合适的仪器,设计出正确的实验装置,并认真绘制主要实验装置图。这是正确使用仪器和科学地进行实验操作的重要环节。

(6)实验步骤。根据文献或讲义上的实验操作扼要地写出实验步骤。这是进行实验时的操作规程,掌握好反应的关键和应注意的问题,防止操作步骤的遗漏、颠倒等错误的出现。步骤中的文字有的用符号简化,例如加热 Δ 、沉淀 \downarrow 、气体逸出 \uparrow 等。

(7)实验记录。在实验过程中,实验者必须养成一边进行实验一边直接在记录本上作记录的习惯,不许事后凭记忆补写,或以零星纸条暂记再转抄。记录的内容包括实验的全部过程。及时、准确和工整地记下原料的用量和规格;实验中自己所控制的条件(如温度、压力、催化剂、时间等);出现的各种现象(如颜色的变化、温度的升降、气体的产生和消除、沉淀的出现和溶解等)以及产物和副产物的质量(如色泽、状态、结晶形状等);并对实验中发生的现象进行解释。

如实、及时地作好实验记录是十分重要的,因为它既可训练学生们真实、正确地反映客观实际的能力和培养分析、综合问题的能力,又便于检查实验成功和失败的原因,培养实事求是的科学态度和严谨的学风。

第一篇

基本操作与技术