

高 等 学 校 教 材

实验化学

SHIYAN HUAXUE

中国地质大学（北京）化学教研室
戚洪彬 姜 浩 主编



16-17

100m

化学工业出版社

高等学校教材

实验化学

SHIYAN HUAXUE

中国地质大学(北京)化学教研室

戚洪彬 姜浩 主编

陈洁 董雪玲 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书是针对工科类院校公共基础实践课程实验化学编写的相应教材。全书包括绪论、基础化学实验、综合化学实验、附录四部分。绪论主要介绍了实验化学课程的教学要求、学习方法、实验结果处理及基本常识等内容。基础化学实验部分选择了17个实验，综合化学实验部分选择了18个实验，共35个实验。在这些实验中主要以培养学生化学实验技能为目标，在加强基本实验技能训练和应用性实验技能训练的同时开设综合性、设计性实验，为学生建立一个较为完整的实验科学研究思维空间，逐步培养学生创新能力。附录部分主要包括常见离子的分离与鉴定方法、常用硅酸盐分析方法、化学实验中常用数据、化学实验常用器皿，便于学生查阅。全书内容丰富，选材新颖，使学生在掌握必备的化学实验技能的基础上，初步具备获取知识和开拓创新的能力。

本书可作为高等院校公共基础化学实验课程教材，也可供从事相关专业的技术人员参考使用。

图书在版编目 (CIP) 数据

实验化学/戚洪彬, 姜浩主编. —北京: 化学工业出版社, 2020.3
高等学校教材
ISBN 978-7-122-36088-5

I. ①实… II. ①戚…②姜… III. ①化学实验-高等学校-教材 IV. ①O6-3

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2020) 第 006516 号

责任编辑: 窦臻 林媛
责任校对: 王静

装帧设计: 刘丽华

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: 三河市延风印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张9¼ 字数204千字 2020年3月北京第1版第1次印刷

购书咨询: 010-64518888

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: 28.00 元

版权所有 违者必究

教育部提出“金课”的标准为“两性一度”，即高阶性、创新性、挑战度。所谓“高阶性”，就是知识能力素质的有机融合，是要培养学生解决复杂问题的综合能力和高级思维。所谓“创新性”，是课程内容反映前沿性和时代性，教学形式呈现先进性和互动性，学习结果具有探究性和个性化。所谓“挑战度”，是指课程有一定难度，需要跳一跳才能够得着，对教师备课和学生课下有较高要求。化学是一门以实验为基础的学科，加强实验教学能够促进学生主动地学习，使他们切实掌握化学学科的基本实验技能。因此，实验化学是培养学生“创新性”和“挑战度”等素质能力最好的课堂。

近年来随着教学体系和制度的改革深入，在课程设置、课时分配、教材建设等方面正逐渐倾向于宽口径、厚基础和高素质复合型人才的培养。在新的课程体系下，各高校的实验化学已逐渐独立设置，增加实验学时，加强研究性和应用性实验内容。在此基础上，我们编写了这本教材，主要针对高等院校非化学专业的公共基础实践课程使用。

本教材突出三个层次的训练，即基本实验技能训练，应用性实验技能训练，综合性、设计性实验技能训练。基本实验技能训练，主要要求学生掌握规范的仪器洗涤、器皿干燥、试剂取用、沉淀分离与洗涤、重要容量器皿的使用和校准方法，学会溶液的配制与标定，建立“量”的概念。应用性实验技能训练，主要要求学生掌握常用仪器如酸度计、弹式量热计、分光光度计、电导率仪、氟离子选择性电极、离子分析仪、黏度计等的使用原理及操作技能，学会常用的实验测定方法。综合性、设计性实验技能训练，主要要求学生不仅巩固提高基本操作技能，更注重综合分析问题、解决问题能力的培养。通过综合性、设计性实验项目训练，使学生学会初步查阅文献资料，自行设计实验方案，独立完成实验操作，撰写实验总结。

本教材包括绪论、基础化学实验、综合化学实验、附录四部分。绪论主要介绍了实验化学课程的教学要求、学习方法、实验结果处理及基本常识等内容。基础化学实验部分选择了17个实验，综合化学实验部分选择了18个实验。在这些实验中主要以培养学生化学实验技能为目标，在加强基本实验技能训练和应用性实验技能训练的同时开设综合性、设计性实验，为学生建立一个较为完整的实验科学研究思维空间，逐步培养学生创新能力。附录部分主要包括常见阴、阳离子的分离与鉴定方法，常用硅

酸盐分析方法, 化学实验中常用数据, 化学实验常用器皿, 便于学生查阅。

本教材参考学时 48~64 学时, 可作为高等院校公共基础化学实验课程教材, 也可供从事相关专业的技术人员参考使用。

本教材由戚洪彬、姜浩主编, 陈洁、董雪玲任副主编。中国地质大学(北京)化学实验中心的梁树平、张秀丽、龙梅、杨德重、赵增迎、孙文秀、徐锦明、吴静、刘煊赫、孙兵、朱久娟、范寒寒、商虹、成媛媛等老师参加部分实验设计工作, 对本教材编写做出了一定贡献。

在本教材编写过程中, 中国地质大学(北京)郑红教授、王英滨高级工程师(教授级)、彭志坚教授提供了许多指导和帮助, 为本教材提出许多宝贵意见, 在此表示衷心感谢。

本教材获得中国地质大学(北京)教材建设项目及学科建设项目共同资助。

由于编者水平有限, 书中难免有不当之处, 敬请读者批评指正。

编者

2019 年 11 月

绪论 / 001

第一部分 基础化学实验 / 008

实验 1	化学实验中的基本操作	008
实验 2	酸碱标准溶液的配制与浓度的标定	019
实验 3	容量器皿的校准	023
实验 4	天平与称量	026
实验 5	化学反应速率与活化能的测定	031
实验 6	醋酸的解离度与解离常数的测定	036
实验 7	去离子水的制备与水质分析	043
实验 8	苯甲酸燃烧热的测定	047
实验 9	液体黏度的测定	050
实验 10	钼酸铵分光光度法测定磷	055
实验 11	配位化合物的组成及稳定常数的测定	057
实验 12	电导法测定 BaSO_4 的溶度积	060
实验 13	氟离子选择性电极测定水中的氟	062
实验 14	电极电势的测定	066
实验 15	蛋壳中钙、镁含量的测定	070
实验 16	茶叶中微量元素的鉴定与定量分析	074
实验 17	天然水总硬度的测定	076

第二部分 综合化学实验 / 081

实验 18	铅铋混合液中 Pb^{2+} 、 Bi^{3+} 的连续测定	081
实验 19	间接碘量法测定铜盐中的铜	083
实验 20	邻菲罗啉分光光度法测定水样中的铁	084
实验 21	可溶性氯化物中氯含量的测定 (设计实验)	086
实验 22	表面活性剂临界胶束浓度 CMC 的测定	087
实验 23	固体自溶液中的吸附	089
实验 24	双液系的汽液平衡相图	092

实验 25	乙酸乙酯皂化反应速率常数的测定	098
实验 26	蒸馏和沸点的测定	100
实验 27	乙醛的制备	104
实验 28	溴乙烷的制备	106
实验 29	苯甲酸的制备	109
实验 30	乙酸乙酯的制备	110
实验 31	叔丁基氯水解的反应速率	113
实验 32	未知离子的分离与鉴定	116
实验 33	水泥熟料中铁、铝、钙、镁含量的测定	116
实验 34	由粗氧化铜制备硫酸铜试剂及组分测定	117
实验 35	从含银废液或废渣中提取金属银并制取硝酸银	117

附录 / 119

附录 1	常见阳离子的分离与鉴定方法	119
附录 2	常见阴离子的分离与鉴定方法	124
附录 3	常用硅酸盐分析方法	127
附录 4	化学实验中常用数据	132
附录 5	化学实验常用器皿	140

参考文献 / 142

142	142
143	143
144	144
145	145
146	146
147	147
148	148
149	149
150	150
151	151
152	152
153	153
154	154
155	155
156	156
157	157
158	158
159	159
160	160
161	161
162	162
163	163
164	164
165	165
166	166
167	167
168	168
169	169
170	170
171	171
172	172
173	173
174	174
175	175
176	176
177	177
178	178
179	179
180	180
181	181
182	182
183	183
184	184
185	185
186	186
187	187
188	188
189	189
190	190
191	191
192	192
193	193
194	194
195	195
196	196
197	197
198	198
199	199
200	200

绪 论

实验化学是面向工科院校学生开设的一门独立的公共基础化学实验课程，以培养学生化学实验技能为目标。在加强基本实验技能训练和应用性实验技能训练的同时开设综合性、设计性实验，为学生建立一个较为完整的实验科学研究思维空间，逐步培养学生开拓和创新能力。

一、教学要求

第一部分为基础实验化学，共 17 个实验项目；第二部分为综合实验化学，共 18 个实验项目。实验内容主要包括基本实验技能训练、应用性实验技能训练、综合设计性实验技能训练三方面实验项目。

基本实验技能训练，主要要求学生掌握规范的仪器洗涤、器皿干燥、试剂取用、沉淀分离与洗涤、重要容量器皿的使用、校准方法，学会溶液的配制与标定，建立“量”的概念。

应用性实验技能训练，主要要求学生掌握常用仪器如酸度计、弹式量热计、分光光度计、电导率仪、氟离子选择性电极、离子分析仪、黏度计等的使用原理及操作技能，学会常用的实验测定方法。

综合设计性实验技能训练，主要要求学生不仅巩固提高基本操作技能，更注重综合分析问题、解决问题能力的培养。通过综合性、设计性实验项目训练，使学生学会初步查阅文献资料，自行设计实验方案，独立完成实验操作，撰写实验总结。

二、学习方法

实验化学是一门应用性很强的实验课程，“学以致用”是学生学习本课程的必备观念，因此，学生在学习过程中应有明确的目标，培养对实验的兴趣，树立对实验的信心，抓好

实验技能训练每一环节。

在实验过程中要求学生做到：

1. 课前充分预习，写好预习报告

预习报告内容包括：实验目的要求、实验原理、实验内容、思考题。书写要求简明扼要，切忌抄书。实验内容按不同实验要求，用方框、箭头或表格形式表达，便于指导实验操作，记录实验数据。

2. 实验中勤于动手，善于思考，认真务实

3. 实验后认真总结，写好实验报告

实验报告是培养学生思维能力、书写能力和总结能力的有效方法。实验报告格式由实验室统一设计，书写时要求字迹工整、语句通顺。报告内容包括以下几方面：

- ① 实验名称、实验日期。
- ② 实验目的：写明对本实验的要求。
- ③ 实验原理：简述实验的基本原理及反应方程式。
- ④ 实验内容：用箭头、方框、表格等形式简洁明了地表达实验进行的过程。
- ⑤ 实验结果及讨论：处理实验数据，对实验结果进行分析讨论，回答思考题等。

三、实验结果处理

在定量分析中，分析结果所表达的不仅仅是试样中待测组分的含量，还反映了测量的准确程度。因此，在实验数据的记录和结果的计算中，保留几位数字不是任意的，要根据测量仪器、分析方法的准确度来决定。要了解这些数据的可信赖程度，则必须学会检查分析产生误差的原因，并进一步研究消除误差的办法。

1. 测定结果的准确度和精密度

(1) 准确度 分析结果的准确度常用误差来表示。误差是指测得的结果和真实值之间的接近程度。两者越接近，则误差越小，分析结果的准确度越高。误差一般有两种表示方式。

① 绝对误差 绝对误差等于测得的结果与真实值之差。它的大小取决于所使用的器皿、仪器的精度及人的观察能力。但绝对误差不能反映误差在整个测量结果中所占的比例。

② 相对误差

$$\text{相对误差} = \frac{\text{绝对误差}}{\text{真实值}} \times 100\%$$

真实值是某一物理量本身具有的客观存在的真实数值。一般说来，真实值是未知的，但下列情况的真实值可以认为是知道的。

理论真值：如某化合物的理论组成等。

计量学约定真值：如国际计量大会上确定的长度、质量、物质的量单位等。

相对真值：认定精度高一个数量级的测定值作为低一级的测量值的真实值，这种真实

值是相对比较而言的。如科学实验中使用的标准试样及管理试样中组分的含量等。

相对误差可以反映误差对整个测量结果的影响，便于合理地比较各种情况下测定结果的准确度。

(2) 精密度 在实际分析工作中，往往对同一样品进行反复多次的平行试验，多次重复测定的分析结果的接近程度可用精密度来表示。分析结果的精密度一般可用偏差来反映，主要有以下几种表示方式。

① 绝对偏差 即个别测定的结果与 n 次重复测定结果的平均值之差。

$$\text{绝对偏差} = x_i - \bar{x}$$

式中， x_i 为任何一次测定结果的数据； \bar{x} 为 n 次测定结果的平均值。

② 相对偏差 测定的绝对偏差值在 n 次测定平均值中所占的比例。

$$\text{相对偏差} = \frac{\text{绝对偏差}}{n \text{ 次重复测定结果的平均值}} \times 100\%$$

③ 平均偏差

$$\bar{d} = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|}{n}$$

④ 标准偏差 是一种用统计概念表示测定精密度的方法。当重复测定的次数 $n \rightarrow \infty$ 次时，标准偏差用 σ 表示，计算公式如下：

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \mu)^2}{n}}$$

式中， μ 为无限多次测定的平均值，称为总体平均值，即

$$\lim_{n \rightarrow \infty} \bar{x} = \mu$$

当重复测量次数 $n < 20$ 时，用 s 表示标准偏差：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

用标准偏差来表示精密度是比较合理的，它能如实地反映每次测量产生偏差的影响。

2. 定量分析中误差产生的原因

在进行定量分析的一系列操作过程中，即便技术相当熟练的分析工作者使用最准确可靠的方法、仪器和试剂进行分析，都不可能获得绝对准确的结果，即测定过程中的“误差”是不可避免的。定量分析中误差可分成两类，即系统误差和随机误差。

(1) 系统误差 又称可测误差，是由某种固定的原因造成的，具有重复性、单向性。根据系统误差的性质和产生的原因，可将其分为以下几类：

① 方法误差 是由于分析方法不够完善而引入的误差。如重量分析中沉淀的溶解、共沉淀、灼烧时沉淀的分解或挥发等所引起的误差，滴定分析中指示剂选择不当、干扰离

子的影响等引起的误差等，系统地导致测定结果偏高或偏低。

② 仪器误差 是由于使用了未经校正的仪器而造成的误差。如使用的砝码质量、容量器皿刻度等不准确，由于未经校正，使其与真实值不相等。

③ 试剂误差 是由于使用的试剂或蒸馏水不纯，使分析结果系统偏高或偏低。

④ 主观误差 是由于分析人员本身的一些主观因素造成的误差。例如由操作者对指示剂终点颜色判断的差异和读取数据不准确等因素引入的误差。

当分析测定中存在系统误差时，它不影响多次重复测定的精密度，精密度数值可能十分好，但会影响到分析结果的准确度。所以，当评价分析结果时，不能仅从精密度高就作出准确度高的结论，而必须在校正了系统误差后，再判断其准确度高低。

(2) 随机误差 又称未定误差，是由一些随机的偶然的原因造成的。反映在多次同样测定的结果中，其误差值的大小和正负无一定的规律性。然而，当测量次数很多时，可以用统计方法找出它的规律，即：①真值出现机会最多；②绝对值相近而符号相反的正、负误差出现机会相等；③小误差出现的机会多，大误差的出现机会较小。

随机误差的大小可用“精密度”的大小来说明。分析结果的精密度越高，则随机误差越小。反之亦然。

在消除了系统误差以后，可用算术平均值来表示分析结果，并对测量结果的准确度进行评价。此时精密度高的分析结果，才是既准确、又精密的结果。

3. 提高分析结果准确度的方法

(1) 选择合适的分析方法 各种分析方法的准确度和灵敏度是不同的。重量分析和滴定分析，灵敏度虽不高，但对于高含量组分的测定，能获得比较准确的结果。对于低含量组分的测定，因允许有较大的相对误差，所以采用仪器分析法是比较合适的。

(2) 减小测量误差 为了保证分析结果的准确度，必须尽量减小测量误差。例如，一般分析天平的称量误差为 $\pm 0.0002\text{g}$ ，为了使测量时的相对误差在 0.1% 以下，试样质量就不能太小，必须在 0.2g 以上。在滴定分析中，滴定管读数常有 $\pm 0.01\text{mL}$ 的误差，在一次滴定中，需要读数两次，因此可能造成 $\pm 0.02\text{mL}$ 的误差。为了使测量时的相对误差小于 0.1% ，消耗滴定剂的体积必须在 20mL 以上，最好使体积在 25mL 左右，以减小相对误差。

(3) 消除系统误差 由于系统误差是由于某种固定的原因造成的，因而找出这一原因，就可以消除系统误差的来源。通常根据具体情况，采用下述几种方法来检验和消除系统误差。

① 进行对照试验 取“标准试样”或极纯的物质（已知被测组分的准确含量），采用与测定试样同样的方法和同样的条件，进行平行试验，找出校正值，作为“校正系数”来修正测定结果，从而达到消除由方法所引入的系统误差。

② 校准仪器 在实验前对所使用的仪器、器皿进行预先校正，并求出校正值，以减免仪器所带入的误差。

③ 进行空白试验 即在不加入试样的情况下，按所选用的测定方法，按同样的条件

和同样的试剂进行分析,以检查试剂和器皿所引入的系统误差。

④ 减小随机误差 依照随机误差出现的统计规律,可通过增加测定次数,使随机误差尽可能减小。从数学角度考虑,测定次数和算术平均值的随机误差之间有一定的关系。一般当测定次数达 10 次左右时,即使再增加测定次数,其精密性并没有显著的提高。因而在实际应用中,按经验只要仔细测定 2~4 次,即可使随机误差减小到很小。为了使分析中的随机误差尽可能减小,还必须注意以下几个方面:

- a. 必须按照分析操作规程,严格正确地进行操作;
- b. 实验过程要仔细、认真,避免一切偶然发生的事故;
- c. 重复审查和仔细地校核实验数据,尽可能减少记录和计算中的错误。

总之,误差产生的因素很复杂,必须根据具体情况,仔细地分析,认真找出原因,然后加以克服,以获得尽可能准确可靠的分析结果。

4. 有效数字及其运算规则

(1) 有效数字 有效数字是指一个数据中包含的全部确定的数字和最后一位可疑数字。因此,有效数字的确定是根据测量中仪器的精度而确定。例如,NaOH 标定实验中,使用的仪器有分析天平,精度为 0.1mg,滴定管精度为 0.01mL,称取邻苯二甲酸氢钾 0.5078g,滴定剂消耗体积为 24.07mL,这样计算出 $c(\text{NaOH})=0.1033\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$,应有 4 位有效数字,即最后一位是可疑数字,前三位都是确定的数字,若上述称量使用精度低的天平,则实验结果就不能达到 4 位有效数字。可见有效数字的书写表达取决于实验使用仪器的精度,在计算与记录数据时,有效数字位数必须确定,不能任意扩大与缩小。

(2) 有效数字位数确定

- ① 在有效数字中,最后一位是可疑数字。
- ② “0”在数字前面不作有效数字,“0”在数字的中间或末端,都看作有效数字。
- ③ 采用指数表示时,“10”不包括在有效数字中,例如上述数值写成 1.033×10^{-1} 或 10.33×10^{-2} ,都为 4 位有效数字。
- ④ 采用对数表示时,仅由小数部分的位数决定,首数(整数部分)只起定位作用,不是有效数字,例如 $\text{pH}=7.68$,则 $c(\text{H}^+)=2.1\times 10^{-8}\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$,只有 2 位有效数字。

(3) 有效数字的运算规则 在分析测定过程中,往往要经过若干步测定环节,读取若干次的实验数据,然后经过一定的运算步骤才能获得最终的分析结果。在整个测定过程中,多次读得的数据的准确度不一定完全相同。因而按照一定的计算规则,合理地取舍各数据的有效数字的位数,既可节省时间,又可以保证得到合理的结果。有关有效数字的运算规则主要有以下几条:

- ① 在表达的数据中,应当只有一位可疑数字。
- ② 弃去多余的或不正确的数字,可采用“四舍六入五成双”原则。即当尾数 4 时舍去;6 时进位;5 时,若 5 前面一位是奇数则进位,偶数则舍去。这样可部分抵消由 5 的舍、入所引起的误差。当测量值中被修约的那个数字等于 5 时,如果其后还有数字,则该数字总是比 5 大,在这种情况下,该数字以进位为宜。修约数字时,只允许对原测量值一

次修约到所需要的位数,不能分次修约。

③ 在加减法运算中,以绝对误差最大的数为准来确定有效数字的位数。例如:将 0.0121, 27.60 和 1.04268 三个数相加,根据上述原则,上述三个数的末位均是可疑数字,它们的绝对误差分别为 ± 0.0001 , ± 0.01 和 ± 0.00001 。其中绝对误差最大的为 27.60。因此在运算中,应以绝对误差最大的数为依据来确定运算结果的有效数字位数。先将其他数字依舍弃原则取到小数点后两位,然后再相加。

④ 在乘除运算中,以有效数字位数最少的数,即相对误差最大的数为准,来确定结果的有效数字位数。

对于高含量组分(如 $>10\%$)的测定,一般要求分析结果以 4 位有效数字报出;对中等含量的组分(例如 $1\% \sim 10\%$),一般要求以 3 位有效数字报出;对于微量组分($<1\%$),一般只以 2 位有效数字报出。在化学平衡计算中,一般保留 2 位或 3 位有效数字。计算 pH 值时,小数部分才是有效数字,只需保留 1 位或 2 位有效数字。

当计算分析测定结果精密度和准确度时,一般只保留 1 位有效数字,最多取 2 位。

在计算中常会遇到一些分数。例如从 250mL 容量瓶中移取 25mL 溶液,即取 $1/10$,这里的“10”是自然数,可视为足够有效,不影响计算结果的有效数字位数。

若某一数据的首位数字大于或等于 9,在进行乘除运算时,有效数字的位数可多算一位。例如 9.46,虽然只有 3 位有效数字,但由于首位为 9,故可看成有 4 位有效数字参与运算。

四、实验化学基本常识

1. 化学实验室学生守则

进行实验时必须严格遵守下列规则:

- ① 实验前一定要做好准备工作,预习实验内容,写好预习报告。否则不得进入实验室。
- ② 遵守纪律,保持肃静,思想集中,认真操作。
- ③ 仔细观察各种现象,并如实地详细记录在实验报告中。
- ④ 实验过程中,随时注意保持工作地区的整洁。废液倒入废液桶中,严禁倒入水槽内,以防水槽堵塞和腐蚀。
- ⑤ 爱护国家财物,小心使用实验室设备和仪器,节约用水、电和煤气。
- ⑥ 使用药品时应注意以下几点:
 - a. 药品应按规定量取,如果书中未规定用量,应注意节约。
 - b. 取用固体药品时,注意勿使其撒落。
 - c. 药品自瓶中取出后,不应再倒回原瓶中,以免带入杂质而引起瓶中药品变质。
 - d. 试剂瓶用后,应立即盖上塞子,放回原处,以免盖错瓶塞,混入杂质。
 - e. 实验完毕,需回收的药品应倒入回收瓶中。
- ⑦ 实验后,应将仪器洗刷干净,擦净实验台,检查水、电、气。得到教师许可后,

才能离开实验室。

2. 实验室安全守则

① 涉及有毒或有恶臭的物质的实验，都应在通风橱中进行。

② 涉及挥发性和易燃物质的实验，都应在离火较远的地方进行，并尽可能在通风橱中进行。

③ 强氧化剂（如氯酸钾、高氯酸）及其混合物（如氯酸钾与红磷、碳、硫等的混合物），不能研磨，否则易发生爆炸。

④ 不纯的氢气遇火易爆炸，操作时必须严禁接近烟火。点燃前，必须先检验并确保纯度。银氨液须随配随用，不能保存，因其久置后易爆炸。

⑤ 浓酸、浓碱具有强腐蚀性，切勿溅在皮肤或衣服上，眼睛的安全更应注意。稀释浓硫酸时，应将浓硫酸慢慢地注入水中，并不断搅拌，切勿将水注入浓硫酸中，以免溅出。

⑥ 加热试管时，切勿将试管口指向别人或自己，也不要俯视正在加热的液体，以免液体溅出伤人。

⑦ 有毒药品（如重铬酸钾、砷和汞的化合物、镉盐和铅盐等）的剩余废液应倒入指定的废液桶，不得进入口内或接触伤口。

⑧ 金属汞易挥发，当被人吸到体内后，易引起慢性中毒。一旦把汞洒落在桌面或地上，必须尽可能收集起来，并用硫黄粉盖在洒落的地方，使汞变成不挥发的硫化汞。

⑨ 实验室所有药品不得携出室外。

⑩ 酒精灯或煤气灯随用随点，不用时，将酒精灯盖上罩子，煤气灯应关紧龙头。每次实验完毕，应将手洗净后才能离开实验室。

3. 实验室中意外事故处理

(1) 起火 要立即灭火，采取措施防止火势扩展，例如，切断电源，移走易燃药品等。灭火的方法要根据起火的原因选用合适的措施：一般的小火可用湿布、石棉布或沙子覆盖燃烧物；火势大时可使用泡沫灭火器，但电器设备所引起的火灾，只能使用四氯化碳和二氧化碳灭火器灭火，不能使用泡沫灭火器，以免触电；只有当火场及其周围没有存放能跟水发生剧烈反应的药品（例如金属钠）时，才能用水来灭火。

(2) 烫伤 用高锰酸钾或苦味酸溶液涂于灼伤处，再搽上凡士林、烫伤膏或直接涂上玉树仁油。

(3) 吸入 Br_2 或 Cl_2 时，可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒。吸入 H_2S 气体而感到头晕时，应到室外呼吸新鲜空气。

(4) 受强酸腐蚀受伤 用水冲洗，搽上 NaHCO_3 、油膏或凡士林。

(5) 受强碱腐蚀受伤 用水冲洗，用 1% 柠檬酸或硼酸饱和液洗涤，再搽上凡士林。

(6) 割伤 用水洗净伤口，搽上龙胆紫药水，再用纱布包扎。如伤口较大，应立即赴医务室医治。

第一部分



基础化学实验

实验 1 化学实验中的基本操作



一、仪器的洗涤

不清洁的实验仪器常常会影响实验的效果。一般说来,附着在仪器上的污染物有可溶性物质、不溶性物质、油污及有机物等。应根据实验要求、污染物性质和沾污程度选用相应的洗涤方法。

1. 物理方法

物理方法是借助机械摩擦作用除去污染物。用毛刷刷洗,能除去可溶性物质、尘土及一般的不溶性物质。若要除去油污和有机物,则先用少量水润湿仪器,再洒入少许去污粉,并用毛刷擦洗,然后用自来水冲净去污粉,最后再用蒸馏水洗3次,一般就能满足实验要求。但是精密量器不得用去污粉清洗,以免砂粒磨损仪器。

2. 化学方法

化学方法是借助化学反应除去污染物。通常是采用试剂(如铬酸洗液、有机溶剂等)洗涤。铬酸洗液是由 $K_2Cr_2O_7$ 与浓 H_2SO_4 配制而成,呈深褐色。洗液具有很强的氧化性,能很好地除去油污和有机物。它常用于洗涤精密的玻璃量器,如移液管、滴定管和容量瓶等。洗涤时,先往量器内倒入少量洗液,并慢慢倾斜转动量器。待其内壁全部被洗液润湿后,将洗液倒回原瓶中。然后用自来水洗去器壁上残留的洗液,最后再用蒸馏水洗3次,一般就能满足实验要求。

如果用洗液将量器浸泡一段时间,则去污效果更好。铬酸洗液如呈绿色,则表明失效,不能再继续使用。

对于特殊物质的除去,还可采用适当的化学试剂。例如,器皿上沾有较多 MnO_2 ,用

酸性 FeSO_4 溶液或草酸溶液洗涤；铁盐引起的黄色污染可用稀 HCl 或 HNO_3 洗涤；沾有碘可用碘化钾溶液浸泡片刻或用 Na_2SO_3 溶液洗涤；银镜反应沾附的银可用 HNO_3 洗掉，仍洗不掉时可稍微加热。

已洗净的器皿壁上不应附着不溶物、油垢，可以被水完全湿润，把器皿倒过来，如果水沿器壁流下，器壁上只留下一层薄而均匀的水膜，不挂水珠，则表示器皿已经洗净。洗净的器皿不能再布或滤纸擦，因为布或滤纸的纤维会留在器壁上，弄脏器皿。在定性、定量实验中，由于杂质的引入会影响实验的准确性，对器皿洗涤的要求比较高，除一定要求器壁上不挂水珠外，还要用蒸馏水或去离子水淋洗 3 次。

二、器皿的干燥

可根据不同的情况，采用下列方法将洗净的器皿干燥。

(1) 晾干 实验结束后，可将洗净的器皿倒置在干燥的实验柜内（如倒置后不稳定的器皿则应平放）或器皿架上晾干，以供下次实验使用。

(2) 烤干 烧杯和蒸发皿等可以放在石棉网上用小火烤干。试管可直接用小火烤干，操作时应将管口向下并不断来回移动试管，待水珠消失后，使管口朝上，把水汽赶出去。

(3) 烘干 将洗净的器皿放进烘箱中烘干，放进烘箱前要把水沥干。

(4) 用有机溶剂干燥 在洗净器皿内加入少量有机溶剂（最常用的是酒精和丙酮），转动仪器使器皿中的水与其混合，倾出混合液（回收），放置（或吹风）使仪器干燥（不能放烘箱内干燥）。

带有刻度的定量容器不能用加热的方法进行干燥，一般可采用晾干或有机溶剂干燥的方法，吹风时宜用凉风。

三、化学试剂的取用

1. 固态试剂的取用

固态试剂一般用药勺取用，不得用手直接拿取。药勺的两端为大小两个匙，分别取用大量固体和少量固体。试剂一经取出，就不能再倒回原瓶中，多余的试剂可放入指定容器。

2. 液态试剂的取用

液态试剂一般用量筒量取或用滴管吸取。

(1) 量筒 量筒有 5mL、10mL、50mL、100mL、1000mL 等规格。取液时，先取下试剂瓶的瓶塞并将它仰放在桌上。一手拿量筒，另一手拿试剂瓶（注意试剂标签应在手心处），瓶口紧靠量筒口边缘，然后慢慢倒出所需体积的试剂。最后将瓶口在量筒上靠一下，再把试剂瓶竖直，以免留在瓶口的液滴流到瓶的外壁（图 1-1-1）。读取刻度时，视线应与液体弯月面在同一水平面上。如果倾出了过多的液体，只好把它弃去，不得倒回原瓶。试剂取用后，必须立即将瓶塞盖好，放回原处。

量筒不能作反应器用，也不能盛热的液体，更不能用来加热液体。

(2) 滴管 使用时,先用手指紧捏滴管上部的橡胶头,赶走其中的空气,然后松开手指,吸入试液。将试液滴入试管等容器时,应将滴管放在试管口的正中上方,使试液滴入试管中,不得将滴管插入容器中(图 1-1-2)。滴管只能专用,用完后放回原处。一般的滴管一次可取 1mL (约 20 滴) 试液。

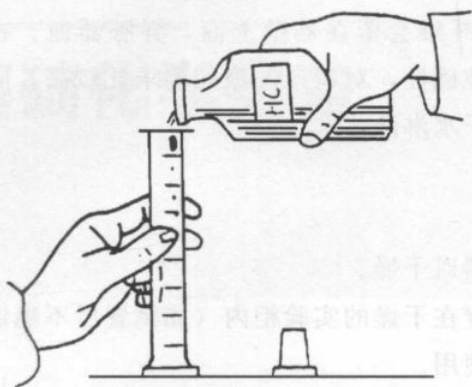


图 1-1-1 用量筒取液

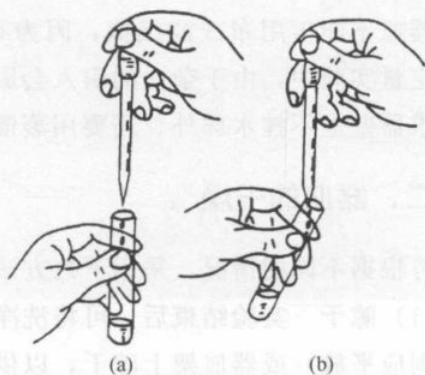


图 1-1-2 用滴管加试剂

(a) 正确; (b) 不正确

四、滴定管、容量瓶和移液管的使用

滴定管、容量瓶和移液管都能准确量取液态试剂。读数时都必须使液体弯月面与仪器上的刻度线相切,并且与视线在同一水平面上。

1. 滴定管

滴定管分为酸式滴定管和碱式滴定管两种(图 1-1-3)。滴定管的容量一般为 10mL、25mL、50mL,最小刻度 0.1mL,可以读到小数点后两位。

酸式滴定管的下端为一个玻璃活塞,开启活塞,液体即自管内滴出。使用前,先取下活塞,洗净后用滤纸将水吸干,然后在活塞两头涂一层很薄的凡士林油(切勿堵住塞孔),如图 1-1-4。装上活塞并转动,使活塞与塞槽接触处呈透明状态。最后装水试验是否漏液。

碱式滴定管的下端是用橡胶管连接一支带有尖嘴的小玻璃管。橡胶管内装有 1 个玻璃圆球(图 1-1-5)。用左手拇指和食指轻轻地往一边挤压玻璃球外面的橡胶管,使管内形成一缝隙,液体即滴出(挤压时,手指要放在玻璃球的稍上部。如果放在球的下部,松开后,在尖嘴玻璃管中会出现气泡)。

使用滴定管前,为保持滴定管中溶液浓度与原来浓度相同,应先用 5~10mL 该溶液洗涤滴定管 2~3 次。洗法是注入溶液后,将滴定管横过来,慢慢转动,使溶液流遍全管,然后将溶液自下放出。洗好后,即可装入溶液。在向滴定管倒入溶液时,宜直接倒入,而不应借用其他的仪器,以免浓度发生变化。

必须注意,滴定管下端不能有气泡。快速放液,可赶走酸式滴定管中的气泡;轻抬起尖嘴玻璃管,并用手指挤压玻璃球,可赶走碱式滴定管中的气泡(图 1-1-6)。