

工科化学基本实验

主 编 吴俊方

副主编 王玉琴 曹淑红 吴玉芹

东南大学出版社

内 容 提 要

本书是为了适应实验教学改革,便于教学计划的统一制订和实施而编写的。

全书分为五个部分:化学实验基本知识 无机及分析化学基本实验 有机化学基本实验 物理化学基本实验 附录。教材中共列出基本实验项目 200 个,所设计的大部分实验项目考虑到了环保要求,同时介绍了微型化实验方法。为了同学预习的方便,本教材在编写中特意把实验仪器使用附录放在了相关的实验项目当中并在书后加了索引,以引起同学们在学习中注意。

本书适合作为工科院校非化工或准化工类专业的实验教材,可供同类学校使用。

图书在版编目(CIP)数据

工科化学基本实验 裴俊方主编 南京:东南大学出版社,2004.12
ISBN 7-03-016412-2
I. 裴… II. 裴… III. 工科化学—高等学校—教材 IV. O6-44

I 裴俊方编 II 吴耀辉编 III 工科化学高等学校教材 IV O6-44

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 042350 号

东南大学出版社出版发行
(南京四牌楼 2 号 邮编 210096)
出版人 宋增民

江苏省新华书店经销 印刷
开本 787mm×1092mm 1/16 印张 16.5 字数 380 千字
2004 年 12 月第 1 版 2004 年 12 月 1 次印刷
印数 1~5000 册 定价 25.00 元

(凡因印装质量问题,可直接向读者服务部调换。联系电话 025-52091118)

前摇摇言

本书是参照《本科教学工作水平评估指标体系》的要求,根据盐城工学院基础化学实验中心多年来使用的各种教材、自编的实验讲义,以及多年教学实践经验,编写的一本适合本校实际教学情况的教材。

本教材针对校情将无机及分析化学实验、有机化学实验、物理化学实验系统地集合到一起,绝大多数实验项目是本校每年都开设的经典实验项目,内容和本校的具体情况完全吻合,有利于实验教学改革的实施。全书共分为五个部分:第一部分主要介绍了化学实验基本知识;第二部分为开设的无机及分析化学实验项目;第三部分为开设的有机化学实验项目;第四部分为开设的物理化学实验项目;第五部分为附录。在编写本书时,除了保留传统的验证性实验项目外,也考虑到了综合性的实验项目并增加了设计性和研究型实验项目,加强了实验项目的应用性。本书适用于环境工程、食品科学与工程、生物工程、无机非金属材料工程、金属材料工程、高分子材料与工程、轻化工程等非化工或准化工类专业使用。

参与本书主编人员有王玉琴、曹淑红(第一篇、第二篇),吴玉芹(第三篇),吴俊方(第四篇、附录),全书由吴俊方统稿。在本书的编写过程中还得到了盐城工学院基础化学课程组有关老师的帮助和支持,在此表示衷心的感谢!

限于编者的水平,在本书的编写过程中难免存在一些问题,请使用者不吝赐教,批评指正。

编摇者

圆园园年 远月

目 录

第一篇 化学实验基本知识

第一章 绪论	1
第二章 化学实验基本知识	2
第一节 实验室用水与化学试剂	2
第二节 溶液及其配制	3
第三节 常用气体与纯化	4
第四节 常用仪器及其基本操作	5
第五节 微型化学实验简介	6
第六节 绿色化学简介	7
第七节 实验误差与数据处理	8

第二篇 无机及分析化学基本实验

第一章 基本操作与技能训练	9
实验一 玻璃仪器的认领、洗涤和干燥	9
实验二 灯的使用、玻璃的简单加工与塞子钻孔	10
实验三 台秤和分析天平的称量练习	11
实验四 量器的使用和溶液的配制	12
实验五 容量仪器的校正	13
实验六 硫酸铜的提纯	14
实验七 滴定操作练习	15
第二章 无机及分析化学基本实验	16
实验一 电离平衡与沉淀反应	16
实验二 化学反应摩尔焓变的测定	17
实验三 醋酸电离常数的测定	18
实验四 磺基水杨酸合铁(Ⅲ)配合物的组成和稳定常数的测定	19
实验五 化学反应速率与活化能测定	20
实验六 盐酸标准溶液的标定	21
实验七 氢氧化钠标准溶液的配制与标定	22
实验八 铵盐中氮含量的测定(甲醛法)	23

摇实验九摇砷铈标准溶液的配制与标定	120
摇实验十摇水的总硬度测定	120
摇实验十一摇铝合金中铝含量的测定	121
摇实验十二摇“胃舒平”药片中铝和镁含量的测定	121
摇实验十三摇硫代硫酸钠标准溶液的配制与标定	121
摇实验十四摇硫酸铜中铜含量的测定	121
摇实验十五摇邻二氮菲分光光度法测定铁	121
摇实验十六摇硫酸亚铁铵的制备与含量测定	121
摇实验十七摇三草酸合铁(Ⅲ)酸钾的合成和组成测定	121

第三篇摇有机化学基本实验

摇实验一摇熔点测定及温度计校正	122
摇实验二摇简单蒸馏	122
摇实验三摇分馏	122
摇实验四摇正溴丁烷的制备	122
摇实验五摇环己酮的制备	122
摇实验六摇三苯甲醇的制备	122
摇实验七摇乙酸乙酯的制备	122
摇实验八摇乙酸正丁酯的制备	122
摇实验九摇苯胺的制备	122
摇实验十摇乙酰苯胺的制备	122
摇实验十一摇肉桂酸的制备	122
摇实验十二摇正丁醚的制备	122
摇实验十三摇己二酸的制备	122
摇实验十四摇对甲苯磺酸的制备	122
摇实验十五摇糖的化学性质	122
摇实验十六摇从茶叶中提取咖啡碱	122

第四篇摇物理化学基本实验

摇实验一摇恒温槽的装配与性能测试	123
摇实验二摇气化法测定分子量	123
摇实验三摇燃烧热的测定	123
摇实验四摇液体饱和蒸气压的测定	123
摇实验五摇凝固点降低法测定相对分子质量	123
摇实验六摇二元液系的气液平衡相图	123
摇实验七摇二组分金属固-液平衡相图	123
摇实验八摇醋酸电离常数的测定(电导率法)	123

实验九 原电池电动势的测定	158
实验十 蔗糖的转化 (一级反应)	160
实验十一 乙酸乙酯皂化反应速率常数测定	162
实验十二 溶液表面张力的测定	164
实验十三 液体黏度的测定	166
实验十四 溶解热的测定	168
实验十五 溶胶的制备及电泳	170

附录

附录一 中华人民共和国法定计量单位	172
附录二 标准电极电位	174
附录三 弱电解质的电离常数	176
附录四 配离子的稳定常数	178
附录五 溶度积常数	180
附录六 常用酸碱的质量分数和相对密度	182
附录七 常见离子和化合物的颜色	184
附录八 水的饱和蒸气压	186
附录九 水的密度	188
附录十 滴定分析中常用的指示剂	190
附录十一 氢氧化物沉淀和溶解时所需的 pH 值	192
附录十二 常见离子鉴定方法	194
附录十三 常用缓冲溶液的配制	196
附录十四 液体的折射率	198
附录十五 单位换算表	200
附录十六 几种有机物质的蒸气压	202
附录十七 不同温度下水的表面张力 σ	204
实验仪器使用索引	206
参考文献	208

第一篇

化学实验基本知识

第一章 绪 论

化学实验是化学理论的源泉,是化工工程技术的基础。因此,在化学教学中,化学实验是对学生进行科学实验基本训练的必修基础课程。其目的不仅是传授化学实验知识,还担负着培养学生能力和素质的任务。通过大量的化学实验课,学生应受到下列训练:

1. 熟练掌握化学实验基本操作,正确使用各类仪器,具有取得准确实验数据的能力。
2. 掌握正确记录、处理数据和表达实验结果的方法。
3. 通过实验加深对化学基本理论的理解,对在实验中观察到的现象具有分析判断、逻辑推理和作出结论的能力。
4. 能正确设计实验,包括选择实验方法、实验条件、仪器和试剂等。初步具有解决实际问题的能力。
5. 掌握获取信息的能力,熟悉有关工具书、手册及其他信息源的查阅方法。
6. 培养学生树立实事求是的科学态度,严肃认真的工作作风,良好的实验室工作习惯,相互协作的团队精神和开拓创新的意识。

为了达到以上教学目的,要求学生在实验课前必须做好预习,认真阅读实验教材和相关资料,弄清实验的目的要求、基本原理、实验内容、操作步骤及注意事项等。实验过程中认真独立的完成,要做到认真操作、细心观察、积极思考、如实记录。要合理安排时间,按质按量完成指定的实验内容,要按照正确的操作方法使用各种仪器,做到心细谨慎,防止产生不必要的障碍或仪器损坏,实验过程中要保持实验室内安静有序、桌面整洁,节约药品,安全操作。实验测得的原始数据要按要求记录并由教师签字。实验完毕要及时写好实验报告,要求书写整洁,结论明确,文字简练,严禁相互抄袭和随意涂改。

学 生 守 则

为实现上述实验目的和教学要求,提高教学质量,学生必须遵守以下实验守则:

1. 实验前,认真做好实验的预习准备工作,写出预习报告。
2. 遵守纪律,不迟到早退,不无故缺席,保持安静,独立完成实验。

3. 实验时,集中思想,认真规范操作,仔细观察实验现象,如实记录实验结果,积极思考问题。安全操作,防止发生中毒、爆炸和烧伤等事故。
4. 爱护公共财物,小心使用实验仪器和设备,注意节约用水、用电和试剂。使用精密仪器时,必须严格按照操作规程进行,避免因粗枝大叶违章操作而损坏仪器。如果发现仪器有故障,应立即停止使用,报告教师及时处理。
5. 每人应取用自己的仪器,未经教师许可,不得动用他人的仪器。实验中仪器若有损坏,应如实登记补领。
6. 实验台上的仪器应放置整齐,并经常保持台面清洁。
7. 取用试剂时,勿撒落或搞错。取用后及时盖好瓶盖,放回原处。仪器和药品严禁带出实验室。实验中或实验后的废液、废渣和回收品,应放在指定的容器中,严禁倒入水槽中。
8. 实验完毕后,应将玻璃仪器洗净,放回原处。值日生负责打扫卫生,整理好药品和实验台面,关好水、电等。经教师检查,得到允许,方可离开实验室。

实验室安全规则

化学药品中,有很多是易燃、易爆、有腐蚀性或有毒的。所以,在化学实验中,必须十分重视安全问题,不能麻痹大意。在实验前,应充分了解安全注意事项;在实验中,要集中注意力,严格遵守操作规程,以避免事故的发生。

1. 对于易燃、易爆的物质要尽量远离火源。
2. 能产生有刺激性或有毒气体的实验,应在通风橱内(或通风处)进行。
3. 绝对不允许任意混合各种化学药品。倾注药品或加热液体时,不要俯视容器,也不要将正在加热的容器口对准自己或他人。凡使用电炉、酒精灯等加热的实验,中途不得离开实验室。
4. 有毒药品(如重铬酸钾、钡盐、铅盐、砷化合物、汞及汞化合物、氰化物等)不得入口或接触伤口。剩余的废物和金属片不得倒入下水道,应倒入回收容器内集中处理。
5. 浓酸、浓碱具有强腐蚀性,使用时切勿溅在衣服或皮肤上,尤其是眼睛上;稀释浓酸、浓碱时,应在不断搅拌下将它们慢慢倒入水中;稀释浓硫酸时更要小心,千万不可把水加入浓硫酸里,以免溅出造成烧伤。
6. 实验中所用玻璃制品,如不注意,不但会损坏仪器,还会造成割伤,因此需小心使用。
7. 自拟实验或改变实验方案时,必须经教师批准后才可进行,以免发生意外事故。
8. 实验室内禁止饮食,实验完毕洗净双手后方可离开实验室。

实验室意外事故的处理

1. 割伤:在伤口处涂抹紫药水或红药水,再用纱布包扎。
2. 烫伤:在伤口处涂抹烫伤药或用苦味酸溶液清洗伤口,小面积轻度烫伤可以涂抹肥皂水。

3. 酸碱腐蚀伤：先用大量水冲洗。酸腐伤后，用饱和碳酸氢钠溶液或氨水溶液冲洗；碱腐伤后，用2%醋酸洗，最后用水冲洗。若强酸强碱溅入眼内，立即用大量水冲洗，然后相应地用1%碳酸氢钠溶液或1%硼酸溶液冲洗。
4. 溴灼伤：立即用大量水冲洗，再用酒精擦至无溴存在为止；或用苯或甘油洗，然后用水冲洗。
5. 磷灼伤：用1%硝酸银、1%硫酸铜或浓高锰酸钾溶液洗，然后包扎。
6. 吸入溴蒸气、氯气、氯化氢：可吸入少量酒精和乙醚的混合气体；若吸入硫化氢气体而感到不适时，应立即到室外呼吸新鲜空气。
7. 毒物不慎进入口中：用催吐剂（约30 g 硫酸镁溶于1杯水中），并用手指伸进咽喉部，促使呕吐，然后立即送医院治疗。
8. 触电：遇到触电事故，应先切断电源，必要时进行人工呼吸。
9. 火灾：若遇有机溶剂引起着火时，应立即用湿布或砂土等灭火；如果火势较大，可用灭火器灭火，切勿泼水，泼水会使火势蔓延。若遇电器设备着火，先切断电源，然后用灭火器灭火，切勿用水灭火，以免触电。实验人员衣服着火时，立即脱下衣服，或就地打滚。
10. 伤势较重者，立即送医院治疗。

实 验 报 告

认真完成实验报告和实验思考题是做好化学实验的重要环节。实验完成之后，要在指定的时间内及时完成实验报告。一般的实验报告内容大致如下：

1. 实验目的。目的是指为什么要进行此项实验，经过此项实验应掌握什么原理和方法、知识和技能。
2. 实验原理。实验原理是进行实验的理论依据，常要求给出反应方程式。
3. 实验内容。包括仪器试剂和实验步骤，实验步骤应尽量采用箭头表示的示意图，简单明晰，切忌照抄书本。
4. 实验现象和原始数据记录。实验记录要尊重客观事实，实验现象和原始数据记录清晰、可靠。每次结果要经教师签字认可。
5. 数据处理及思考题。对实验现象进行分析、解释；对原始数据进行处理，并对得到的实验结果进行讨论，得出实验结论，按要求解答教师布置的思考题。

不同的实验，实验报告的格式不同，要求学生按规定的实验报告格式完成实验报告，字迹工整清晰，内容齐全准确。

第二章 化学实验基本知识

第一节 实验室用水与化学试剂

一、实验室用水的规格、制备及检验方法

化学实验中所用的水大多数是纯化的水。不同的实验,对水质的要求也不相同。一般的化学实验用一次蒸馏水或去离子水;超纯分析或精密物理化学实验中,需用水质更高的二次蒸馏水、三次蒸馏水或根据实验要求用无二氧化碳蒸馏水等。

1. 水的规格

国家标准(GB 6682—92)中,明确规定了实验室用水的级别、技术指标及检验方法(见表1-1)。该标准采用了国际标准(ISO 3696—1987)。

表 1-1 实验室用水的级别及主要技术指标(引自 GB 6682—92)

指 标 名 称	一 级	二 级	三 级
pH 值范围(25℃)	—	—	5.0~7.5
电导率(25℃)/mS·m ⁻¹	≤0.01	≤0.10	≤0.50
可氧化物质(以氧计)/mg·mL ⁻¹	—	<0.08	<0.4
蒸发残渣(105℃±2℃)/mg·mL ⁻¹	—	≤1.0	≤2.0
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤0.001	≤0.01	
可溶性硅(以 SiO ₂ 计)/mg·mL ⁻¹	<0.01	<0.02	

注: 1. 由于在一级水、二级水的纯度下,难于测定其真实的 pH 值,因此,对其 pH 值范围不做规定。

2. 由于在一级水的纯度下,难于测定其可氧化物质和蒸发残渣,因此,对其限量不做规定。可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

2. 水的制备方法

实验室制备纯水一般可用蒸馏法、离子交换法和电渗析法。蒸馏法的优点是设备成本低、操作简单,缺点是只能除掉水中非挥发性杂质,且能耗高;离子交换法制得的水,称为“去离子水”,去离子效果好,但不能除掉水中非离子型杂质,常含有微量的有机物;电渗析法是在直流电场作用下,利用阴、阳离子交换膜对原水中存在的阴、阳离子选择性渗透的性质而除去离子型杂质,电渗析法也不能除掉非离子型杂质。在实验中,要依据需要,选择用水。不应盲目追求水的纯度。

3. 水的检验方法

制备出的纯水水质,一般依其电导率为主要质量指标。一般的检验也可进行诸如 pH 值、重金属离子、Cl⁻、SO₄²⁻ 等的检验;此外,根据实际工作的需要及生化、医药化学等方面

的特殊要求,有时还要进行一些特殊项目的检验。

二、化学试剂

1. 化学试剂的分类

化学试剂的种类很多,其分类和分级标准也不尽一致。我国化学试剂的标准有国家标准(GB)、化工部标准(HG)及企业标准(QB)。试剂按用途可分一般试剂、标准试剂、特殊试剂、高纯试剂等多种;按组成、性质、结构又可分无机试剂、有机试剂。且新的试剂还在不断产生,没有绝对的分类标准。我国国家标准是根据试剂的纯度和杂质含量,将试剂分为五个等级,并规定了试剂包装的标签颜色及应用范围(见表1-2)。

表1-2 化学试剂的级别和适用范围

级 别	名 称	英文符号	标签颜色	应 用 范 围
一 级	优级纯(保证试剂)	GR	绿	精密分析研究工作
二 级	分析纯(分析试剂)	AR	红	分析实验
三 级	化学纯	CP	蓝	一般化学实验
四 级	实验纯(实验试剂)	LR	黄	工业或化学制备
生化试剂	生化试剂(生物染色剂)	BR	咖啡或玫红	生化实验

2. 化学试剂的取用、存放

实验中应根据不同的要求选用不同级别的试剂。化学试剂在实验室分装时,一般把固体试剂装在广口瓶中,把液体试剂或配制的溶液盛放在细口瓶或带有滴管的滴瓶中,把见光易分解的试剂或溶液(如硝酸银等)盛放在棕色瓶内。每一试剂瓶上都贴有标签,上面写有试剂的名称、规格或浓度(溶液)以及日期,在标签外面涂上一层蜡来保护它。如分层放置应将固体试剂放在上层,万一翻倒也不会污染下层试剂。

(1) 固体试剂的取用规则

- ① 用干净的药勺取用。用过的药勺须洗净、擦干后才能再使用。
- ② 试剂取用后应立即盖紧瓶盖。
- ③ 多取出的药品,不要再倒回原瓶。
- ④ 一般试剂可放在干净的纸或表面皿上称量。具有腐蚀性、强氧化性或易潮解的试剂不能在纸上称量,应放在玻璃容器内称量。

⑤ 有毒药品要在教师指导下取用。

(2) 液体试剂的取用规则

① 从滴瓶中取用时,要用滴瓶中的滴管,滴管不要触及所接收的容器,以免玷污药品。装有药品的滴管不得横置或滴管口向上斜放,以免液体流入滴管的胶皮帽中。

② 从细口瓶中取用试剂时,用倾注法。将瓶塞取下,反放在桌面上,手握住试剂瓶上贴标签的一面,逐渐倾斜瓶子,让试剂沿着洁净的瓶口流入试管或沿着洁净的玻璃棒注入烧杯中。取出所需量后,将试剂瓶口在容器上靠一下,再逐渐竖起瓶子,以免遗留在瓶口的液体滴流到瓶的外壁。

③ 在试管里进行某些不需要准确体积的实验时,可以估算取用量。如用滴管取 1 mL 溶液相当于多少滴,5 mL 液体占一个试管容量的几分之几等。倒入试管里的溶液的量,一般不超过其容积的 $\frac{1}{3}$ 。

④ 定量取用时,用量筒或移液管取。

(3) 特殊化学试剂(汞、金属钠、钾)的存放

① 汞:汞易挥发,在人体内会积累起来,引起慢性中毒。因此,不要让汞直接暴露在空气中,汞要存放在厚壁器皿中,保存汞的容器内必须加水将汞覆盖,使其不能挥发。玻璃瓶装汞只能至半满。

② 金属钠、钾:通常应保存在煤油中,放在阴凉处。使用时先在煤油中切割成小块,再用镊子夹取,并用滤纸把煤油吸干。切勿与皮肤接触,以免烧伤。未用完的金属碎屑不能乱丢,可加少量酒精,令其缓慢反应掉。

第二节 溶液及其配制

1. 一般溶液

溶液配制的常用方法,主要包括以下三种:

(1) 直接水溶法 对一些易溶于水而不易水解的固体试剂,如 KNO_3 、 KCl 、 NaCl 等,先算出所需固体试剂的量,用台秤或分析天平称出所需量,放入烧杯中,以少量蒸馏水搅拌使其溶解后,再稀释至所需的体积。若试剂溶解时有放热现象,或以加热促使其溶解的,应待其冷却后,再移至试剂瓶或容量瓶,贴上标签备用。

(2) 介质水溶法 对易水解的固体试剂如 FeCl_3 、 SbCl_3 、 BiCl_3 等,配制其溶液时,称取一定量的固体,加入适量的酸(或碱)使之溶解。再以蒸馏水稀释至所需体积,摇匀后转入试剂瓶。在水中溶解度较小的固体试剂如固体 I_2 ,可选用 KI 水溶液溶解,摇匀转入试剂瓶。

(3) 稀释法 对于液态试剂,如盐酸、硫酸等。配制其稀溶液时,用量筒量取所需浓溶液的量,再用适量的蒸馏水稀释。配制硫酸溶液时,需特别注意,应在不断搅拌下将浓硫酸缓缓倒入盛水的容器中,切不可颠倒操作顺序。

易发生氧化还原反应的溶液,为防止在保存期间失效,如: Sn^{2+} 、 Fe^{2+} 溶液应分别放入一些锌粒和铁粉。

一些物质见光容易分解,要注意避光保存,如 AgNO_3 、 KMnO_4 、 KI 等溶液应贮于棕色容器中。

2. 标准物质

标准物质(Reference Material,简称 RM),其定义表述为:已确定其一种或几种特性,用于校准测量器具、评价测量方法或确定材料特性量值的物质。目前,我国的化学试剂中只有滴定分析基准试剂和 pH 基准试剂属于标准物质。常用的工作基准试剂如表 1-3 所示。基准试剂可用于直接配制标准溶液或用于标定溶液浓度。标准物质的种类很多,实验中还会使用一些非试剂类的标准物质,如纯金属、药物、合金等。

表 1-3 滴定分析中常用的工作基准试剂

试剂名称	主要用途	用前干燥方法	国家标准编号
氯化钠	标定 AgNO_3 溶液	500~550℃灼烧至恒重	GB 1253—89
草酸钠	标定 KMnO_4 溶液	105±5℃干燥至恒重	GB 1254—90
无水碳酸钠	标定 HCl 、 H_2SO_4 溶液	270~300℃干燥至恒重	GB 1255—90
乙二胺四乙酸二钠	标定金属离子溶液	硝酸镁饱和溶液恒湿器中放置 7 天	GB 12593—90
邻苯二甲酸氢钾	标定 NaOH 溶液	105~110℃干燥至恒重	GB 1257—89
碘酸钾	标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液	180±2℃干燥至恒重	GB 1258—90
重铬酸钾	标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 、 FeSO_4 溶液	120±2℃干燥至恒重	GB 1259—89
溴酸钾	标定 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液	180±2℃干燥至恒重	GB 12594—90
碳酸钙	标定 EDTA 溶液	110 ± 2℃干燥至恒重	GB 12596—90
氧化锌	标定 EDTA 溶液	800℃灼烧至恒重	GB 1260—90
硝酸银	标定卤化物溶液	H_2SO_4 干燥器中干燥至恒重	GB 12595—90
三氧化二砷	标定 I_2 溶液	H_2SO_4 干燥器中干燥至恒重	GB 1256—90

3. 标准溶液

所谓标准溶液,是一种已知准确浓度的溶液。但并不是什么试剂都能直接配制标准溶液,如浓 HCl 易挥发、浓 H_2SO_4 易吸水、固体 NaOH 易潮解、 $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 易风化等均不能直接配制标准溶液,只有基准物质才能直接配制。所谓基准物质即可用来直接配制标准溶液、校准溶液或校准未知溶液浓度的物质。它必须具备下列条件:

- (1) 组成与化学式精确符合(包括结晶水)。
- (2) 纯度要求在 99.9% 以上,而杂质含量少至可忽略不计。
- (3) 在一般条件下性质稳定,且在反应时不发生副反应。

标准溶液是已确定其主体物质浓度或其他特性量值的溶液。化学实验中常用的标准溶液有滴定分析用标准溶液、仪器分析用标准溶液和 pH 测量用标准缓冲溶液。其配制方法如下:

(1) 直接法 由基准试剂或标准物质直接配制。用分析天平或电子天平准确称取一定量的基准试剂或标准物质,溶于适量的水中,再定量转移到容量瓶中,用水稀释至刻度。根据称取的质量和容量瓶的体积,计算它的准确浓度。

(2) 标定法 很多试剂不宜用直接法配制标准溶液,而要用间接的方法,即标定法。先配制出近似所需浓度的溶液,再用基准试剂或已知浓度的标准溶液标定其准确浓度。

6 种 pH 基准试剂如表 1-4 所示。

表 1-4 pH 基准试剂(引自 GB 6852—6858—86 和 GB 11076—89)

试 剂	规定浓度 (mol · kg ⁻¹)	标准值(25℃)	
		一级 pH 基准试剂	pH 基准试剂
		pH(S) _I	pH(S) _{II}
四草酸钾	0.05	1.680 ± 0.005	1.68 ± 0.01
酒石酸氢钾	饱和	3.559 ± 0.005	3.56 ± 0.01
邻苯二甲酸氢钾	0.05	4.003 ± 0.005	4.00 ± 0.01
磷酸氢二钠磷酸二氢钾	0.025	6.864 ± 0.005	6.86 ± 0.01
四硼酸钠	0.01	9.182 ± 0.005	9.18 ± 0.01
氢氧化钙	饱和	12.460 ± 0.005	12.46 ± 0.01

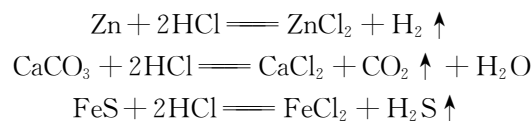
4. 缓冲溶液

许多化学反应要在一定的 pH 值条件下进行。缓冲溶液就是一种能抵御少量强酸、强碱和水的稀释而保持体系 pH 值基本不变的溶液。缓冲溶液能对溶液的酸碱度起稳定作用,一般由浓度较大的弱酸及其共轭碱、浓度较大的弱碱及其共轭酸组成。

第三节 常用气体与纯化

1. 气体的制备

化学实验中经常要制备少量气体,可根据原料和反应条件,采用以下某一装置进行。制备氢气、二氧化碳及硫化氢等气体可用启普发生器



启普发生器由一个玻璃容器和球形漏斗组成(见图 1-1),固体药品放在中间圆球内,固体下面放些玻璃棉,以免固体掉至下球内。酸从球形漏斗加入,使用时,打开活塞,酸进入中间球内,与固体接触而产生气体。要停止使用,把活塞关闭,气体就会把酸从中间球内压入下球及球形漏斗内,使固体与酸不再接触而停止反应。下次再用,只要重新打开活塞,又会产生气体。启普发生器的优点之一就是使用起来甚为方便。

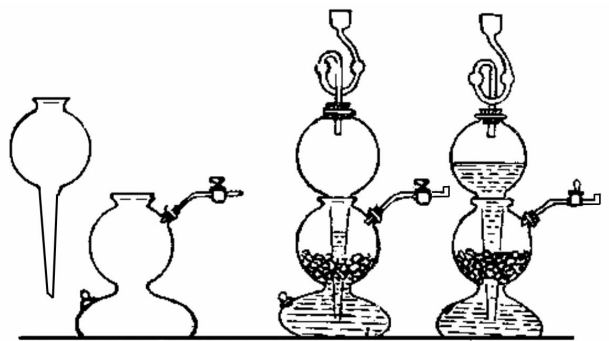
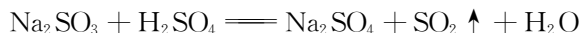


图 1-1 实验室常用的启普发生器的构造图

启普发生器不能加热,且装在发生器内的固体必须是块状的。当制备反应需要在加热情况下进行或固体的颗粒很小甚至是粉末时,就不能用启普发生器,而要采用如图 1-2 所示仪器装置。如下列反应:



在此装置中,固体加在蒸馏瓶内,酸加在分液漏斗中。使用时,打开分液漏斗下面的活塞,使酸液滴加在固体上,以产生气体(注意酸不要加得太多)。当反应缓慢或不发生气体时,可以微微加热。

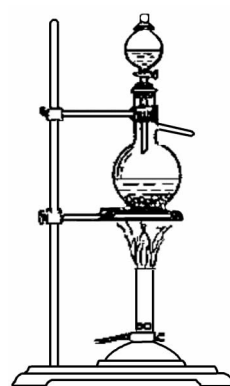


图 1-2 实验室常用的发生气体的装置

实验室里还可以使用气体钢瓶直接得到各种气体。气体钢瓶是储存压缩气体的特制的耐压钢瓶。钢瓶的内压很大,且有些气体易燃或有毒,所以操作要特别小心,使用时注意:

① 钢瓶应存放在阴凉、干燥、远离热源(如阳光、暖气、炉火)的地方。可燃性气体钢瓶与氧气瓶分开存放。

② 不让油或其他易燃性有机物沾在气瓶上(特别是气门嘴和减压器)。不得用棉、麻等物堵漏,以防燃烧引起事故。

③ 使用时,要用减压器(气压表)控制地放出。可燃性气体钢瓶、气门螺纹是反扣的(如氢气、乙炔气)。不燃或助燃性气体钢瓶、气门螺纹是正扣的。各种气体的气压表不得混用。

为了避免把各种气瓶混淆,通常在气瓶外面涂以特定的颜色以区分,并在瓶上写明瓶内气体的名称,如表 1-5 所示为国产气瓶常用的标记。

表 1-5 国产气瓶常用标记

气体类别	瓶身颜色	标记颜色
氮 气	黑	黄
氢 气	深 绿	红
氧 气	天 蓝	黑
氨 气	黄	黑
空 气	黑	白
氯 气	黄 绿	黄
乙 炔	白	红
二氧化碳气体	黑	黄
其他一些可燃气体	红	白
其他一些不可燃气体	黑	黄

2. 气体的干燥与纯化

由以上方法制得的气体常带有酸雾和水汽,有时要进行净化和干燥。酸雾可用水或玻璃棉除去,水汽可选用浓硫酸、无水氯化钙或硅胶等干燥剂吸收。通常使用洗气瓶

(见图 1-3)、干燥塔(见图 1-4)或 U 型管(见图 1-5)等进行净化。液体(如水、浓硫酸)装在洗气瓶内,无水氯化钙和硅胶装在干燥塔或 U 型管内,玻璃棉装在 U 型管内。气体中如还有其他杂质,可根据具体情况分别用不同的洗涤液或固体吸收。

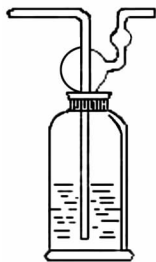


图 1-3 洗气瓶

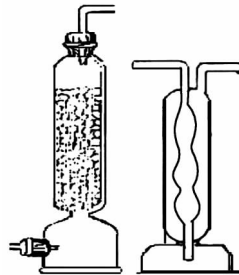


图 1-4 干燥塔

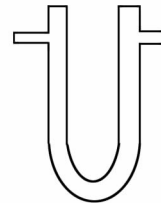


图 1-5 U型管

3. 气体的收集

气体的收集可根据其性质选取不同的方式。在水中溶解度很小的气体(如氢气、氧气),可用排水集气法收集(见图 1-6);易溶于水而比空气轻的气体(如氨),可按图 1-7(a)所示的排气集气法收集;易溶于水而比空气重的气体(如氯气、二氧化碳),可按图 1-7(b)所示的排气集气法收集。

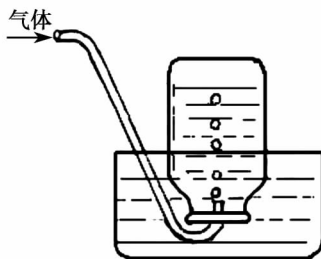


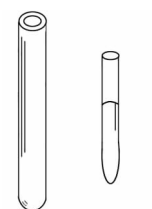
图 1-6 排水集气法



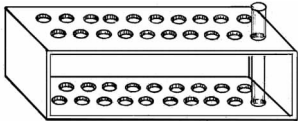
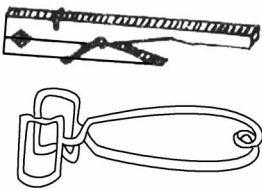
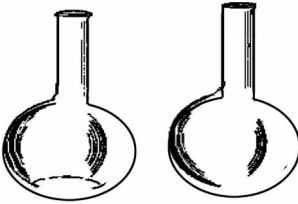
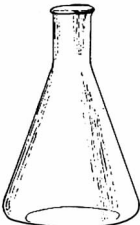
图 1-7 排气集气法

第四节 常用仪器及其基本操作

一、一般仪器

仪器名称	规 格	用 途	注意事项
 试管 离心试管	分硬质试管、软质试管、普通试管、离心试管。普通试管以管口外径(mm)×长度(mm)表示。如:25×100,10×15 等。离心试管以立方厘米(cm ³)表示	用作少量试剂的反应容器,便于操作和观察。离心试管还可用作定性分析中的沉淀分离	可直接用火加热。硬质试管可以加热至高温。加热后不能骤冷,特别是软质试管更容易破裂。离心试管只能用水浴加热

(续表)

仪器名称	规 格	用 途	注意事项
 试管架	有木质、铝质、塑料的	放试管	
 试管夹	由木头、钢丝或塑料制成	夹试管	防止烧损或锈蚀
 毛刷	以大小和用途表示。如试管刷、滴定管刷等	洗刷玻璃仪器	小心刷子顶端的铁丝易撞破玻璃仪器
 烧杯	玻璃质。分硬质、软质,有一般型和高级型,有刻度和无刻度。规格按容量(mL)大小表示	用作反应物量较多时的反应容器。反应物易混合均匀	加热时应放置在石棉网上,使受热均匀
 烧瓶	玻璃质。分硬质和软质。有平底、圆底、长颈、短颈几种及标准磨口烧瓶。规格按容量(mL)大小表示。磨口烧瓶是以标号表示其口径的大小的。如 14, 19 等	反应物多,且需长时间加热时,常用它作反应容器	加热时应放置在石棉网上,使受热均匀
 锥形瓶	玻璃质。分硬质和软质。有平底、圆底、长颈、短颈几种及标准磨口烧瓶。规格按容量(mL)大小表示。磨口烧瓶是以标号表示其口径的大小的。如 14, 19 等	反应容器。振荡很方便,适用于滴定操作	加热时应放置在石棉网上,使受热均匀