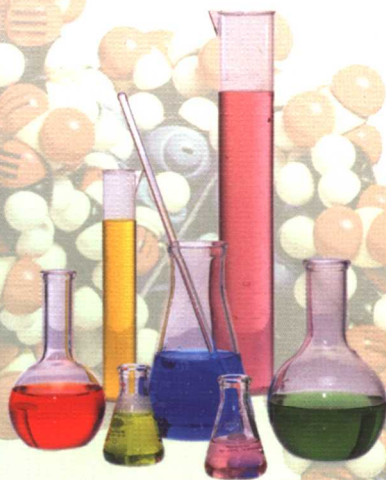


DAXUE HUAXUE
SHIYAN JIAOCHENG

大学化学实验 教程 (上)

◎ 董存智 王广健 主编

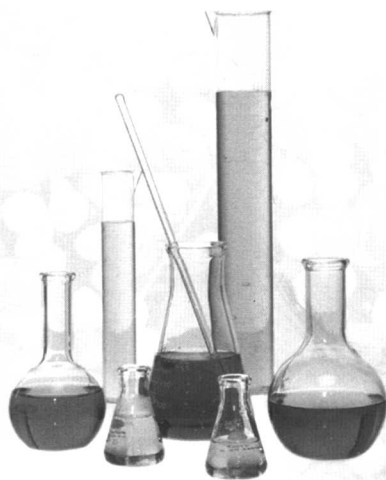
安徽大学出版社



DAXUE HUAXUE
SHIYAN JIAOCHENG

大学化学实验 教程 (上)

◎ 董存智 王广健 主编



安徽大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

大学化学实验教程(上)/董存智,王广健主编. —合肥:安徽大学出版社,2005.9

ISBN 7-81110-052-5

I. 大... II. ①董... ②王... 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 092052 号

大学化学实验教程(上)

董存智 王广健 主编

出版发行 安徽大学出版社
(合肥市肥西路3号 邮编 230039)

联系电话 编辑室 0551-5108348
发行部 0551-5107716

电子信箱 ahdxcchs@mail.hf.ah.cn

责任编辑 谈 菁 赵凤云

封面设计 孟献辉

印刷 中国科技大学印刷厂
照排 合肥述而文化传播有限公司
开本 787×1092 1/16
印张 17.25
字数 360 千
版次 2005 年 9 月第 1 版
印次 2005 年 9 月第 1 次印刷

ISBN 7-81110-052-5/O·53

全二册定价 50.00 元

如有影响阅读的印装质量问题,请与出版社发行部联系调换

《大学化学实验教程》编委会

主 编	董存智	王广健	
副主编	刘结平	孙登明	陈兰化
编 委	(以姓氏笔画为序)		
	王广健	王永秋	刘结平
	孙登明	陈兰化	张振新
	何晓玲	张玉洲	董存智
	訾言勤		

前 言

本教程根据教育部化学教学指导委员会关于化学实验教学基本要求,结合化学实验教学的实际情况,在原实验讲义的基础上,参考有关实验方面的最新成果,经过修改、补充、整理完成。

化学实验教学在高等学校化学专业及相关专业的化学教学中占有相当大的比重,在学生创新精神和实践能力的培养方面具有不可替代的作用。长期以来,化学实验按照课程设课,实验课附属于理论课,造成各门实验课程内容划分过细,各门实验课程过分强调各自的系统性和完整性等弊端,存在验证性实验偏多、试剂消耗量偏多、实验内容重复较多、综合设计型实验偏少等问题,针对此现状,在本教程中,我们加强了对以下几个方面的关注:

1. 内容全面,自成体系,教程可以作为独立开设化学实验课程的教材。

2. 减少验证性实验项目,增加综合设计性实验项目。

3. 降低试剂消耗量。由于试剂价格上涨、试剂消耗量大使得化学实验教学的经济负担沉重;按本教程的方法,在保证实验质量的前提下,大幅度减少常量实验的试剂用量,采用微量、半微量仪器以及压缩有机合成实验的试剂用量。

4. 引入绿色化学思想,在实验项目的选择、实验试剂的选用方面,注意实验本身的环境因素,尽量避免使用有毒、有害的化学试剂,尽量使化学试剂循环使用、重复使用,在有机合成项目的编排上注意产物的充分利用,尽量选择多步合成,使合成系列化。

5. 在实验项目的编排上注意循序渐进,按照基本操作、基础实验、测量实验及综合设计实验的层次进行编排。

本教程由董存智、王广健任主编,刘结平、孙登明、陈兰化任副主编,王永秋、张振新、何晓玲、张玉洲、訾言勤为编委。

由于时间和我们的水平所限,书中难免有错误和疏漏之处,敬请各位读者批评指正。

编者

2005 年 8 月

目 次

第一章 化学实验基础知识	1
第一节 化学实验课程简介	1
第二节 实验室学生守则	4
第三节 实验室安全知识	4
第四节 化学实验基础知识	6
第五节 化学实验常用操作	21
第六节 误差分析和实验数据处理	50
第二章 化学基本操作	58
实验 1 灯的使用、玻璃加工和塞子钻孔	58
实验 2 溶液的配制	62
实验 3 缓冲溶液的配制	66
实验 4 熔点的测定及温度计校正	68
实验 5 重结晶及热过滤	72
实验 6 蒸馏及沸点的测定	77
实验 7 水蒸气蒸馏	80
实验 8 减压蒸馏	84
实验 9 简单分馏	88
实验 10 萃取	91
实验 11 色谱法——薄层色谱和柱色谱	94
实验 12 分析天平的使用	102
实验 13 分析天平的质量鉴定	104
实验 14 滴定分析基本操作练习	106
实验 15 液-液萃取分离——铁(Ⅲ)铝(Ⅲ)离子的分离	108
实验 16 转化法制备硝酸钾——溶解、蒸发、结晶和固液分离	110
实验 17 物质的分离和提纯——由海盐制试剂级氯化钠	112
第三章 化学基础实验	116
第一节 化学原理实验	116

实验 18	沉淀溶解平衡化学原理实验	116
实验 19	氧化还原反应	119
实验 20	醋酸电离度和电离常数的测定	122
实验 21	$I_3^- \rightleftharpoons I^- + I_2$ 体系平衡常数的测定	124
第二节	化学性质实验	126
实验 22	p 区非金属元素(一)(卤素、氧、硫)化学性质实验	126
实验 23	p 区非金属元素(二)(氮族、硅、硼)	129
实验 24	碱金属和碱土金属	131
实验 25	铜、银、锌、镉、汞	135
实验 26	第一过渡系元素(一)(钛、钒、铬、锰)	138
实验 27	铁、钴、镍	141
实验 28	离子的鉴定和未知物的鉴定	143
实验 29	常见阴离子的分离与鉴定	144
实验 30	常见阳离子的分离和鉴定	148
第三节	基础合成实验	158
实验 31	硫酸亚铁铵的制备	158
实验 32	碱式碳酸铜的制备	160
实验 33	硫代硫酸钠的制备	161
实验 34	明矾 $[KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ 的制备	163
实验 35	由铬铁矿制取重铬酸钾	164
实验 36	氨碱法制取碳酸钠	166
实验 37	硫酸铜的制备	168
实验 38	一种钴(Ⅲ)配合物的制备	170
实验 39	从海带中提取碘	172
实验 40	高锰酸钾的制备——固体碱熔氧化法	173
实验 41	环己烯的制备	174
实验 42	溴乙烷的制备	176
实验 43	1-溴丁烷的制备	178
实验 44	2-甲基-2-己醇的制备	180
实验 45	三苯甲醇的制备	182
实验 46	乙苯的制备	183
实验 47	苯乙酮的制备	185
实验 48	乙醚的制备	186
实验 49	正丁醚的制备	189
实验 50	苯甲酸和苯甲醇的制备	190
实验 51	乙酸乙酯的制备	191
实验 52	苯甲酸乙酯的制备	193
实验 53	乙酰乙酸乙酯的制备	194
实验 54	甲基橙的制备	196
实验 55	肉桂酸的制备	197



实验 56	8-羟基喹啉	199
实验 57	磺胺药物的制备(多步合成)	200
实验 58	局部麻醉剂的制备(多步合成)	204
实验 59	从烟叶中提取烟碱	207
实验 60	从茶叶中提取咖啡因	209
第四节	基础分析实验	211
实验 61	硫酸铵中含氮量的测定(甲醛法)	211
实验 62	工业碱的测定	213
实验 63	自来水总硬度的测定	215
实验 64	铅铋混合液中 Pb、Bi 含量的连续测定	217
实验 65	铝合金中铝含量的测定	219
实验 66	过氧化氢含量的测定	220
实验 67	化学需氧量的测定——高锰酸钾法	222
实验 68	铁矿石中全铁含量的测定——有汞法	225
实验 69	铁矿石中全铁含量的测定——无汞法	227
实验 70	碘量法测定维生素 C	228
实验 71	葡萄糖含量的测定——间接碘量法	230
实验 72	溴酸钾法测定苯酚	233
实验 73	可溶性氯化物中氯含量的测定	234
实验 74	酱油中氯化钠含量的测定	236
实验 75	氯化物中氯含量的测定	237
实验 76	$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中钡含量的测定	238
实验 77	$\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中结晶水的测定	240
实验 78	合金钢中镍含量的测定	240
实验 79	阳离子交换树脂交换容量的测定	242
实验 80	邻二氮菲分光光度法测定微量铁	244
实验 81	微量氨基酸的测定	246
实验 82	紫外吸收光谱法测定蒽醌的摩尔吸光系数及粗品中蒽醌的含量	248
附录一	不同温度下水的饱和蒸气压	250
附录二	常用酸、碱的浓度	251
附录三	弱电解质的电离常数(约 $0.1 \sim 0.01 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 水溶液)	252
附录四	溶度积常数	254
附录五	常见配离子的稳定常数	256
附录六	某些试剂溶液的配制	257
附录七	标准电极电势及其温度系数(25°C)	259
附录八	饱和标准电池在 $0 \sim 40^\circ\text{C}$ 内的温度校正值*	260
附录九	压力单位换算表	260
附录十	能量单位换算表	261
附录十一	不同温度下饱和甘汞电极(SCE)的电极电势	261



附录十二	甘汞电极的电极电势与温度的关系	261
附录十三	KCl 溶液的电导率*	262
附录十四	不同温度下水的表面张力 σ	262
附录十五	乙醇水溶液的表面张力 σ	263
附录十六	不同温度下水和乙醇的折光率*	263
附录十七	一些有机化合物的折光率及温度系数	264
附录十八	一些液体的介电常数	264
附录十九	一些物理化学常数	265
附录二十	大气压力计读数的温度校正值*	266



第一章 化学实验基础知识

第一节 化学实验课程简介

化学是一门实践性很强的学科,化学实验是进行化学研究的最基本手段,它是通过实验活动,对具体的化学问题进行实际的操作、观察、测试、分析和评价,寻找其化学的本质,给出其化学变化规律和信息的科学。化学实验对于化学理论的建立、验证和发展起着不可替代的推动作用,是理论发展的基础和源泉。同时,在化学理论向化学应用的转化中,实验研究又是其必经之路。丰富、扎实的化学实验技能是化学领域发现、发明、创造的基础,因此,在化学专业人才的培养过程中,化学实验教学具有特别重要的地位。化学实验做为一门独立课程开设,对学生的专业素质、创新能力和实践能力的培养,起着无法替代的作用。学生在学好化学基本理论的同时,应通过实验来加深对化学基本理论的理解,掌握化学的基本操作技能和初步进行科学实验的能力,养成严格、认真和实事求是的科学态度,提高观察、分析和解决问题的能力。

一、化学实验课程的教学目的和要求

化学实验课程的教学目的是通过实验,学习和掌握化学专业的基本实验技能。基本实验技能包括如何研究物质的变化规律,如何分离、分析与鉴别物质,如何合成、制备物质等。通过化学实验课程的教学使学生达到:

第一,获得物质变化的第一手感性认识,熟悉元素及其化合物的重要性质,掌握重要化合物的一般制备、分离、鉴定的方法,加深对化学基础理论、基本知识的理解和掌握。

第二,掌握化学实验的技术,规范基本操作,具有独立工作能力和独立思考能力。如独立准备和进行实验的能力,细致地观察和记录实验现象,归纳、综合、正确处理数据的能力。

第三,具有实事求是的科学态度,一丝不苟的工作精神,严谨的学风,科学的思维方法,良好的实验室工作习惯。

二、化学实验课程的学习方法

要实现化学实验课程的教学目的和要求,除了要有端正的学习态度外,还要有正确的学习方法。在学习过程中,注意按照以下三个步骤进行学习:

1. 实验前预习。

(1)预习:在做实验之前,应认真阅读与本次实验有关的教材,认真预习本次实验的原理、内容和步骤、所用试剂的用途、仪器的用途和规范操作方法、操作步骤、注意事项,做到心中有数。

(2)写出实验预习报告:实验预习报告应该在阅读教材、理解实验原理的基础上写出,应该是实验内容的提炼而不是简单的“抄写”。通过实验预习报告的撰写应达到明确实验目



的,了解实验原理,熟悉实验内容,掌握注意事项等要求。实验预习报告应包括实验目的、主要仪器、试剂、实验步骤和实验现象数据记录表。实验预习报告的具体要求参见“实验预习报告和实验报告要求”部分。

2. 实验过程。独立进行实验是实验课的主要教学环节,是正确掌握实验技术,实现实验目标的关键所在。要保证实验效果,达到实验目的,在实验过程中应做到:

(1)自觉遵守实验室的有关规章制度、公约和仪器操作规程。

(2)严格遵守实验操作规程。使用精密仪器前应认真阅读使用说明书,熟悉仪器的操作和注意事项,按照要求进行操作。严禁违规操作。因违规操作而造成的损失,要按照有关规定进行赔偿。

(3)实验时,应认真操作,细心观察实验现象,把实验数据和现象及时、如实地记录下来。

(4)如果发现异常实验现象,应先尊重实验事实,并认真分析和检查其原因,也可通过对照实验、空白实验或自行设计实验来核对,必要时应多次实验验证,从中得出有益的结论。

3. 撰写实验报告。完成实验报告是对所学知识进行归纳和提高的过程,也是培养严谨的科学态度,实事求是精神的重要措施,应认真对待。实验报告应包括实验目的、原理、内容、装置图、现象、数据处理、结果、讨论等(具体要求参见“实验预习报告和实验报告要求”部分),实验报告的书写应字迹端正、简明扼要、整齐清洁,实验报告要独立完成,严禁抄袭,严禁编造数据。

讨论是一种很好的学习方法,它对明理、探索、求真十分有利,因而在实验中经常采用,这包括在实验前的提问、对实验现象的解释及实验结果的分析处理等。在实验报告中应以书面形式对实验现象、实验误差、实验中出现的問題、思考题等进行讨论,提出自己的见解和观点以及对实验的改进意见。

三、实验预习报告和实验报告要求

1. 实验预习报告的撰写要求。在实验前,应通过对实验教材和相关资料的仔细阅读学习,明确实验项目名称,实验目的与要求,实验方法和原理,基本实验仪器的使用、操作方法,实验所需的试剂及实验操作步骤等,在充分预习的基础上撰写实验预习报告。实验预习报告应包括:

(1)实验项目名称。

实验目的和要求:直接写在实验报告上。

实验原理:直接写在实验报告上。

(2)主要实验仪器与试剂。

(3)实验操作步骤。

(4)实验现象、实验数据记录表:根据实验过程和实验的要求,设计并绘制实验现象、实验数据记录表。

注:实验现象、实验数据记录要求:

在实验过程中,应将仔细观察、测量得到的实验现象和实验原始数据填入预先绘制的表格中,记录数据时,应有严谨的科学态度和实事求是的精神,决不能拼凑和随意修改数据。若发现数据读错、算错而需要改动时,可将该数据用一横线划去,并在其上方添上正确的数据(不要涂改)。记录实验数据时,保留几位有效数字应和所用仪器的准确程度相适应。



2. 实验报告的内容。

(1) 实验项目名称。

(2) 实验目的要求。

(3) 实验原理(简要地用文字和反应式表示)。

(4) 主要实验仪器、试剂(根据实验中实际使用情况撰写)。

(5) 实验装置图。

(6) 实验操作步骤(根据实验中实际操作情况撰写,简明扼要,可用流程图表示)。

(7) 实验现象与数据的分析及处理(可用表格、图形将数据表示出来,并根据数据按一定公式计算结果,分析结果的精密度、误差)。

(8) 实验结果及讨论(根据实验现象、实验数据处理结果,结合实验方法进行分析、讨论,对思考题进行解答,若实验失败,应寻找失败原因,总结经验教训,以提高自己分析问题和解决问题的能力)。

3. 实验报告的一般格式。

(1) 化学定性实验报告一般格式。

① 实验目的。

② 实验内容。

③ 实验现象。

④ 解释和反应式。

⑤ 讨论。

⑥ 小结。

(2) 化学制备、合成实验报告一般格式。

① 实验目的和要求。

② 实验原理。

③ 实验流程。

④ 主要仪器及药品。

⑤ 实验装置图及主要现象。

⑥ 实验结果。

产品外观:

产量:

产率计算:

⑦ 实验结果讨论。

(3) 化学测量实验报告一般格式。

① 实验目的和要求。

② 实验原理。

③ 主要仪器及试剂。

④ 实验装置图。

⑤ 实验步骤。

⑥ 实验数据处理。

⑦ 实验结果讨论。



第二节 实验室学生守则

一、实验预习

在上实验课前,必须预习实验指导书。了解实验的目的、原理、步骤和注意事项。

二、实验课前

1. 穿着实验工作服进入实验室。禁止穿拖鞋、背心进入实验室,树立良好的风气,维持实验室秩序。

2. 实验前必须认真清点所用仪器,如发现有破损或缺少,应立即报告指导教师。

三、实验课中

1. 实验时要集中精力,认真操作,仔细观察,积极思考,详细如实地做好原始数据的记录。

2. 保持实验室安静、清洁和整齐。毛刷、抹布应放在适当的位置,废纸、火柴梗、废品、残渣、玻璃碎片等固体废物应丢入废物桶内,废液应倒在指定的废液缸中,严禁倒入水槽内,以防水槽和水管堵塞或腐蚀及污染环境。

3. 要爱护国家财物,按照仪器使用说明书的要求操作仪器设备。损坏仪器,应及时向实验指导教师报告,并自觉如实地填写实验仪器破损单,根据实验室有关规定进行赔偿或补偿。实验室内的一切物品不得带离实验室。

4. 注意节约使用水、电和药品,不得浪费。

四、结束实验

1. 实验完毕,必须将玻璃仪器洗涤干净,放回原处;将试剂放置在原来位置。

2. 各种精密仪器在使用结束后,应按照仪器使用说明书的要求将仪器各旋钮恢复至适当位置,关闭电源,取下插头,在仪器使用记录本上记录仪器状态并签名。

3. 搞好实验台面和周边的清洁卫生;关好水、电源和气源。

4. 值日生负责实验室的卫生和安全工作,在完成清扫实验室,确定水、电、煤气的开关已经关闭的情况下,关好门窗。

5. 完成所有工作,实验结果、数据记录经过实验指导教师审查、签字后,方可离开实验室。

第三节 实验室安全知识

化学实验时,经常使用水、电、煤气、各种药品及仪器,如果不认真,不遵守操作规则,不但实验会失败,还可能造成事故(如失火、中毒、烫伤或烧伤等)。发生事故,不但国家财产受到损失,还会损害人的健康。在化学实验中是否一定会出现事故呢?不是,只要我们思想上重视,又遵守操作规则,那么事故是可以避免的。



一、实验室的安全守则

1. 实验室内禁止饮食、吸烟。切勿用实验器皿作为餐具。实验结束后应洗手。
2. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,用时要小心,不要把它洒在皮肤和衣服上。稀释硫酸时,必须把酸注入水中,而不是把水注入酸中。用浓 HNO_3 、 HCl 、 H_2SO_4 、 HClO_4 等溶解样品时,均应在通风橱中操作。
3. 使用苯、氯仿、乙醚、丙酮等有毒或易燃的有机溶剂时应远离火焰或热源。低沸点有机溶剂不能用明火加热,而应在水浴上加热。用过的此类溶剂应倒入回收瓶,不要倒入水槽。用后应把瓶塞塞严,放在阴凉的地方。
4. 使用砷、汞盐、氰化物等剧毒试剂时要特别小心,不得进入口内或接触伤口。氰化物与酸作用放出剧毒的 HCN 气体,故切忌在酸性介质中加入氰化物。氰化物废液应放入碱性亚铁盐溶液中,使其转化为亚铁氰化物盐,然后作废液处理。
5. 使用有刺激性的、恶臭的、有毒的气体(如: H_2S 、 Cl_2 、 CO 、 SO_2 、 Br_2 等),或进行能产生这些气体的实验,以及加热或蒸发盐酸、硝酸等试剂时,应该在通风橱内进行。
6. 实验室如发生火灾,应根据起火原因采取相应的灭火措施。酒精及其他可溶于水的液体着火时,可用水灭火;汽油、乙醚等有机溶剂着火时,用砂土灭火(此时绝不能用水);导线或电器着火时,不能用水或灭火器,而应首先切断电源,再灭火。
7. 使用电器设备时,切不可用潮湿的手去开启电闸和电器开关。
8. 用完煤气或煤气供应临时中断时,应立即关闭煤气阀门。如遇煤气泄漏,应停止实验,进行检查。
9. 实验完毕后,值日生和最后离开实验室的人员都应负责检查水、煤气开关是否关好?电闸是否断开?门窗是否关好?

二、实验室意外事故的处理

1. 烫伤。轻度烫伤可在伤处涂敷烫伤药膏(如 ZnO 药膏等),注意切勿用水冲洗。
2. 酸碱。酸(或碱)泼洒到皮肤上时,应先用大量水冲洗,然后用饱和 NaHCO_3 溶液(或用 2% 硼酸溶液)冲洗,再用水冲洗后,送校医院诊治。
3. 割伤。轻微的划伤,可在伤口处涂上红药水。伤口内若有玻璃碎片或污物,应先取出,洗净伤口,并用 3% H_2O_2 消毒,然后涂上红药水、洒上消炎粉并用纱布包扎。伤口较深、出血过多时,可用云南白药止血或扎止血带,并立即送医院救治。
4. 吸入有害气体。应立即到室外呼吸新鲜空气。
5. 失火。不慎起火时,切勿惊慌,应根据不同着火情况,采用不同的灭火措施。有机试剂引起着火时,应立即用湿布、石棉布或沙子等扑灭,也可用四氯化碳灭火器或二氧化碳泡沫灭火器,但不可用水扑救。如遇电气设备着火,应首先拉下电闸,并用四氯化碳灭火器灭火,也可用干粉灭火器或 1211 灭火器灭火。
6. 触电。首先切断电源,然后在必要时进行人工呼吸。



第四节 化学实验基础知识

一、实验室用水

纯水是化学实验中常用的溶剂和洗涤剂。根据任务和要求的不同,对水的纯度要求也不同。一般的分析工作,使用蒸馏水或“去离子水”即可,而对超纯物质的分析,则要求纯度较高的“高纯水”。

1. 纯水的制备方法。

(1)蒸馏法。蒸馏水能除去水中的非挥发性杂质,但不能除去溶解于水中的气体。蒸馏法制得的纯水,因所用蒸馏的材料不同,所含杂质也不同。目前使用的蒸馏器有铜、玻璃和石英等材料制成的。近年来,发展了用石英亚沸高纯水蒸馏器来制备高纯水,制得的高纯水的电阻率约 5.0×10^{18} 欧姆/厘米。其特点是将蒸馏水保持近沸但不沸腾,蒸发的水蒸气冷凝后用石英容器接收。由于不用玻璃容器或铜容器,蒸馏的水不含 Na^+ 离子或 Cu^{2+} 离子,电阻率高。

(2)离子交换法。这是应用阳、阴离子交换树脂除去水中杂质的方法。故称用此法制得的水为“去离子水”。此法的优点是制备的水量大、成本低和除去杂质能力强。其缺点是设备及操作较复杂,不能除去非电解质(如有机物)杂质。

(3)电渗析法。此法是在离子交换技术的基础上发展起来的一种方法。它是在外电场作用下,利用阳、阴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。

2. 分析用水的纯度。纯是相对的,纯水并不是不含杂质,只是其所含杂质极少。随着制备纯水的方法不同及所用材料不同,其所含杂质的种类和含量也不同。采用铜蒸馏器制得纯水,显然会含微量的 Cu^{2+} 离子;用玻璃蒸馏器制得的水,含微量的 Na^+ 、 SiO_3^{2-} 等;离子交换法或电渗析法制备的水,常含有少量微生物和某些有机物等。纯水的质量可通过检验来了解。检验的方法有物理方法和化学方法两大类。结合实验室的要求,简要介绍主要检查项目如下:

(1)电阻率。水的电阻率越高,表示水中的离子越少,水的纯度越高。 25°C 时,电阻率为 $1.0 \times 10^{10} \sim 1.0 \times 10^{17}$ 的水称为纯水,电阻率大于 10^{18} 的水称为高纯水。

(2)pH 值。纯水的 pH 值可用酸度计或化学法测定。

用酸度计测定:纯水的 pH 值,一般应为 6.00 左右。

简易化学法:取 2 支试管,各加待检查的水 10mL,一管中滴加 0.2% 甲基红指示液 2 滴,不得显红色;另一管中滴加 0.1% 溴百里酚蓝指示液 5 滴,不得呈蓝色。

(3) Cl^- 离子。取 10mL 待检查的水,加 HNO_3 酸化,加 1% AgNO_3 溶液 2 滴,摇匀后不得有浑浊产生。

(4) Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 等离子。取 25mL 待检查的水,加 $\text{NH}_3 \sim \text{NH}_4\text{Cl}$ 缓冲溶液 5mL,加 0.2% 铬黑 T 指示液 1 滴,不得显红色。

二、试剂的一般知识

化学试剂的规格是以其中所含杂质的多少来划分的,一般分为 4 个等级,其规格见表 1-1。



在一般分析工作中,通常使用分析纯(A. R 级)的试剂。此外,还有基准试剂、色谱纯试剂、光谱纯试剂等。基准试剂的纯度相当于或高于优级纯试剂。可作为滴定分析法的基准物质,也可用于直接法配制标准溶液。色谱纯试剂是在最高灵敏度下以 10^{-10} g 下无杂质峰来表示的。光谱纯试剂专门用于光谱分析,它是光谱分析时出现的干扰谱线的数目及强度来衡量的,即其杂质含量用光谱分析法已测不出或其杂质含量低于某一限度。

表 1-1 试剂等级、名称和标签标志

等级	名称	英文名称	符号	标签标志
一级品	优级纯(保证试剂)	Guaranteed reagent	G. R	绿色
二级品	分析纯(分析试剂)	Analytical reagent	A. R	红色
三级品	化学纯	Chemically reagent/pure	C. P 或 P	蓝色
四级品	实验试剂	Laboratorial reagent	L. R	棕色
	生物试剂	Biological reagent	B. R 或 C. R	黄色

选择试剂时,不要盲目地追求纯度高,应根据分析工作的具体情况进行选择。例如,配制铬酸洗液时,用工业级的 $K_2Cr_2O_7$ 及工业级硫酸即可,若用 A. R 级必定造成浪费。当然也不能随意降低试剂的规格而影响分析结果。

三、玻璃仪器的洗涤

分析化学实验所用的器皿都应该是洁净的。洗净的器皿,其内壁应能被水均匀的润湿而无条纹及不挂水珠。目前常用的洁净剂是肥皂、洗衣粉、去污粉、各种洗涤液和有机溶剂等。

一般的容量器皿,如烧杯、锥形瓶、量筒、试剂瓶等,其洗涤方法是:将洗衣粉配成 0.1~0.5% 的溶液,用毛刷蘸取此溶液,刷洗其内壁,刷洗后用自来水冲洗,再用蒸馏水润湿洗 3 次,即可使用。

滴定管、容量瓶、移液管等具有准确刻度的量器,不能用刷子刷洗。若其内壁不干净,可选择合适的洗涤剂洗涤。必要时先把洗涤剂加热,再加到待洗涤容器中,浸泡一段时间。铬酸洗液过去使用很广泛,现在考虑到 6 价铬离子对人体有害已少用。若要使用,必须注意配制和洗涤方法。

铬酸洗液的配制:称取工业用 $K_2Cr_2O_7$ 10g 于烧杯中,加入热水 30mL 溶解后冷却,一面搅拌一面缓缓加入 170mL 工业用浓 H_2SO_4 中(注意安全),溶液呈暗褐色。待溶液冷却后转入磨口塞的玻璃瓶中备用。铬酸洗液为强氧化剂,腐蚀性很强,使用时应特别小心,不要让它溅到身上,以免烧坏衣服,烫伤皮肤。具体操作如下:

(1)先将待洗涤的容器内的水倾尽,再倒入洗液,以免将洗液稀释降低去污能力。

(2)用过的洗液不能乱倒,应倒回原瓶,以备下次使用。当洗液变为绿色失效时,倒入废液缸中,另行处理(绝不能倒入水槽)。

(3)用洗液洗涤后的仪器,应先用自来水冲洗干净,再用蒸馏水润洗内壁 3 次。

必须指出,洗液并不是万能的,对不同的污染应采用不同的洗涤方法。例如,被 $AgCl$ 沾污的器皿,用洗液洗涤是无效的,此时可用 $NH_3 \cdot H_2O$ 或 Na_2SO_3 洗涤。又如被 MnO_2 沾污的器皿,应用 $HCl \sim NaNO_2$ 的酸性溶液洗涤。

洗涤时用蒸馏水应注意节约,采用少量多次的原则,可使用较少的蒸馏水,达到较好的

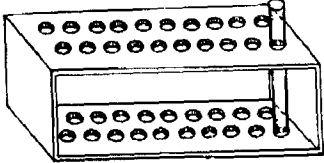
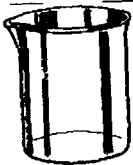
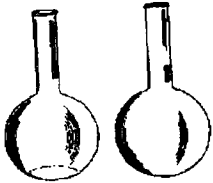


洗涤效果。

四、化学实验常用器皿

1. 化学实验常用仪器。

表 1-2 化学实验常用仪器

仪器	规格	一般用途	使用注意事项
 试管及试管架	试管： 以管口直径×管长(mm)表示 如 25×150 15×150 10×75 试管架：材料—木料或金属。	反应容器，便于操作、观察。用药量少。 承放试管。	①试管可以直接加热，但不能骤冷。 ②加热时用试管夹，管口不要对人，且要不断移动试管，使其受热均匀。 ③小试管一般用于水浴加热。
 离心管	分有刻度和无刻度，以容积表示。 如 15mL, 10mL。	用于少量沉淀的辨认和分离。	不能直接用火加热。
 烧杯	以容积表示。如 100mL, 250mL, 500mL, 1000mL。	反应容器，反应物较多时使用。	①可加热至高温。使用时应注意勿使温度变化过于剧烈。 ②加热时底部垫石棉网，使其受热均匀。
 烧瓶	有平底和圆底之分。以容积表示。如 100mL, 250mL, 500mL。	反应容器，反应物较多且需要长时间加热时使用。	①可加热至高温。使用时应注意勿使温度变化过于剧烈。 ②加热时底部垫石棉网，使其受热均匀。
 锥形瓶	以容积表示。如 100mL, 250mL, 500mL。	反应容器，振荡比较方便，适用于滴定操作。	①可加热至高温。使用时应注意勿使温度变化过于剧烈。 ②加热时底部垫石棉网，使其受热均匀。