

高等学校教材

# 大学化学实验

郑 红 戚洪彬 梁树平 编

地 质 出 版 社

· 北 京 ·

## 内 容 提 要

本书是针对地质类院校公共基础课大学化学实验编写的相应教材。全书包括基本实验技能训练、应用性实验技能训练及综合性和设计性实验技能训练三部分内容, 共计 21 个实验项目, 涵盖化学实验中的基本操作, 重要容量器皿的校准方法, 溶液的配制与标定, 常用仪器如天平、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方法, 以及典型的综合性、设计性实验项目。在附录中列出了常用分析测试方法、化学实验中常用数据等, 为学有余力的学生提供了深入学习和研究的参考资料。全书内容丰富, 选材新颖, 兼具基础性、系统性、应用性特点, 在实验内容上更多考虑了地质类院校学科的特点, 体现了地质、环境、材料的特色, 使学生在掌握必备的化学实验技能和方法的基础上, 初步具备获取知识和开拓创新的能力。

本书也可作为其他工科院校公共基础化学实验课程教材使用。

### 图书在版编目 (CIP) 数据

大学化学实验/郑红, 戚洪彬, 梁树平编. —北京:  
地质出版社, 2005. 9

ISBN 7-116-04609-7

I. 大... II. 郑... ②戚... ③梁... 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 102568 号

### DAXUE HUAXUE SHIYAN

---

责任编辑: 王 璞

责任校对: 闫伟丽 田建茹

出版发行: 地质出版社

社址邮编: 北京海淀区学院路 31 号, 100083

电 话: (010) 82324508 (邮购部); (010) 82324572 (编辑室)

网 址: <http://www.gph.com.cn>

电子邮箱: [zbs@gph.com.cn](mailto:zbs@gph.com.cn)

传 真: (010) 82310759

印 刷: 北京朝阳区小红门印刷厂

开 本: 787 mm × 1092 mm  $\frac{1}{16}$

印 张: 7

字 数: 155 千字

印 数: 1—3100 册

版 次: 2005 年 9 月北京第一版·第一次印刷

定 价: 8.00 元

ISBN 7-116-04609-7/0 · 21

---

(凡购买地质出版社的图书, 如有缺页、倒页、脱页者, 本社出版处负责调换)

# 前 言

化学实验是化学教学过程中的重要环节，在培养工科学生的基础知识、实践能力和科学素质等方面起着不可替代的作用。加强实验教学环节，提高学生动手能力，增强学生的创新意识，已成为 21 世纪全面提高学生素质的迫切要求。但过去化学类课程偏重于传授理论知识，实验教学只是作为验证理论的一种手段，实验学时过少，实验内容陈旧过时，存在低水平、同一水平重复现象，缺乏研究性和应用性实验。新的课程体系倾向于独立设置化学实验课程，在此基础上我们编写了这本教材。

《大学化学实验》是针对地质类院校公共基础课大学化学实验编写的相应教材，具有以下：

1) 以素质教育为根本出发点，包括基本实验技能训练、应用性实验技能训练及综合性和设计性实验技能训练三部分内容，兼具基础性、系统性、应用性特点，使学生在掌握必备的化学实验技能和方法的基础上，初步具备获取知识的能力和开拓创新的能力。

2) 教学内容依据“大学基础化学实验课的教学目标和基本要求”，在多年教学经验总结和资料积累的基础上，参考了多本面向 21 世纪大学化学实验的有关素材，进行了整合、筛选和补充，所有实验内容都已经过三年教学实践，并在实践中不断补充、修改和完善，因此可操作性强。

3) 在实验内容上更多考虑了地质类院校学科的特点，体现了地质、环境、材料的特色。为方便学生进行设计性实验，在附录中列出了常用分析测试方法、化学实验中常用数据等，为学有余力的学生提供了深入学习和研究的参考资料。

4) 参考学时为 48 ~ 64 学时。本书也可作为其他工科院校公共基础化学实验课程教材使用。

全书主要由中国地质大学（北京）郑红、戚洪彬、梁树平编写。王英滨、龙梅、陈洁、姜浩、张泽朋、张秀丽、董雪玲、王军玲、陈力平、徐锦明、赵增迎、孙文秀等参加了部分实验工作，对本教材的编写做出了一定贡献。

本教材在编写过程中受到北京大学鲁安怀教授，清华大学丁明玉副教授，中国地质大学（北京）姚志健教授、马鸿文教授、白志民教授的亲切关怀和热情指导，为本教材提出了许多宝贵意见，在此表示衷心感谢。本教材的出版得到了中国地质大学（北京）教材建设项目的资助。

由于编者水平有限，加之时间较紧，书中难免有错误与不妥之处，恳请广大读者批评指正。

编者

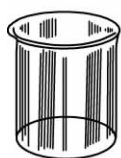
2005 年 5 月

# 目 录

前言 .....	( I )
化学实验常用器皿 .....	( V )
绪论 .....	( 1 )
<b>第一部分 基本实验技能训练 .....</b>	<b>( 8 )</b>
实验一 化学实验中的基本操作 .....	( 8 )
实验二 酸碱标准溶液的配制与浓度的标定 .....	( 15 )
实验三 容量器皿的校准 .....	( 19 )
实验四 天平与称量 .....	( 22 )
<b>第二部分 应用性实验技能训练 .....</b>	<b>( 27 )</b>
实验五 化学反应速率与活化能的测定 .....	( 27 )
实验六 醋酸的解离度与解离常数的测定 .....	( 31 )
实验七 去离子水的制备与水质分析 .....	( 37 )
实验八 苯甲酸燃烧热的测定 .....	( 41 )
实验九 液体黏度的测定 .....	( 44 )
实验十 钼酸铵分光光度法测定磷 .....	( 49 )
实验十一 配位化合物的组成及稳定常数的测定 .....	( 55 )
实验十二 电导法测定硫酸钡的溶度积 .....	( 58 )
实验十三 氟离子选择性电极测定水中的氟 .....	( 60 )
实验十四 电极电势的测定 .....	( 64 )
<b>第三部分 综合性、设计性实验技能训练 .....</b>	<b>( 68 )</b>
实验十五 蛋壳中钙、镁含量的测定 .....	( 68 )
实验十六 茶叶中微量元素的鉴定与定量分析 .....	( 72 )
实验十七 天然水总硬度的测定 .....	( 75 )
实验十八 未知离子的分离与鉴定 .....	( 78 )
实验十九 水泥熟料中铁、铝、钙、镁含量的测定 .....	( 79 )
实验二十 由粗氧化铜制备硫酸铜试剂及组分测定 .....	( 80 )
实验二十一 从含银废液或废渣中提取金属银并制取硝酸银 .....	( 81 )
<b>附录 .....</b>	<b>( 82 )</b>
附录 1 常见阳离子的分离与鉴定方法 .....	( 82 )

附录 2	常见阴离子的分离与鉴定方法	(86)
附录 3	常用硅酸盐分析方法	(89)
附录 4	化学实验中常用数据	(93)
附表 4-1	常用酸碱试剂的浓度和密度	(93)
附表 4-2	常用酸碱指示剂	(93)
附表 4-3	酸碱混合指示剂	(93)
附表 4-4	常用缓冲溶液的配制	(94)
附表 4-5	沉淀及金属指示剂	(94)
附表 4-6	氧化还原法指示剂	(95)
附表 4-7	难溶电解质的溶度积 (298.15K)	(95)
附表 4-8	标准电极电势 (298.15K)	(96)
附表 4-9	一些常见配位化合物的稳定常数	(98)
附表 4-10	常用基准物质	(98)
附表 4-11	常见离子和化合物的颜色	(99)
附表 4-12	298.15K 时各种酸的解离常数	(100)
附表 4-13	298.15K 时各种碱的解离常数	(101)
参考文献		(102)

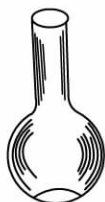
# 化学实验常用器皿



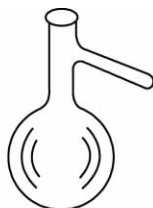
烧杯



圆底烧瓶



平底烧瓶



蒸馏烧瓶



锥形瓶



细口试剂瓶



广口瓶



称量瓶



药勺



蒸发皿



表面皿



试管



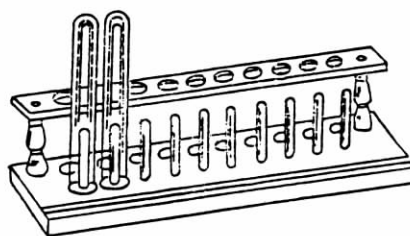
离心试管



吸管



试管刷



试管架和试管



玻璃棒



试管夹



洗瓶



分液漏斗



滴瓶



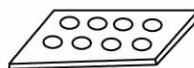
漏斗



布氏漏斗



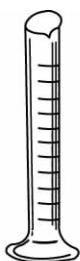
吸滤瓶



点滴板



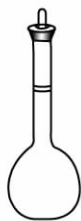
研钵



量筒



量杯



容量瓶



吸量管

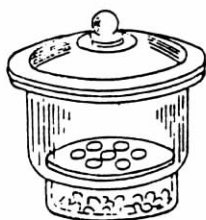


移液管



酸式 碱式

滴定管



干燥器



坩埚



泥三角



坩埚钳



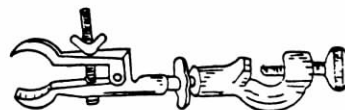
酒精灯



石棉网



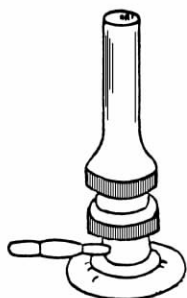
三脚架



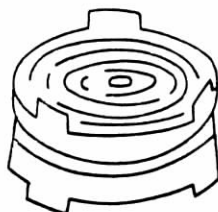
铁夹



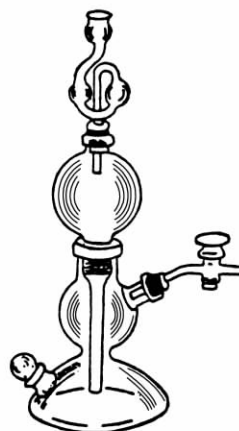
水浴锅



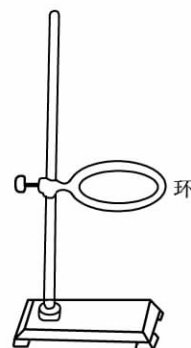
煤气灯



电炉



启普发生器



铁架台

# 绪 论

大学化学实验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,逐步培养学生的开拓和创新能力。

## 一、教学要求

第一部分为基本实验技能训练,主要包括:化学实验中的基本操作,酸碱标准溶液的配制与浓度的标定,容量器皿的校准,天平与称量等四个实验项目,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及校准方法,学会溶液的配制与标定,建立“量”的概念。

第二部分为应用性实验技能训练,主要包括:化学反应速率与活化能的测定,醋酸解离度与解离常数的测定,去离子水的制备与水质分析,苯甲酸燃烧热的测定,液体黏度的测定,钼酸铵分光光度法测定磷,配位化合物的组成及稳定常数的测定,电导法测定硫酸钡的溶度积,氟离子选择性电极测定水中的氟,电极电势的测定等十个实验项目,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。

第三部分为综合性、设计性实验技能训练,主要包括:蛋壳中钙、镁含量的测定,茶叶中微量元素的鉴定与定量分析,天然水总硬度的测定,未知离子的分离与鉴定,水泥熟料中铁、铝、钙、镁含量的测定,由粗氧化铜制备硫酸铜试剂及组分测定,从含银废液或废渣中提取金属银并制取硝酸银等七个实验项目,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

大学化学实验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,即写明对本实验的要求;③实验原理,即简述实验的基本原理及反应方程式;④实验内容,即用箭头、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,即处理实验数据,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、分析方法的准确程度来决定。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。

**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。

**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、物质的量单位等等;相对真值,即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,我们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。

**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  $n$  次测定的结果的平均值。

**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:

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

平均偏差

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

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  $\sigma$  表示,计算公式如下:

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

式中  $\mu$  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,即便使用最准确可靠的方法、仪器和试剂,同时由技术相当熟练的分析工作者进行分析,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:

**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。

**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。

**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。

**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,不能仅据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 $0.2\text{g}$ 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 $20\text{mL}$ 以上,最好使体积在 $25\text{mL}$ 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。

**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,从而消除由方法所引入的系统误差。

**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,以免仪器所带入的误差。

**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,其精密度也不会有显著的提高。因而在实际应用中,按经验只要仔细测定 $2\sim 4$ 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:①必须按照分析操作规程,严格正确地进行操作;②实验过程要仔细、认真,避免一切偶然发生的事故;③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所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的。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)有效数字位数的确定

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 $1.033 \times 10^{-1}$ 或 $10.33 \times 10^{-2}$ ,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。即当尾数为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则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 $\pm 0.0001$ , $\pm 0.01$ 和 $\pm 0.00001$ 。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则,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,只须保留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、化学实验基本常识

### 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。废液应倒入废液桶中,严禁倒在水槽内,以防水槽堵塞和腐蚀。
- 5) 爱护财物,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:①药品应按规定量取,如果书中未规定用量,应注意节约;②取用固体药品时,注意勿使其撒落;③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;④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;⑤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、煤气。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、炭、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。银氨液不能保存,因久置后也易爆炸。
- 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,并用硫磺粉盖在洒落的地方,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,煤气灯应关紧阀门。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,再搽上凡士林或烫伤膏。

3) 吸入  $\text{Br}_2$  蒸气或  $\text{Cl}_2$  气体时,可吸入少量酒精和乙醚的混合蒸气以解毒。吸入  $\text{H}_2\text{S}$  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  $\text{NaHCO}_3$ 、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 基本实验技能训练

## 实验一 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。如用毛刷刷洗,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  $H_2SO_4$  配制而成的,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。

对于特殊物质的清除,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;银镜反应粘附的银或铜可用  $HNO_3$  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,检验的方法是用水完全湿润器皿后再把它倒过来,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。洗净的器皿不能再用布或滤纸擦,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,采用下列方法使洗净的器皿干燥。

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醇),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)。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。

量筒不能用作反应器,也不能盛热的液体,更不能用来加热液体。

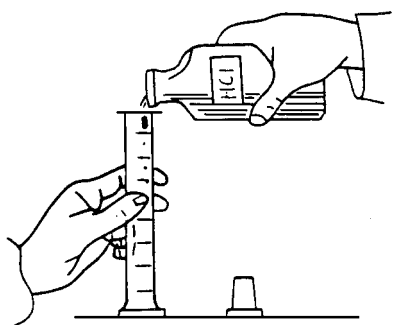


图 1-1 用量筒取液

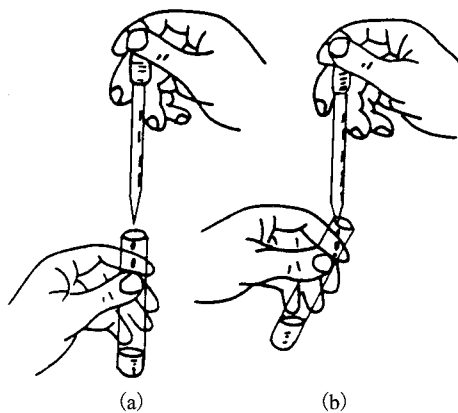


图 1-2 用滴管加试剂

(a) 正确;(b) 不正确

## (2) 滴管

使用时,先用手指紧捏滴管上部的橡皮头,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 1-2)。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。

## 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 1-3)。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 1-4。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皮管连接一支带有尖嘴的小玻璃管,橡皮管内装有 1 个玻璃圆球(图 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皮管,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,松手后,在尖嘴玻璃管中会出现气泡)。

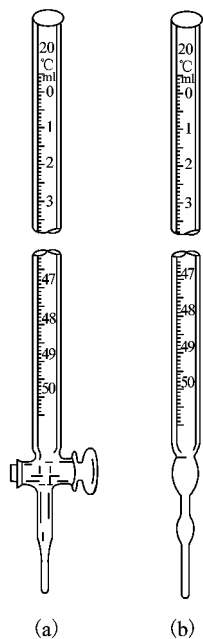


图 1-3 滴定管示意图

(a) 酸式滴定管; (b) 碱式滴定管

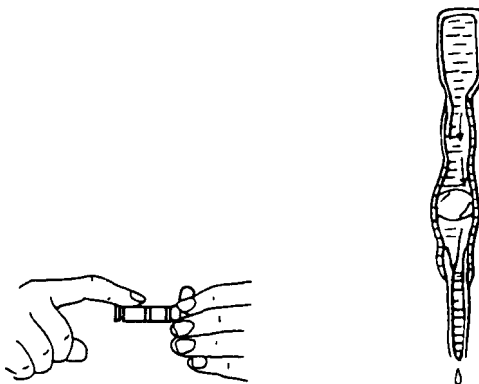


图 1-4 涂凡士林

图 1-5 碱式滴定管的下端

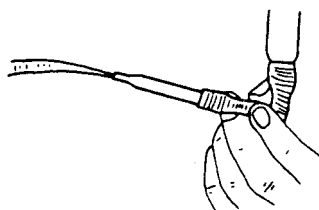


图 1-6 碱式滴定管排气泡的方法