

大一化学实验

昆明理工大学化学系 编

大一化学实验

江苏工业学院图书馆
藏书章

(滇)新登字 04 号

高等学校教学用书

大一化学实验

王广印主编

云南科技出版社出版 (昆明市书林街 100 号)

昆明工学院印刷厂印装

开本:787×1092 1/16 印张:11.5 字数:283 千字

1994 年 10 月第 1 版 1994 年 10 月第 1 次印刷

印数:2000

ISBN7-5416-0628-6/G·69 定价: 6.80 元

目 录

绪论	(1)
I、化学实验目的	(1)
II、实验规则	(1)
III、实验室安全守则	(1)
IV、实验室中意外事故的处理	(2)
V、实验室急救药箱	(2)
VI、化学实验常用仪器	(3)
VII、化学实验基本操作	(6)
VIII、误差和有效数字	(21)
实验 1 基本操作练习	(23)
实验 2 玻璃加工	(25)
实验 3 多用滴管和井穴板的使用	(27)
实验 4 分析天平的使用	(31)
实验 5 摩尔气体常数的测定	(33)
实验 6 配制溶液	(37)
实验 7 酸碱滴定	(40)
实验 8 粗食盐的提纯	(44)
实验 9 化学反应热效应的测定	(47)
实验 10 化学反应速率与活化能的测定	(50)
实验 11 离解平衡和盐类水解	(56)
实验 12 沉淀反应	(60)
实验 13 氧化还原与电化学	(63)
实验 14 电导率法测定醋酸电离度和电离常数	(67)
实验 15 PH 值法测定醋酸电离度和电离常数	(71)
实验 16 配合物	(77)
实验 17 单质和无机化合物	(81)
实验 18 晶体纯物质熔点的测定	(86)
实验 19 磺基水杨酸合铁(Ⅲ)离子的组成及其稳定常数的测定	(88)
实验 20 碳酸氢钠的制备	(95)
实验 21 硫酸亚铁铵的制备	(98)
实验 22 碱金属 碱土金属	(100)
实验 23 钛和钒	(104)
实验 24 铬、钼、钨、锰	(107)
实验 25 铁、钴、镍	(111)

实验 26	铜和银	(115)
实验 27	锌、镉、汞	(119)
实验 28	碳、硅、硼	(123)
实验 29	铝、锡、铅	(126)
实验 30	氮和磷	(130)
实验 31	砷、锑、铋	(134)
实验 32	过氧化氢及硫的化合物	(137)
实验 33	卤素	(141)
实验 34	去离子水的配备	(145)
实验 35	高锰酸钾的制备	(148)
实验 36	硝酸铝的制备	(150)
实验 37	常见阳离子与常用试剂的反应和鉴定	(152)
实验 38	水溶液中几种阳离子的分离和检出	(156)
实验 39	趣味化学实验	(159)
实验 40	设计实验一 阳离子的分离和鉴定	(161)
实验 41	设计实验二 测定实验	(162)
实验 42	设计实验三 金属银的回收	(163)
附录 1	不同温度下水的饱和蒸汽压	(164)
附录 2	常用酸碱的浓度	(164)
附录 3	常见金属化合物在水中的溶解性	(165)
附录 4	弱电解质的电离常数 (298. 15K)	(165)
附录 5	某些离子和化合物的颜色	(166)
附录 6	一些难溶电解质的溶度积常数	(168)
附录 7	酸碱指示剂的变色范围	(169)
附录 8	配离子的累积稳定常数 (298. 15K)	(169)
附录 9	标准电极电势表 (298. 15K)	(170)
附录 10	某些试剂溶液的配制	(172)
附录 11	常见阳离子的两酸两碱系统分组方案	(174)
附录 12	一些元素的原子量表	(176)

绪 论

I、化学实验目的

化学实验是大学化学课不可缺少的重要环节。它的主要目的是：

1. 验证、巩固、加深所学理论和概念以及扩大课堂知识,为理论联系实际提供实践条件。
2. 培养学生动手能力,正确地掌握化学实验的基本操作技能和规范地使用常用化学仪器。
3. 培养学生独立思考和独立工作能力,学生应学会联系理论知识,理解实验原理,细致观察、分析实验现象,从而得出科学的正确结论。
4. 培养学生具有实事求是的科学态度和准确、细致、条理、整洁等良好的科学习惯,以及一丝不苟的严谨的科学作风,从而逐步使学生初步学会科学研究方法,为学生进一步学习其它后续实验课以及培养学生具有初步的科研能力打下基础。

II、实验规则

1. 实验前应认真预习,阅读实验教材和教科书有关内容,明确实验目的,了解基本原理、实验步骤和方法、写出预习报告,上实验课前交指导教师检查。
2. 实验中,态度认真、操作规范、仔细观察、如实记录。积极思考、分析、解释现象和问题,如出现矛盾,认真检查原因或重做实验,得出正确结论。
3. 严格遵守实验室的各种制度,爱护仪器等公物,节约药品、材料、水、电等,注意安全,保持实验室的安静和整洁。火柴梗、废纸屑、废液等,应投入废液桶中,金属屑应回收,严禁倒入水槽,以防下水管道腐蚀或堵塞。
4. 实验完毕,将所有仪器清洗干净放回原处。实验柜内的仪器应存放有序,将桌面抹干净、药品存放整齐。
5. 每次实验后,由学生轮流执勤,负责打扫和整理实验室并检查水、电、门、窗等是否关好,以保证实验室的整洁和安全。
6. 根据实验原始记录,联系理论知识,分析、解释实验现象,认真处理数据,撰写实验报告,在规定时间内交给指导教师。

III、实验室安全守则

在进行化学实验时,除接触易燃、易爆、有毒性或腐蚀性的化学药品外,还要经常使用水、电、酒精灯等。因此,重视安全操作和熟悉一些安全知识是很必要的。

1. 实验前,应了解仪器的性能和药品的性质以及本实验中的安全注意事项。
2. 实验中,应集中注意力、严格遵守操作规程。
3. 凡能产生有刺激性或有毒气体的实验,都应在通风橱中进行,易挥发和易燃药品的实验,都应远离火焰或尽可能在通风橱中进行。
4. 嗅气体时,应用手轻轻地把少量气体扇向自己。

5. 稀释浓硫酸时,应将浓硫酸慢慢地注入水中,并不断用玻棒搅拌。避免因硫酸局部过热而迸溅伤人。

6. 凡实验后的废液,尤其是含有毒试剂如汞盐、含铬化物、氰化物、砷化物、镉盐、钡盐等的废液,都不能进入口内或接触伤口,也不能倒入水槽进入下水道,只能倒入废液桶内统一处理。

7. 实验室内严禁饮食。

8. 实验完毕,应检查水、电、门、窗是否关好,洗净双手后,方可离开实验室。

IV、实验室中意外事故的处理

1. 若割伤,先用酒精或碘酒进行消毒后贴上创可贴。若伤口深,还应撒上消炎粉或白药后贴上创可贴。若被玻璃割伤,在消毒时应挑出伤口里的玻璃碎屑。

2. 若烫伤,可用高锰酸钾溶液或苦味酸溶液清洗,然后抹上凡士林或烫伤油膏。

3. 受酸腐蚀,先用大量水冲洗,再用饱和碳酸氢钠溶液或硼酸溶液清洗,最后再用水冲洗后抹上凡士林。如果酸溅入眼内,此法也适用,只是最后用眼膏代替凡士林。

4. 受碱腐蚀,先用大量水冲洗,再用硼酸溶液清洗,最后再用水冲洗。

5. 受白磷灼伤,可用5%硫酸铜溶液、1%硝酸银溶液或高锰酸钾溶液揩洗伤口后包扎。

6. 溴液腐蚀,用苯或甘油洗伤口后再用水冲洗。

7. 若吸入氯、氯化氢气体,可立即吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒,若吸入硫化氢气体而感到不适或头晕时,应到室外呼吸新鲜空气。严重者,应立即送医院。

8. 如毒物进入口中,可把5—10ml稀硫酸铜溶液(~5%),加入半杯温开水中内服后,用手指伸入咽喉部促使呕吐,吐出毒物后,立即送医院。

9. 如有触电事故,首先切断电源,必要时,进行人工呼吸后,立即送医院。

10. 若因酒精、乙醚或苯等引起着火,应立即用湿布或砂土(实验室应备有灭火砂箱),覆盖着火物体;若遇电器设备着火,首先切断电源,再用二氧化碳或四氯化碳灭火器进行灭火。如火势较大,有烧及房屋等危险,在积极进行灭火的同时,尽快拨火警电话“119”,请消防队来灭火。

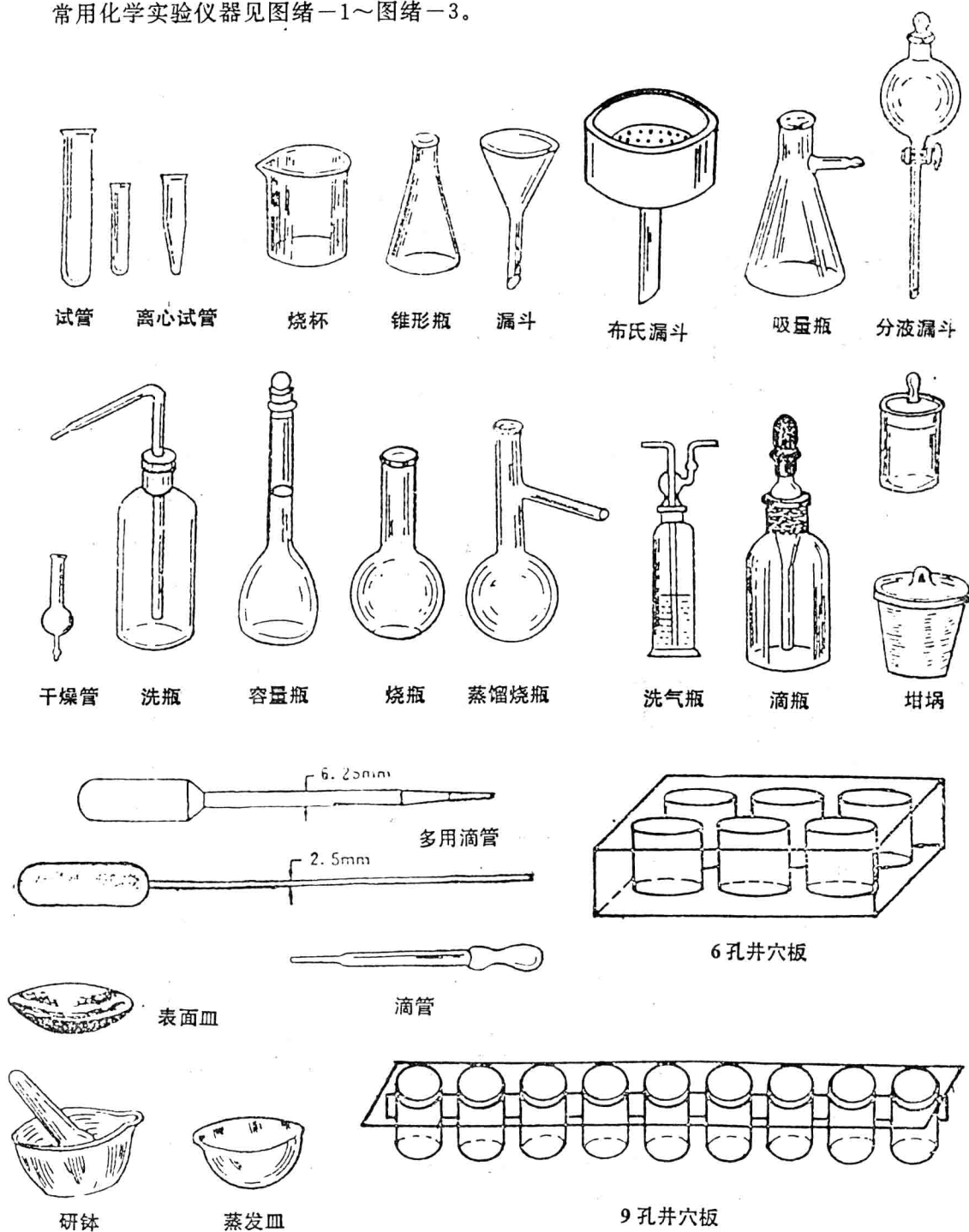
V、实验室急救药箱

为了对实验室意外事故进行紧急处理,实验室应准备一个急救药箱。箱内可存放下列药品和器材:

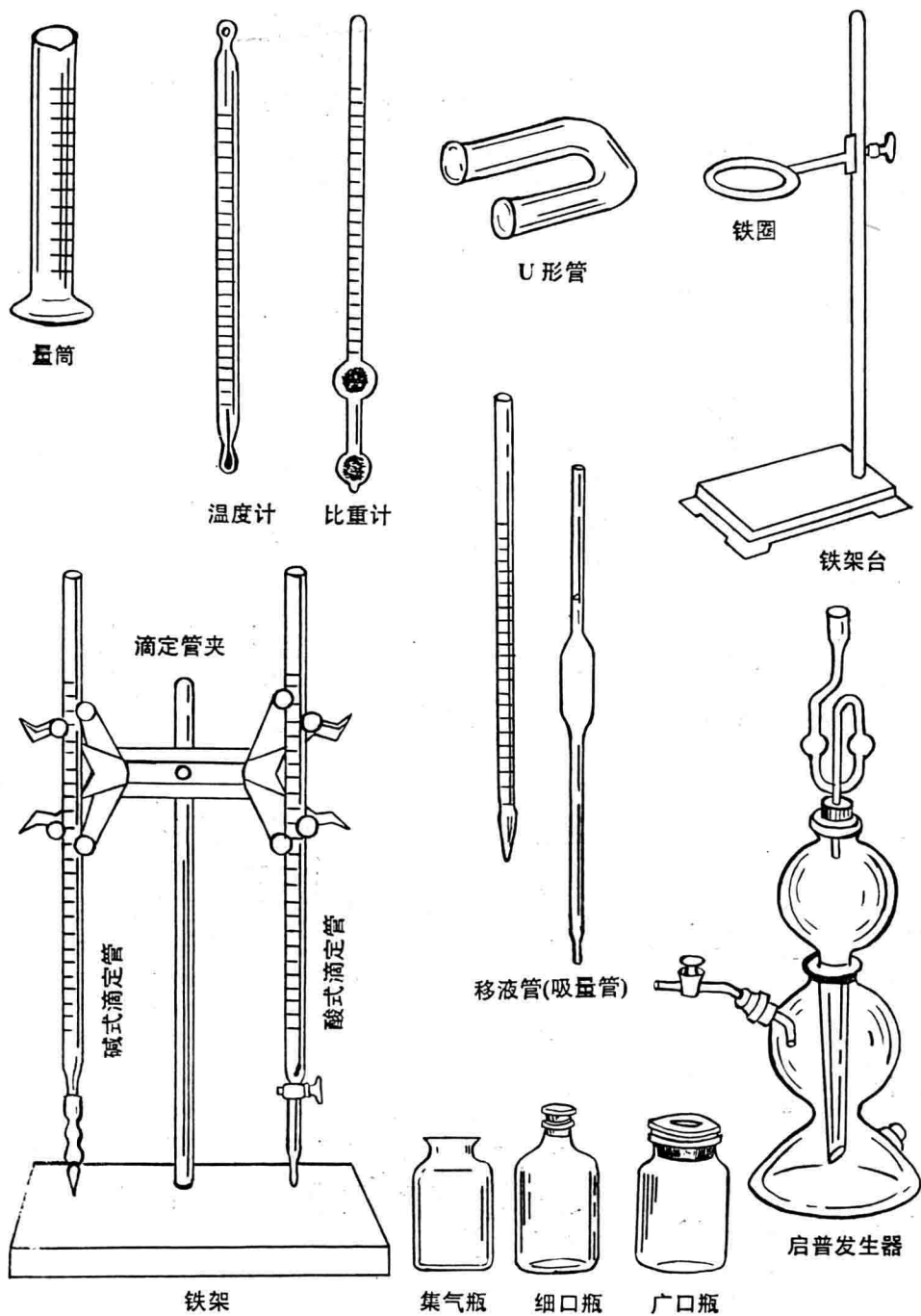
1. 酒精、2. 碘酒、3. 紫药水、4. 创可贴、5. 消炎粉、6. 白药、7. 凡士林、8. 烫伤油膏、9. 甘油、10. 乙醚、11. 苦味酸、12. 硼酸、13. 碳酸氢钠、14. 高锰酸钾、15. 硝酸银、16. 硫酸铜、17. 消毒锦(棍)、18. 消毒纱布、19. 氧化锌橡皮膏、20. 剪刀、镊子。

VI、化学实验常用仪器

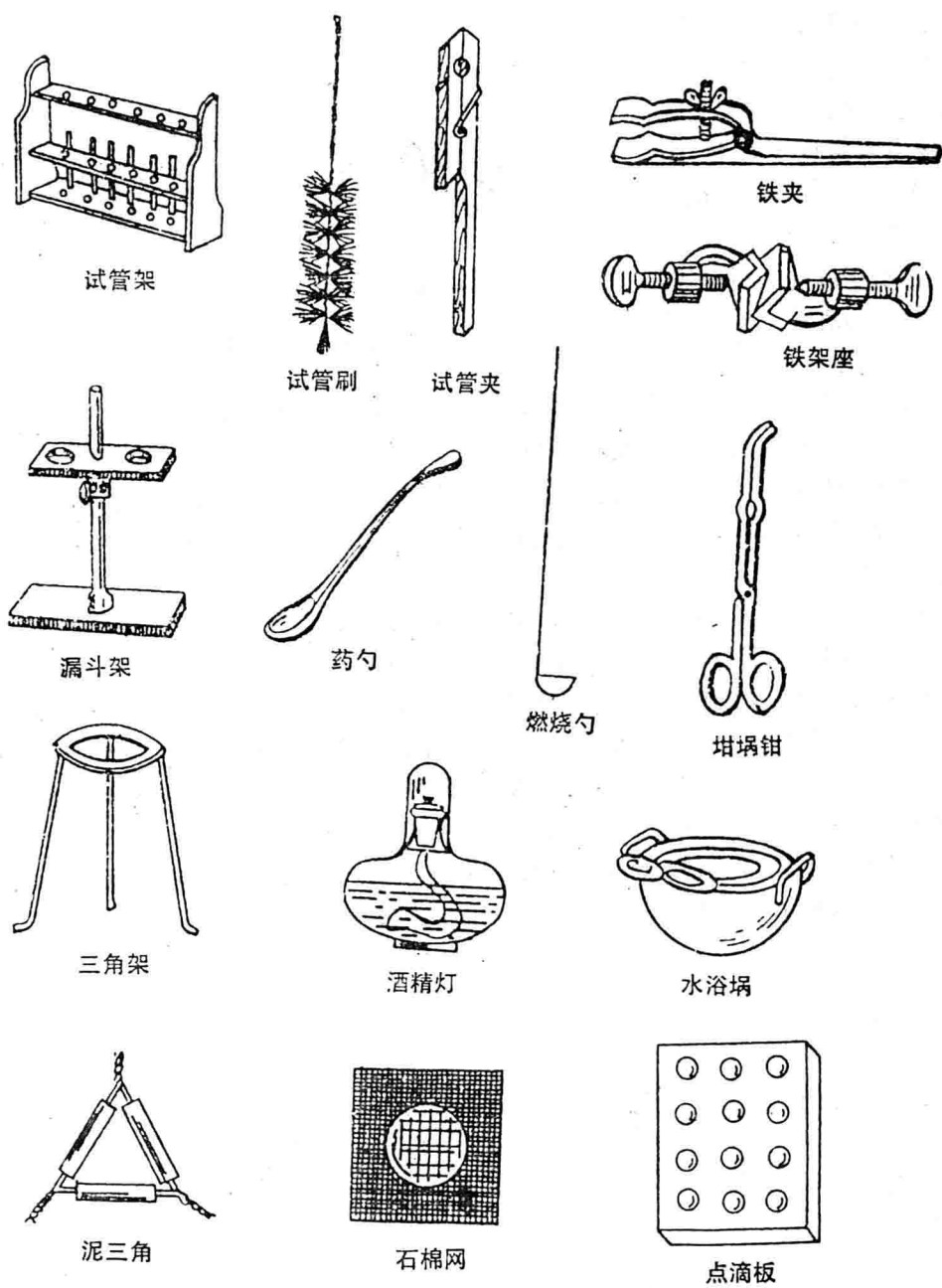
常用化学实验仪器见图绪-1~图绪-3。



图绪-1 大一化学实验常用仪器之一



图绪-2 大一化学实验常用仪器之二



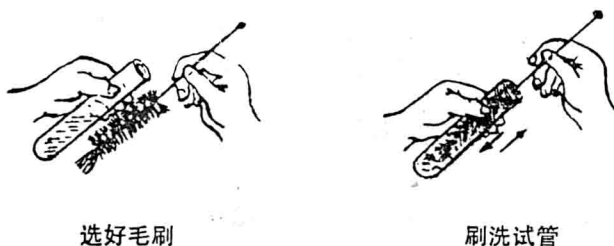
图绪-3 大一化学实验常用仪器之三

VII、化学实验基本操作

一、仪器的洗涤和干燥

1. 洗涤仪器

(1)用水刷洗 能洗去可溶性物质及灰尘等不溶性物质。所有玻璃仪器、瓷蒸发皿、塑料微型实验仪器如井穴板等,都可先用水刷洗。洗烧杯、试管时,应选用大小适当的,前端有毛的刷子刷洗。刷洗试管要来回用柔力刷洗。最后用清水冲净。(图绪-4)



图绪-4 毛刷刷洗

(2)用合成洗涤剂或去污粉洗 能除去仪器上的油污。对有油污的仪器,可用刷子蘸少许洗涤剂或去污粉进行刷洗,最后用水清洗干净。

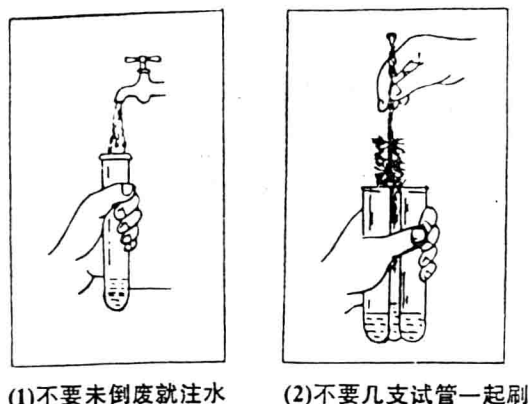
(3)用粗、浓盐酸洗 能洗去附着在仪器壁上的碱性氧化物、碳酸盐、氧化剂等。在要洗的仪器中,倒入少量浓 HCl 润湿附着物,使之溶解或脱落后,倒去废酸液(倒入 HCl 回收瓶内),再用水刷洗后冲洗干净。

(4)用浓 H_2SO_4 - $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 洗液洗 对于仪器容积精确、形状特殊、洁净程度要求高的仪器(移液管、滴定管等),不能用刷子机械地刷洗,但可用洗液洗。

用洗液前,先将经水洗过的仪器中残留的水尽量倒去(为什么?),再往仪器中倒入少量洗液(约为仪器容积的 1/5),倾斜并转动仪器,使仪器内壁待洗部分被洗液润湿,剩余洗涤液倒回原瓶中,再用自来水清洗数次。第一、二次的洗涤水倒入废液桶内(为什么?),最后用蒸馏水清洗三次。用蒸馏水清洗时,每次用量不必太多,应遵循“少量多次”的洗涤原则。

洗涤仪器时,应注意:不要未倒废液就注水,也不要几支试管一起刷(图绪-5)。

洗净的仪器壁上应只留一层薄而匀的水膜,并无水珠附着在壁上(图绪-6)。



图绪-5 不正确操作



图绪-6 洗净标准

2. 干燥仪器

已洗净的仪器,不能用布或纸擦拭内壁,否则,留在仪器壁上的纤维会沾污仪器。只能用干燥仪器的方法进行干燥,下面介绍几种常用的方法。

(1)凉干 洗净的仪器置于仪器架上或平放在实验柜内凉干。

(2)烘干 将洗净的仪器尽可能倒去残留的水后,放在电热干燥箱(电烘箱)内烘干。

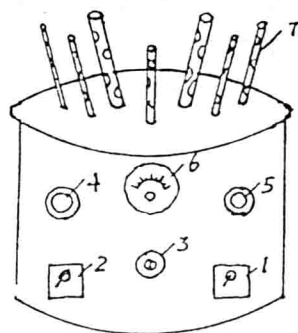
(3)吹干 洗净的烧杯、试管、量筒等,将水尽量倒去后,插在气流吹干器(图绪—7)的风管上吹干。

使用时,根据需要,调节冷热风,如有刻度的仪器,就用冷风进行吹干。

(4)烤干 将洗净的仪器,用酒精灯小火烤干。操作时,不断转动仪器,使其受热均匀。如烤蒸发皿,可直接放在泥三角上烤干;如烤烧杯,则应放在石棉网上烤干;如烤试管,应先将试管口向下倾斜,并不断地来回转动试管,把水珠赶尽后,将试管口向上烤至水气赶尽为止(图绪—8)

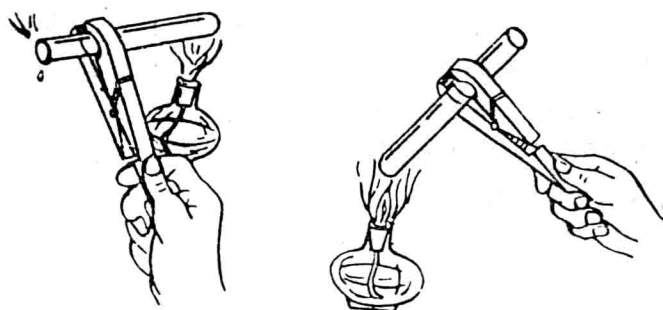
(5)有机溶剂干燥 有刻度的仪器,不能用加热方法使其快速干燥,但可用易挥发的有机溶剂如无水乙醇或丙酮等使之快速干燥。

取少量有机溶剂倒入仪器中,倾斜并转动仪器,器壁上的水与溶剂互溶,倒出液体于回收并,残留的有机溶剂很快挥发而使仪器干燥。



图绪—7 气流吹干器

1. 电源开关 2. 冷热风调节
3. 保险管 4. 冷热风指示灯
5. 电源指示灯 6. 温度调节
7. 风管



(1)管口向下赶掉水珠 (2)管口向上赶尽水气

图绪—8 烤干试管

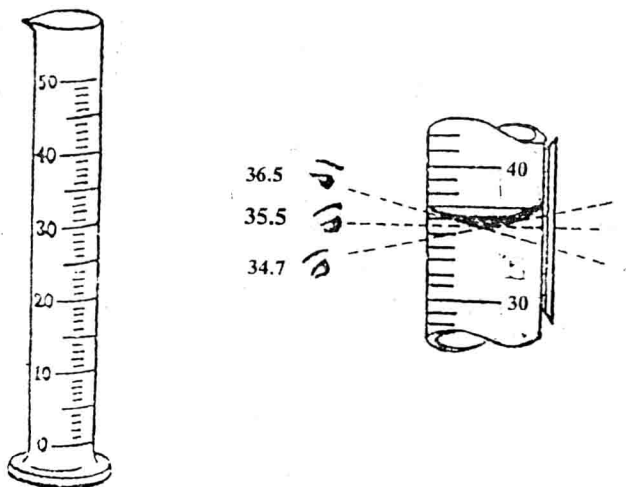
二、液体体积的度量

实验室常用来测量液体体积的主要仪器有量筒、滴定管、容量瓶和移液管等。但都不能测量温度较高的热溶液。

测量液体读数时,应使视线与量器内液体的弯月面的切面保持水平,偏高或偏低都会造成较大的误差。

1. 量筒(图绪—9)

量筒的容积有 10ml、50ml、100ml、250ml 等。测

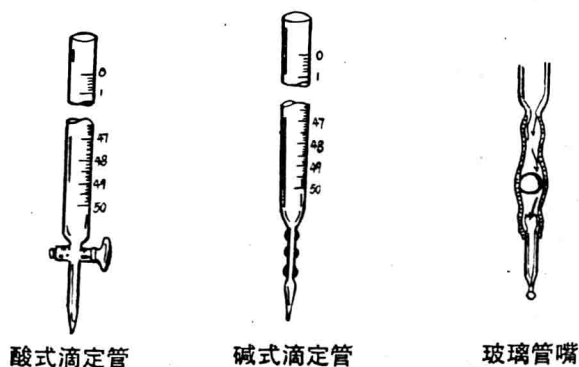


图绪—9 量筒及其读数

量液体续数时,应按上述要求进行。如图绪—9,正确读数应为 35.5ml。

2. 滴定管

滴定管分酸式滴定管和碱式滴定管(图绪—10)。碱性溶液必须用碱式滴定管,其它溶液都可用酸式滴定管。



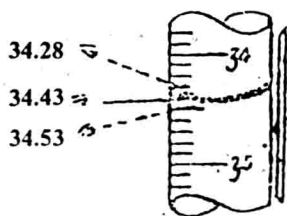
图绪-10 滴定管

(1)洗涤 使用滴定管前,依次用洗液、自来水,蒸馏水洗净,再用少量(每次约为容积的 1/5 左右)滴定用的溶液洗涤三次(为什么?)后,便可装液。

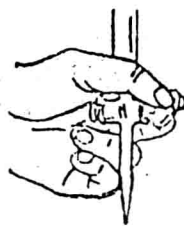
(2)装液 将溶液加到滴定管中至刻度“0”以上,开启活塞或挤压玻璃球,放出多余溶液,调节液面至刻度“0”或刻度“0”以下。如果滴定管下端存有气泡,将会造成读数误差,应将气泡逐出。消除气泡方法如下:



图绪-11 逐去气泡法



图绪-12 读数



图绪-13 左手操作

将酸式滴定管倾斜,放开旋塞,放出溶液,气泡随之逐出。如果是碱式滴定管,可把橡皮管稍弯向上(图绪—11),然后挤压玻璃球,气泡也可被逐出。

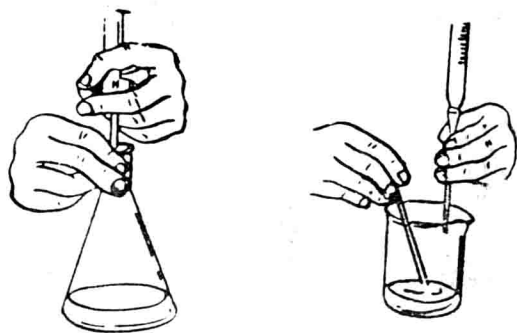
(3)读数 常用滴定管的容量为 50ml,每一大格为 1ml,每一小格为 0.1ml。管中液面位置的读数,可读到小数点后两位。如图绪—12,正确读数为 34.43ml。

(4)滴定 滴定时,都是左手操作滴定管,右手持锥形瓶或玻璃搅棒(在烧杯中滴定)。具体操作如下:

酸式滴定管 用左手拇指、食指及中指控制活塞(图绪—13),旋转活塞的同时,应稍向里(左)用力,应稍向里(左)用力,以防止溶液漏出。必须学会慢慢地控制活塞,以控制溶液的流速。

碱式滴定管 用左手拇指和食指捏住玻璃球所在部位稍上部的橡皮管,向左方挤捏橡皮管,使皮管与玻璃球间形成一条缝隙,溶液即可流出。掌握缝隙的大小,以控制溶液的流速。

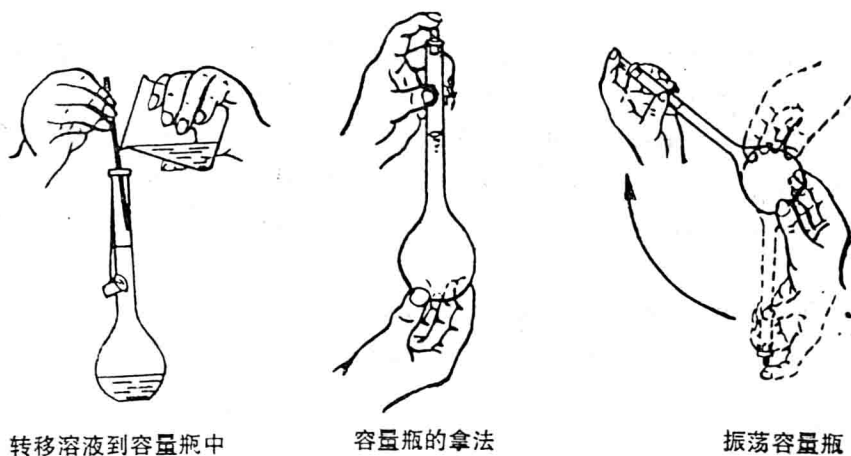
滴定时,将滴定管垂直地夹在滴定管夹上,下端伸入锥形瓶内,锥形瓶下放一块白瓷板,以便于观察溶液颜色的变化。左手按上述方法操作滴定管,右手拇指、食指和中指拿住锥形瓶颈,沿同一方向,按圆周摆动锥形瓶,不要前后振动。也可在烧杯中进行滴定(图绪-14)。



图绪-14 在锥形瓶、烧杯中滴定

开始滴定时,无明显变化,溶液流速可快一些,但必须是成滴而不是连续不断的液流。随着溶液量增多,滴落点周围将出现暂时性的颜色变化,但随即消失。当接近终点时,颜色变化消失较慢,此时应逐滴滴入,每滴一滴,必须摇匀溶液,观察颜色变化情况,以确定是否滴加溶液。最后,应控制液滴悬而不落,用锥形瓶壁沾下液滴(此时为半滴溶液),用蒸馏水少量冲洗壁上液滴于锥形瓶中,摇匀。如此重复操作,直到颜色变化不再消失,即可认为达到终点。

3. 容量瓶的使用方法如下(图绪-15):



转移溶液到容量瓶中

容量瓶的拿法

振荡容量瓶

图绪-15 容量瓶的使用

(1)使用前,应检查是否漏水。检查方法是:将盛有水的容量瓶的塞子塞紧,右手拿瓶,左手顶着瓶塞,将瓶倒转,如瓶塞周围无水漏出,将瓶直立,旋转瓶塞 180° ,塞紧、倒置、检查这个方向是否漏水。合适的瓶塞,应用细线挂在瓶颈上,以免打碎或遗失。

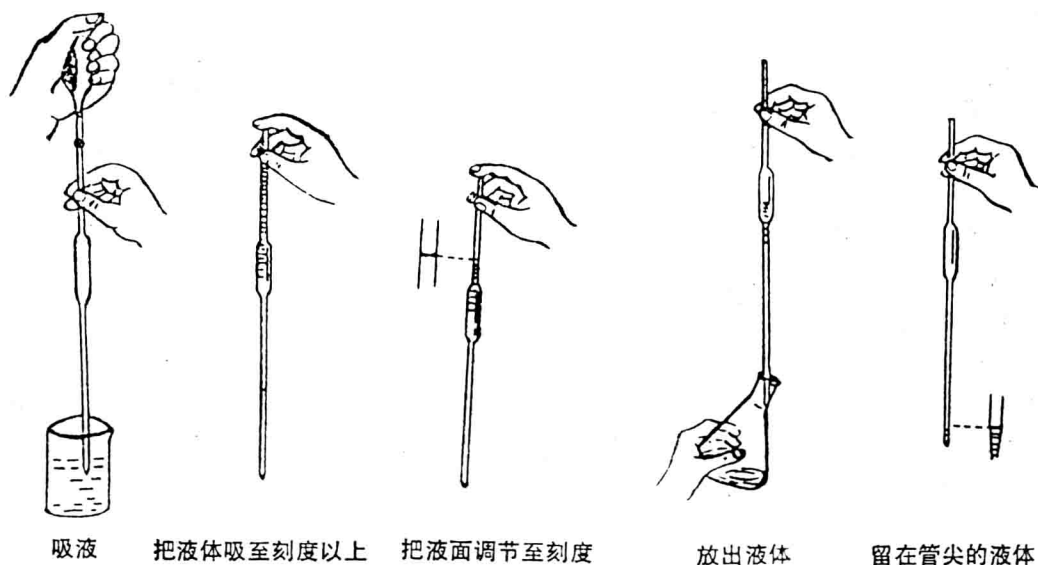
(2)如要配制固体物质的溶液,需先将固体溶解于烧杯后,再转移到容量瓶中,然后用蒸馏水洗涤烧杯 4~5 次,洗涤水全部倒入容量瓶,继续加蒸馏水至瓶内溶液达容量瓶容积的 $3/4$ 时,将容量瓶沿水平方向摇动几下,使溶液初步混合,然后加蒸馏水至瓶颈标线。塞紧塞子。

(3)热溶液要冷至室温,才能注入容量瓶中,否则,溶液的体积会有误差。

(4)必要时,容量瓶的容积还应进行校正。

4. 移液管

移液管的使用方法如下(图绪—16):



图绪-16 移液管的使用方法

(1)洗涤 用洗耳球将洗液吸入移液管中进行洗涤后,用自来水冲洗,再用洗瓶中的蒸馏水冲洗三次,用吸水纸吸去尖端管内外的水。最后,吸取少量被移取的溶液洗三次。

(2)吸液 在烧杯里装入比要移取的量多 1~2 倍的溶液,右手拇指和中指拿住管颈标线以上处,把移液管尖端深入溶液中,左手用洗耳球将溶液吸入管内至标以上,迅速移开洗耳球并用右手食指按紧管口,然后放松食指,并轻轻转动移液管,使液体缓慢下降,直至溶液弯月面与标线相切,立即按紧食指,使溶液不再流出。

(3)放液 把移液管的尖端,靠在接受容器的内壁,放松食指,溶液自由流出。最后,移液管尖端还会剩余少量溶液,因为在标定移液管的容积时,已考虑到此情况,故不要用外力把点液体吹入接受容器。

三、化学试剂的取用

取用试剂前,首先要看清标签,取用时,不能用手接触试剂。根据规定量取用试剂,不要多取,这样,既节约,又能取得较好的实验效果,多取的试剂,不可以放回原瓶,可放在指定瓶内供它人使用。取完试剂后,一定要把瓶塞塞紧,绝不允许张冠李戴。最后,把试剂瓶放回原位。

1. 液体试剂的取用 (图绪—17)

(1)从滴瓶中取液体试剂

①从滴瓶中取出吸有液体的滴管,不能平放或管口向上倾斜,以免液体流入橡皮帽沾污液体。

②向试管滴加液体时,滴管口绝不能伸入试管口内。

(2)从细口瓶中倾注液体试剂

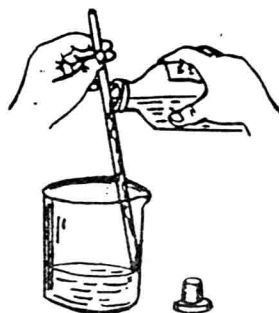
首先取下瓶塞,反放在桌面上,将有标签一面握于右手手心,慢慢倾斜瓶子,让试剂沿试管壁流入试管或沿玻璃棒流入烧杯中。取出所需量后,将试剂瓶口在容器壁靠一下,再竖置瓶子,盖紧瓶塞,放回原位。



滴管不能伸入试管口



倾注法

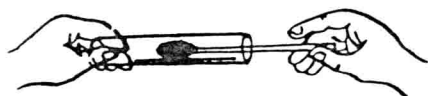


图绪-17 液体试剂的取用

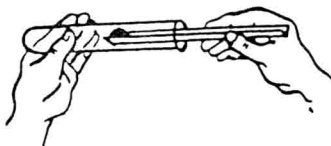
2. 固体试剂的取用 (图绪-18)

(1) 取用固体试剂, 要用清洁、干燥和专用的药匙, 按取量多少, 选用药匙两端的大匙或小匙。

(2) 往试管中加固体试剂时, 可用药匙的小匙或对折的纸片(纸槽)送入试管内 $2/3$ 处; 块状固体, 可沿试管壁慢慢滑下。



用药匙送固体入试管



用纸槽送固体入试管



块状固体沿壁滑下

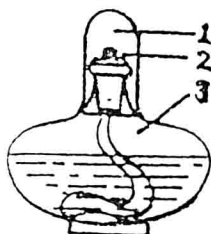
图绪-18 固体试剂的取用

(3) 取用一定质量的固体试剂, 把固体放在纸上或面皿内, 在台称上称量即可。

(4) 准确称取一定质量的固体试剂用称量瓶, 在分析天平上按减重法称量。其操作如下: 取一只清洁、干燥的称量瓶, 装入较所称量稍多的固体试剂, 先在台称上粗称, 再在分析天平上称准至 0.1mg , 用纸条套住称量瓶自天平上取下, 将它举在烧杯上方, 打开瓶盖, 使称量瓶倾斜, 用瓶盖轻敲瓶口上部让固体慢慢落入烧杯中, 当落入的量已含要求时, 仍在烧杯上方, 将称量瓶竖直, 再用瓶盖轻敲瓶口, 使瓶口固体落入烧杯或称量瓶中, 盖好盖子, 再在分析天平上准确称量。两次之差, 即为所取固体的准确质量。

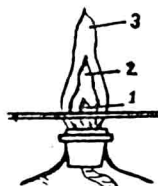
四、加热方法

1. 酒精灯. (图绪-19)



构造

1. 灯帽 2. 灯芯 3. 灯壶



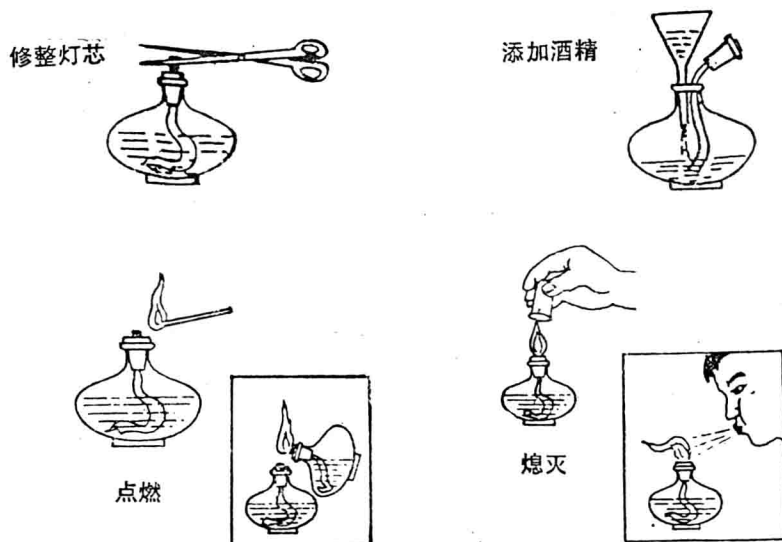
灯焰

1. 焰芯 2. 内焰(还原焰)
3. 外焰(氧化焰)

图绪-19 酒精灯

酒精灯是实验室最常用的加热仪器,构造简单、使用方便,加热温度可达 $400\sim 500^{\circ}\text{C}$,以灯焰外焰(氧化焰)温度最高。

酒精灯使用方法 (图绪—20)

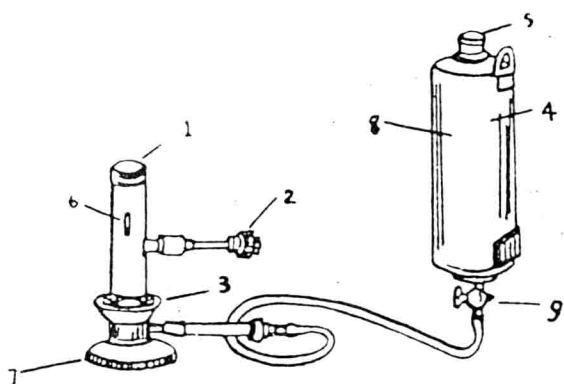


图绪-20 酒精灯的使用方法

酒精易燃,使用时应注意安全。

- (1)修整灯芯 如灯芯不齐或烧焦,用剪刀修整。
- (2)添加酒精 燃着时不得添加酒精、添加酒精量不得超过 $2/3$ 壶。
- (3)点燃 只能用火柴点燃,严禁用燃着的酒精灯去点燃另一酒精灯。
- (4)熄灭 酒精灯应随用随点,不用即灭,而且,只能用灯帽盖灭,不能用嘴吹灭。

2. 酒精喷灯 (图绪—21)



图绪-21 酒精喷灯(挂式)

1. 灯管 2. 灯开关 3. 预热盘 4. 酒精贮罐 5. 盖子
6. 气孔 7. 灯座 8. 酒精 9. 开关

酒精喷灯是让酒精汽化后燃烧、所以温度可高达 $800\sim 1000^{\circ}\text{C}$,常用于实验室的玻璃加工等。

酒精喷灯使用方法:

- (1)将装有酒精的贮罐,挂在高处固定,在预热盘内装满酒精。
- (2)点燃预热盘内的酒精预热灯管。
- (3)预热盘内的酒精接近烧完时,开启灯开关,使汽化的酒精与来自气孔的空气混合,并用火柴在管口点燃。
- (4)调节灯开关,可控制火焰的大小。
- (5)用毕,旋紧开关,可使灯焰熄灭。

3. 水浴 (图绪—22)

当要使加热均匀,而且不超过 100°C 时,则